

Agilent Gaschromatograf der Serie 8890

Fehlerbehebung



Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2019

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

Handbuch Teile-Nr.

G3450-92016

Ausgabe

Erste Ausgabe, Januar 2019
Gedruckt in USA,

Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE 19808-1610 USA
Wilmington, DE 19808-1610 USA

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

Gewährleistung

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

Sicherheitshinweise

VORSICHT

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

WARNUNG

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

Inhalt

1 Konzepte und allgemeine Aufgaben

Konzepte	10
Beheben von Fehlern mit Hilfe dieses Handbuchs	10
Verwendung der Diagnosefunktionen des GC	10
Systeme mit anderen Instrumenten	11
Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen	12
Einlass- und Detektorkonfiguration	12
Säulenkonfiguration	12
Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers	13
Gaskonfiguration	13
Anzeige von Run Log (Betriebsprotokoll), Maintenance Log (Wartungsprotokoll) und System Log (Systemprotokoll)	14
Run Log	14
Maintenance Log	14
System Log (Systemprotokoll)	14
Erforderliche Informationen bei der Kontaktaufnahme mit dem Agilent Support	15

2 ALS- und Detektorsymptome

Fehler am Kolben	18
Vorgehensweise	18
Fläschchen durch automatischen Flüssigprobengeber (7693A) beschädigt	19
Ausrichtungslicht am 7693A/7650A Injektionsarm ist an	21
Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass	22
SPD-Leckstromtest schlägt fehl	23
FID-Basislinientest schlägt fehl	24
FID zündet nicht	25
FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz	26
Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker	28
FFD+ zündet nicht	29
SPD-Nullpunktgleichung schlägt fehl	31
SPD-Perle zündet nicht	32
FFD+-Temperatur wird nicht betriebsbereit	33
Abschalten eines (defekten) Geräts	34

3 Chromatografische Symptome

Retentionszeiten nicht wiederholbar	37
Peak-Bereiche nicht wiederholbar	38
Verunreinigung oder Verschleppung	39
Isolieren der Quelle	39
Prüfen der möglichen Ursachen – alle Kombinationen aus Einlass und Detektor	39
Größere Peaks als erwartet	41
Peaks werden nicht angezeigt – keine Peaks	42
Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms	43
Schlechte Peak-Auflösung	44
Peak-Abfall	45
SPD-Peak-Abfall	46
Probleme mit Peak-Siedepunkt oder unzureichender Molekulargewichts-Diskriminierung	47
Bei einem Einlass, der in der Split-Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird	47
Bei einem Einlass, der in splitloser Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird	47
Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks	48
Peak-Vorlagerung	49
Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes	50
Verrauschte Basislinie	50
Basislinien-Wander und -Drift	52
Basislinien-Spiking	53
Elektronenanlagerungsdetektor (EAD) Rauschen und Empfindlichkeit	55
Anzeigesignalauswertung	55
Empfindlichkeit	58
Verunreinigung (hohe Basislinie)	58
Niedriger Peak-Bereich oder geringe Peak-Höhe (Geringe Empfindlichkeit)	59
Behebung geringer Empfindlichkeit bei einem FID	60
FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	62
FID-Basislinienausgabe über 20 pA	64
FID-Basislinienausgabe bei Maximum (~8 Millionen)	65
FFD+-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	66
FFD+-Dämpfung/-Reproduzierbarkeit	67

FFD+-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig	68
Niedrige Peak-Bereiche mit dem FFD+	69
Große Peak-Breite auf halber Höhe am FFD+	70
Hohe FFD+-Basislinienausgabe, > 20 pA	71
FFD+-Chromatografieausgabe mit abgeschnittenen Peaks	72
Dämpfung des Lösungsmittels am SPD	73
Niedrige SPD-Response	74
Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen	75
SPD-Nullpunktgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß	76
Niedrige Selektivität am SPD	77
Negative Peaks am WLD	78
WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft (Ringing-Basislinie)	79
WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf	80

4 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

GC ist niemals betriebsbereit	82
Fluss wird niemals betriebsbereit	83
Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab	84
Ofen heizt niemals auf	85
Temperatur ist niemals betriebsbereit	86
Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden	87
Ein Gas erreicht nicht den Sollwertdruck oder Fluss	88
Ein Gas überschreitet den Drucksollwert oder Fluss	89
Der Einlassdruck oder -fluss schwankt	90
Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Splineinlass gehalten werden	91
Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss	92
FID zündet nicht	93
FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz	94
Gemessene FID- bzw. SPD-Wasserstoff- und Zusatzgasflüsse liegen erheblich unter dem Sollwert	96
SPD-Nullpunktgleich schlägt fehl	97
FFD+ zündet nicht	98

Ventil nicht bereit	100
Externe Ventile	100
Gasprobenventile	100
Multipositionsventil	100

5 Symptome bei einer Abschaltung

Säulenabschaltungen	102
Wasserstoff-Abschaltungen	103
In Einlässen und Zusatzgasströmen verwendeter Wasserstoff	103
Wasserstoffsensor	104
Detektorluft-Abschaltungen	105
MS-Abschaltung	106
Entfernen des Status MS Shutdown	107
Nach Lösung eines Problems mit Status MS Shutdown	107
Thermische Abschaltungen	108

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

GC schaltet sich nicht ein	110
PC kann mit GC nicht kommunizieren	111
GC kann nicht mit einem konfigurierten MS oder HS kommunizieren	112
GC schaltet sich ein, hält dann beim Hochfahren an (während des Selbsttests)	113

7 Überprüfen auf Lecks

Tipps zur Überprüfung auf Lecks	118
Überprüfen von externen Lecks	119
Überprüfung des GCs auf Lecks	121
Lecks in Kapillarflussarmaturen	122
Durchführung eines Einlasslecktests	123
Durchführung eines Druckabfall-Lecktests	124
Durchführung eines Einlassdruckabfalltests über die lokale Benutzerschnittstelle	124
Manuelle Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks	126
Behebung von Lecks am Split/Splitless-Einlass	128
Manuelle Überprüfung eines Multimodus-Einlasses auf Lecks	129
Drucksollwert kann nicht erreicht werden	129
Geringe Empfindlichkeit oder schlechte Reproduzierbarkeit	131

Behebung von Lecks am Multimodus-Einlass	132
Während der Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen Purged/Packed-Einlass	133
Behebung von Lecks am Purged-Packed-Einlass der Säule	134
Behebung von Lecks im Kaltaufgabesystem	135
Behebung von Lecks am PTV-Einlass	136
Behebung von Lecks in der Schnittstelle für flüchtige Analyte	137

8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

Messung eines Säulenflusses	140
Messen des Säulenflusses bei einem FID, WLD, EAD und FFD	140
Messen des SPD-Säulenflusses	142
Messung des Flusses an einem Splitauslass oder einem Septumspülfluss	143
Messung eines Detektorflusses	145
Messen des Flusses bei einem FID, WLD, EAD und FFD+	145
Messen des SPD-Flusses	147
Durchführen des GC-Selbsttests	148
Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung	149
Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests	150
Anpassen des Lit-Offset am FID	151
Sicherstellung, dass die FID-Flamme brennt	152
Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert	153
Messung des FID-Leckstroms	154
Messung der FID-Basislinienausgabe	155
Isolierung der Ursache des FID-Rauschens	156
Messung des SPD-Leckstroms	157
Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist	158
Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist	159
Sicherstellung, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist	160
Sicherstellung, dass die FFD+-Flamme brennt	161
Anpassung von Lit Offset am FFD+	162
Wann Gasreiniger gewechselt werden müssen	163
Ignorieren des Bereitschaftsstatus eines Geräts	164

1

Konzepte und allgemeine Aufgaben

Konzepte 10

Systeme mit anderen Instrumenten 11

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

Anzeige von Run Log (Betriebsprotokoll), Maintenance Log (Wartungsprotokoll) und System Log (Systemprotokoll) 14

Erforderliche Informationen bei der Kontaktaufnahme mit dem Agilent Support 15

Konzepte

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

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


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

Beheben von Fehlern mit Hilfe dieses Handbuchs

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

- 1 Beobachten Sie die Symptome des Problems.
- 2 Suchen Sie die Symptome in diesem Handbuch 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

Der Touchscreen und die Browser-Oberfläche beinhalten 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, die Sie unter „Diagnostics > Diagnostic Tests“ (Diagnose > Diagnosetests) finden.
- 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.

Systeme mit anderen Instrumenten

Wenn andere Instrumente konfiguriert sind, die eine erweiterte Kommunikation unterstützen, z. B. ein 5977 MSD, 7000C Triple Quadrupole MS und 7697 Headspace-Probengeber, dann interagieren der 8890 GC und die konfigurierten Instrumente eng miteinander. Die Instrumente senden nicht nur einfach Analysebefehle und allgemeine Statusinformationen (betriebsbereit/nicht betriebsbereit), sondern ändern auch ihre Einstellungen auf Grundlage des gegenseitigen Status. Beispiel:

- Wird ein GC abgeschaltet, kann sich der MS ebenfalls abschalten oder in anderer Weise schützen.
- Eine Entlüftung des MS führt zu Änderungen im GC, mit denen der Entlüftungsvorgang unterstützt wird.
- Ein Abschalten des MS kann dazu führen, dass der GC seine Einstellungen ändert, um sich selbst und den MS zu schützen.
- Geht die Verbindung zwischen den Instrumenten verloren, können Änderungen in einem oder beiden Instrumenten die Folge sein.
- Der GC Sleep/Wake-Zyklus (Ruhemodus/Aktivierung) löst den Sleep/Wake-Zyklus des MS und HS aus (sofern verfügbar).
- Ein konfigurierter Headspace-Probengeber ermittelt sein Timing basierend auf der geladenen GC-Methode.

Aufgrund dieser Interaktion sollten Sie stets die Anzeigen aller Instrumente und das Datensystem prüfen, um Informationen zum vollständigen Systemstatus zu erhalten. Im Allgemeinen werden in der GC-Anzeige sowohl die eigenen GC-Meldungen als auch die Statusmeldungen der konfigurierten Instrumente angezeigt.

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.

Bei Ausstattung mit dem optionalen G3494A oder G3494B Barcodeleser-Zubehör können Sie Teiledaten unmittelbar in den GC einscannen (Informationen zu Säule, Liner und ALS-Spritze), ohne sie über das Tastenfeld eingeben zu müssen.

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.

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

FFD+-Filter: Die FFD+-Filter benötigen unterschiedliche Gasflüsse, um ordnungsgemäß zu funktionieren. Stellen Sie den Fluss gemäß dem installierten FFD+-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 Injektorposition, 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), Maintenance Log (Wartungsprotokoll) 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)**, **System Log (Systemprotokoll)** oder **Maintenance Log (Wartungsprotokoll)** 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.

Maintenance Log

In das Maintenance Log wird immer dann ein Eintrag aufgenommen, wenn ein "Early Maintenance Feedback Limit" erreicht, zurückgesetzt oder verändert wird. Das Log zeichnet Details auf, wie Zählerelement, Zählerwert, den neuen Zählerwert und ob der Zähler zurückgesetzt wurde oder nicht (weist auf den Austausch eines Teils hin). Das Wartungsprotokoll enthält auch Einträge für jede Durchführung einer automatisierten Wartung und für alle Zustände, die durch die Selbstdiagnose des Instruments erkannt 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.

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)



- Ofenkonfiguration (schnell oder langsam heizend)

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

Fehler am Kolben	18
Fläschchen durch automatischen Flüssigprobengeber (7693A) beschädigt	19
Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass	22
SPD-Leckstromtest schlägt fehl	23
FID-Basislinientest schlägt fehl	24
FID zündet nicht	25
FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz	26
Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker	28
FFD+ zündet nicht	29
SPD-Nullpunktgleich schlägt fehl	31
SPD-Perle zündet nicht	32
FFD+-Temperatur wird nicht betriebsbereit	33
Abschalten eines (defekten) Geräts	34

Fehler am Kolben

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

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

Vorgehensweise

- 1 Entfernen Sie die Spritze, und prüfen Sie die Beweglichkeit des Kolbens.
- 2 Tauschen Sie ggf. die Spritze aus. Lesen Sie die Dokumentation zum **7693A** oder **7650A**, soweit anwendbar.
- 3 Überprüfen Sie die Viskosität der Probe anhand der Viskositätsparameter.
- 4 Setzen Sie die Viskositätsparameter ggf. zurück.
- 5 Starten Sie die Sequenz neu.

Fläschchen durch automatischen Flüssigprobengeber (7693A) beschädigt

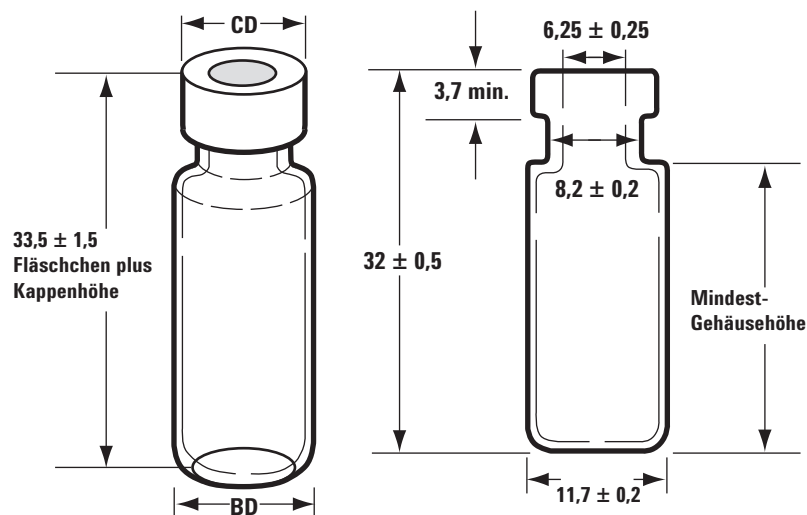
Zusätzliche Informationen zu diesem Thema können Sie **der Dokumentation zum Betrieb** Ihres Flüssigprobengebers entnehmen.

Wenn ein Probenfläschchen beschädigt wurde, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie, ob Verfaltungen oder Verknitterungen an der Bördelkappe vorliegen, besonders am Halsbereich des Probenfläschchens.
- Verwenden Sie die von Agilent empfohlenen Probemampullen.

Die nachstehende Abbildung zeigt die kleinste Strukturgröße (Critical Dimension, CD) für Probenfläschchen und Microvial-Einsätze für die Verwendung mit dem 7693A ALS-System. Diese Größen bilden keinen vollständigen Spezifikationsatz.

Gehäusedurchmesser (BD) = $11,7 \pm 0,2$
Kappendurchmesser (CD) = $BD \times 1,03$ maximal
Alle Abmessungen sind in Millimetern angegeben



Maximale Höhe eines mit Kappe verschlossenen Fläschchens

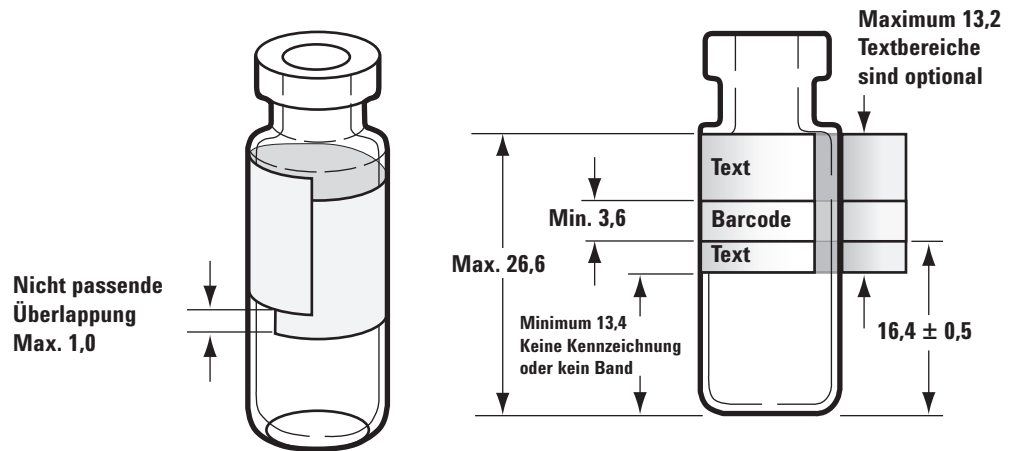
Bördelkappe für Probenfläschchen

- Wenn Sie den G4514A Probenhalter verwenden, stellen Sie sicher, dass das Übertragungskarussell installiert wurde.
- Prüfen Sie die Probenetiketten (sofern zutreffend).
 - Prüfen Sie, ob diese die korrekte Größe haben.
 - Stellen Sie sicher, dass die Etiketten nicht mit dem Greifarm kollidieren.

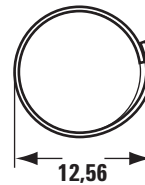
2 ALS- und Detektorsymptome

Fläschchen sind mit einem beschriftbaren Etikett zur einfachen Kennzeichnung erhältlich. Wenn Sie die Etikettierung selbst vornehmen möchten, empfiehlt Agilent Technologies die Positionierung sowie max. Etikettenstärke wie in der nachstehenden Abbildung angegeben.

Alle Abmessungen sind in Millimetern angegeben



Kennzeichnungsversatz



Maximale Breite, gemessen an Überlappung

- Prüfen Sie, ob die Probenhalter-Fläschchenständer sauber und im Tellerboden eingerastet sind.
- Kalibrieren Sie das System.

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 scharf und kann gefährliche Chemikalien enthalten.

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

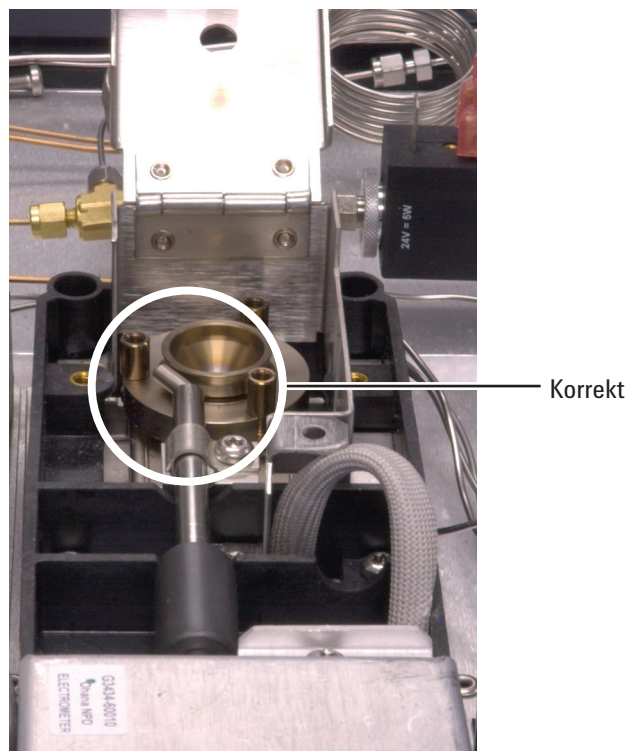
- Prüfen Sie, ob die Befestigungsmutter des GC-Septums nicht zu fest sitzt.
- Prüfen Sie, ob die Spritze korrekt im Spritzenträger installiert ist.
- Prüfen Sie, ob die Nadelhalterung und -führung sauber sind. Entfernen Sie Rückstände oder Septumreste. Installieren Sie gegebenenfalls einen neuen Nadelstützfuß.
- 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. Siehe **„Fläschchen durch automatischen Flüssigprobengeber (7693A) beschädigt“**.
- Prüfen Sie, ob die Bördekkappe richtig installiert ist. Weitere Informationen finden Sie in der Probengeberdokumentation.

SPD-Leckstromtest schlägt fehl

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

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

- 1 Tauschen Sie die keramischen Isolierungen aus. 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 für die Zündung hoch genug ist (> 150 °C). Agilent empfiehlt eine Temperatur von > 300 °C.
- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündsequenz glüht. (Siehe **„Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert“** auf Seite 153.)
- Versuchen Sie, den Versorgungsdruck für das FID-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Erhöhen Sie die Wasserstoff-Flussgeschwindigkeiten und reduzieren oder schalten Sie das Zusatzgas ab, bis die Zündung erfolgt, und setzen Sie die Raten dann herab, bis die Methodenwerte erreicht sind. Bis Sie ideale Werte erzielen, sind vermutlich einige Versuche erforderlich.

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

- Prüfen Sie, ob Düsen verstopft oder teilweise verstopft sind. (Siehe **„Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist“** auf Seite 158.)
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten am FID. Die Istwerte der Flussgeschwindigkeiten sollten im Bereich von ± 10 % des Sollwerts liegen. (Siehe FID-Ausgangsbedingungen im Benutzerhandbuch des 8890.) 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“** auf Seite 145.)
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. 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“** auf Seite 117).
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule. (Siehe **„Messung eines Säulenflusses“** auf Seite 140.) Der Wasserstofffluss sollte über der Summe aus Säulen- und Zusatzgasfluss liegen.
- Prüfen Sie, ob an der Säulendichtung am FID Lecks vorliegen.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur für die Zündung hoch genug 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.

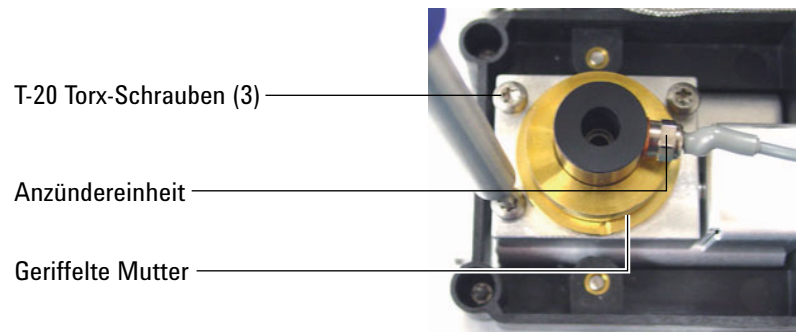


Wenn der Test fehlschlägt, prüfen Sie die folgenden möglichen Ursachen:

- Der Anzünder ist unter Umständen beschädigt; tauschen Sie den Anzünder aus. (Siehe **„Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert“** auf Seite 153.)
- Die Detektortemperatur ist auf < 150 °C eingestellt. Agilent empfiehlt den Betrieb des FID bei > 300 °C.
- Der Anzünder ist mit dem Boden nicht ordnungsgemäß verbunden:
 - Der Anzünder muss in der FID-Blockeinheit fest verschraubt sein.
 - Die drei T-20 Torx-Schrauben, mit denen die Kollektoreinrichtung befestigt ist, müssen fest sitzen.
 - Die geriffelte Messingmutter, mit der die FID-Blockeinheit befestigt ist, muss fest sitzen.

2 ALS- und Detektorsymptome

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



Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker

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

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

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

FFD+ zündet nicht

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

Tabelle 1 FFD+ empfohlene Flüsse

	Flüsse im Schwefelmodus, ml/Min.	Flüsse im Phosphormodus, ml/Min
Trägergas (Wasserstoff, Helium, Stickstoff, Argon)		
Gepackte Säulen	10 bis 60	10 bis 60
Kapillarsäulen	1 bis 5	1 bis 5
Detektorgase		
Wasserstoff	60	60
Luft	60	60
Trägergas + Zusatzgas	60	60

- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse.
- Die Säule ist im Detektor eventuell zu hoch installiert.
- Prüfen Sie, ob der FFD+-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 die Flussrate in der Säule und für das Zusatzgas.
- 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.
- Prüfen Sie den Wert **Lit offset**. Der typische Wert für **Lit offset** beträgt 2,0. Wenn der Wert Null beträgt, ist die automatische Zündung deaktiviert. Wenn der Wert zu hoch ist, erkennt die Software nicht, dass die Flamme brennt und schaltet den Detektor aus.
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Große Lecks führen dazu, dass die gemessenen Flussgeschwindigkeiten von ihren Istwerten abweichen und in der Folge zu nicht idealen Zündbedingungen führen. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks. (Siehe „Überprüfen auf Lecks“ auf Seite 117.)

2 ALS- und Detektorsymptome

- Versuchen Sie, den Versorgungsdruck für das FFD+-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Prüfen Sie den Wert **Lit offset**. 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.
- Unter manchen Betriebsbedingungen ist die Flamme leichter zu entzünden, wenn Sie das Entlüftungsrohr entfernen. Setzen Sie das Entlüftungsrohr nach dem Entzünden der Flamme wieder ein.
- 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**“ auf Seite 117.)

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**“ auf Seite 117.)
- 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, ob eine SPD-Düse verstopft ist**“ auf Seite 159.)
- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe „**Messung eines Detektorflusses**“ auf Seite 145.) Wenn die Wasserstoff- oder Zusatzgasflüsse Null betragen oder weit unter dem angezeigten Fluss liegen, überprüfen Sie, ob eine Düse verstopft ist.

FFD+-Temperatur wird nicht betriebsbereit

Wenn die FFD+-Emissionsblocktemperatur nicht betriebsbereit wird:

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

Abschalten eines (defekten) Geräts

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

Nicht alle Geräte können ignoriert werden. Sie können den Bereitschaftszustand von Einlässen, Detektoren, EPC-Modulen oder des Ofens 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.

VORSICHT

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.

Retentionszeiten nicht wiederholbar	37
Peak-Bereiche nicht wiederholbar	38
Verunreinigung oder Verschleppung	39
Größere Peaks als erwartet	41
Peaks werden nicht angezeigt – keine Peaks	42
Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms	43
Schlechte Peak-Auflösung	44
Peak-Abfall	45
Probleme mit Peak-Siedepunkt oder unzureichender Molekulargewichts-Diskriminierung	47
Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks	48
Peak-Vorlagerung	49
Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes	50
Elektronenanlagerungsdetektor (EAD) Rauschen und Empfindlichkeit	55
Niedriger Peak-Bereich oder geringe Peak-Höhe (Geringe Empfindlichkeit)	59
FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	62
FID-Basislinienausgabe über 20 pA	64
FID-Basislinienausgabe bei Maximum (~8 Millionen)	65
FFD+-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	66
FFD+-Dämpfung/-Reproduzierbarkeit	67
FFD+-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig	68
Niedrige Peak-Bereiche mit dem FFD+	69
Große Peak-Breite auf halber Höhe am FFD+	70
Hohe FFD+-Basislinienausgabe, > 20 pA	71
FFD+-Chromatografieausgabe mit abgeschnittenen Peaks	72
Dämpfung des Lösungsmittels am SPD	73
Niedrige SPD-Response	74
Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen	75
SPD-Nullpunktgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß	76
Niedrige Selektivität am SPD	77

3 Chromatografische Symptome

Negative Peaks am WLD 78

WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft (Ringing-Basislinie) 79

WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf 80

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“** auf Seite 123
 - **„Durchführung eines Druckabfall-Lecktests“** auf Seite 124
- 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.

Peak-Bereiche 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 Multimodus- oder 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 Multimodus- oder Split/Splitless-Einlass lesen Sie bitte **Manuelle Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks** oder **Manuelle Überprüfung eines Multimodus-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. Für Einlässe des Typs SS, MMI, PTV, und PP: Setzen Sie den Spülfluss auf mindestens 3 mL/Min., um das Septum sauber zu halten. Bei Einlässen des Kaltaufgabesystems setzen Sie den Septum-Spülfluss auf mindestens 15 ml/Min. Messen Sie den Fluss. Siehe „**Messung eines Säulenflusses**“.
- 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.
- 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.
- Installieren Sie ein Agilent Säulenrückspülsystem.

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**“.) Die Verfahren zum Konfigurieren von Säulen finden Sie im „Erweiterten Handbuch“.
- Prüfen Sie das Injektionsvolumen des automatischen Probengebers. Im normalen Injektionsmodus setzt der Probengeber die Schnellinjektion ein, um eine repräsentative Probenmenge abzugeben. Die Schnellinjektion minimiert die Nadelfraktionierung. Mittels manueller Injektion oder langsameren automatischen Injektionsgeräten erstellte Chromatogramme weisen höhere Niveaus an Materialien mit niedrigen Molekulargewichten im Vergleich zu Materialien mit höheren Molekulargewichten auf, weil die flüchtigen Bestandteile schneller aus der Nadel verdampfen als die Materialien mit höheren Gewichten.
- Prüfen Sie die Fläschchenabdeckungen. Lockere Fläschchenkappen können zum selektiven Schwund des leichteren Materials einer Probe führen. Die Kappe sollte bei ordnungsgemäßer Installation nicht leicht drehbar sein.
- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden mit halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe am Zylinder markiert ist und nicht an oberster Stelle, geben Sie beim Konfigurieren der Spritzengröße das **Zweifache** des angegebenen Werts ein.

Peaks werden nicht angezeigt – keine Peaks

- Wenn Sie einen automatischen Probengeber verwenden:
 - Stellen Sie sicher, dass das Fläschchen eine Probe enthält.
 - Stellen Sie sicher, dass der Kolbenträger am automatischen Flüssigprobengeber mit dem Spritzenkolben verbunden ist.
 - Prüfen Sie, ob die Spritze ordnungsgemäß installiert ist und die Probe ansaugt.
 - Prüfen Sie, ob die Spritze ordnungsgemäß installiert ist und die Probe ansaugt.
 - Stellen Sie sicher, dass Karussell/Probenteller korrekt bestückt ist, und keine Injektionen über Fläschchen erfolgen, 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**“.) Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch.
- Achten 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.
 - Für 7693A ALS verwenden Sie die Fläschchenheizung (Zubehör G4514A Barcodeleser/Mischer/Heizung), um das Probenfläschchen aufzuheizen.

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

Tabelle 2 Fehlerbehebung am Detektor

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

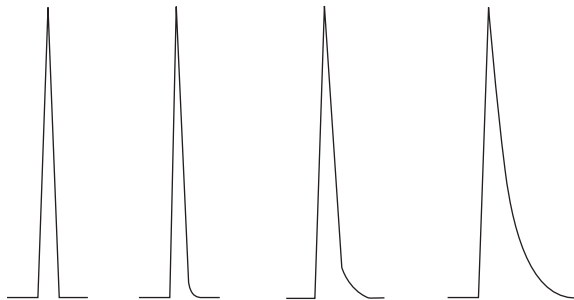
Schlechte Peak-Auflösung

- 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 Säulenfront 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 Wartungshandbuch.)
- Betrachten Sie die stationären Phase der Säule (aktive Säule). Dies betrifft nur aktive Verbindungen. Eine aktive Säule erzeugt in der Regel Tailing, das abhängig von der Retentionszeit zunimmt.
- Schneiden Sie
 - 1 Meter von der Säulenfront ab.
 - Ersetzen Sie die Säule.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt abgeschnitten und installiert ist.
 - Führen Sie einen erneuten Schnitt durch und installieren Sie die Säule wieder im Einlass und ersetzen 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 eluierende 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 Spritzenadel 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 Molekulargewichts-Diskriminierung

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

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

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

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

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

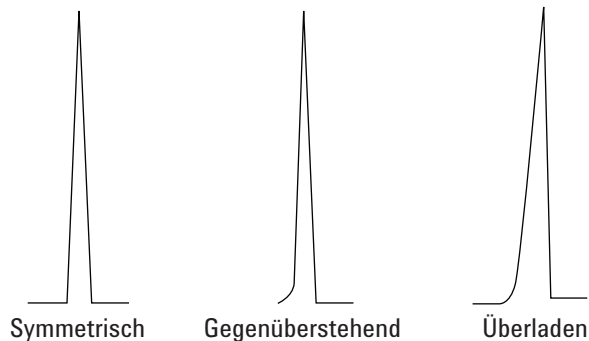
- Überprüfen Sie den Einlass auf Lecks. (Siehe „[Überprüfen auf Lecks](#)“.)
- Prüfen Sie den Liner-Typ. Verwenden Sie einen für die Splitless-Analyse optimierten Liner (deaktiviert, große Volumen).
- Stellen Sie sicher, dass die Ofenanfangstemperatur unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels liegt.
-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

Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks

- Senken Sie die Einlasstemperatur.
- Achten Sie auf Luft oder Wasser im Trägergas; überprüfen Sie die Reinheit des Gases und die Funktionalität der Ventile.
- Stellen Sie sicher, dass der Liner für die zu analysierende Probe geeignet ist.
- Führen Sie die vollständige Wartung am Einlass durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Installieren Sie einen deaktivierten Liner (falls ein Liner verwendet wird).
- Prüfen Sie, ob die Septum-, Liner- und Säulendichtungen undichte Stellen aufweisen. (Siehe **„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.



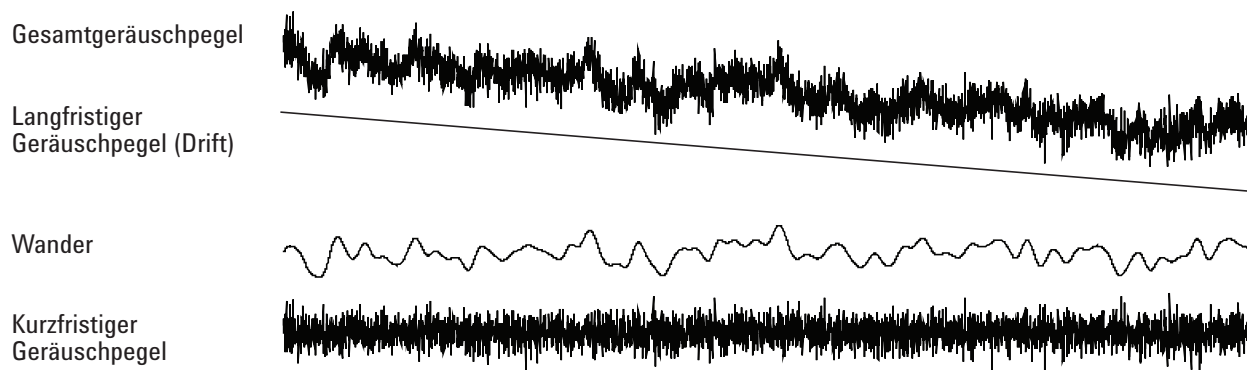
Wenn eine Peak-Vorlagerung oder Überlastung auftritt, gehen Sie wie folgt vor:

- 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“.)
- Weitere Informationen zum FID finden Sie unter **Isolierung der Ursache des FID-Rauschens**.
- Beim WLD stellen Sie sicher, dass die Datenerfassung bei ≤ 5 Hz erfolgt.

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

- Achten Sie auf aktuelle Veränderungen, die am System erfolgten.
- Heizen Sie den Einlass aus.

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

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

Ist das neue Gas so stark verunreinigt, dass Filter gefüllt werden, kann der Wechsel auf den alten Behälter eine kleine Verbesserung bewirken, bis die Filter ausgetauscht oder erneuert wurden. Die wahrscheinlichste Ursache für das Problem ist das Stickstofftränergase. 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. Wenn 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. (Siehe Wartungshandbuch.)
- Überprüfen Sie die Säule und den Einlass auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie die Düsen am FID oder SPD auf Verunreinigungen.
 - **Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist**
 - **Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist**
- Stellen Sie sicher, dass das FFD+-Fotovervielfacherrohr (PMT) korrekt installiert ist. Ist dies nicht der Fall, treten Lichtlecks und schließlich ein Rauschen auf.

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

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

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

Um alle Arten von Ablagerungen zu entfernen, bauen Sie den Detektor auseinander und schrubben ihn mit einer kleinen Bürste ab. Ein Lösungsmittel (fast alle sind geeignet) hilft dabei, die Partikel fortzuspülen. 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“ auf Seite 117.) 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 Säulen-konditionierung 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.

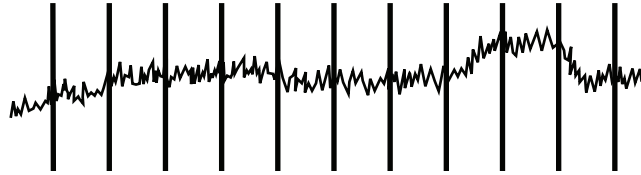


Abb.1. Zyklisches Spiking

Zyklisches Spiking kann folgende Ursachen haben:

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

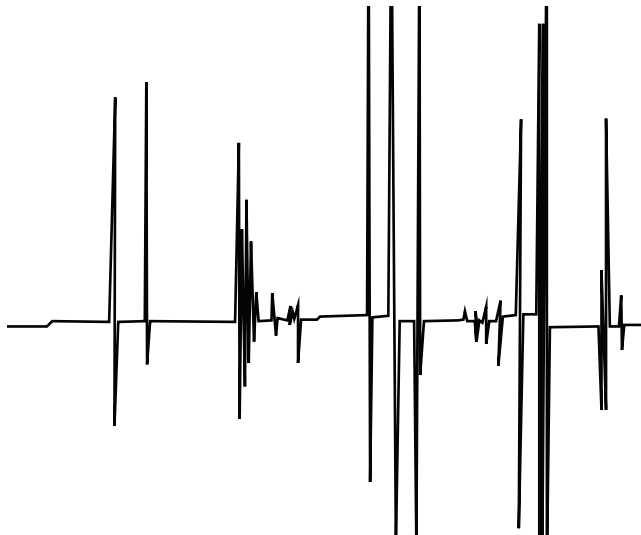


Abb.2. Willkürliches Spiking

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.

3 Chromatografische Symptome

- 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

VORSICHT

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

WARNUNG

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

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

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

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

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

Weitere Themen:

„Anzeigesignalauswertung“

„Empfindlichkeit“

Anzeigesignalauswertung

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

Tabelle 3 EAD-Anzeigesignal-Auswertung

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

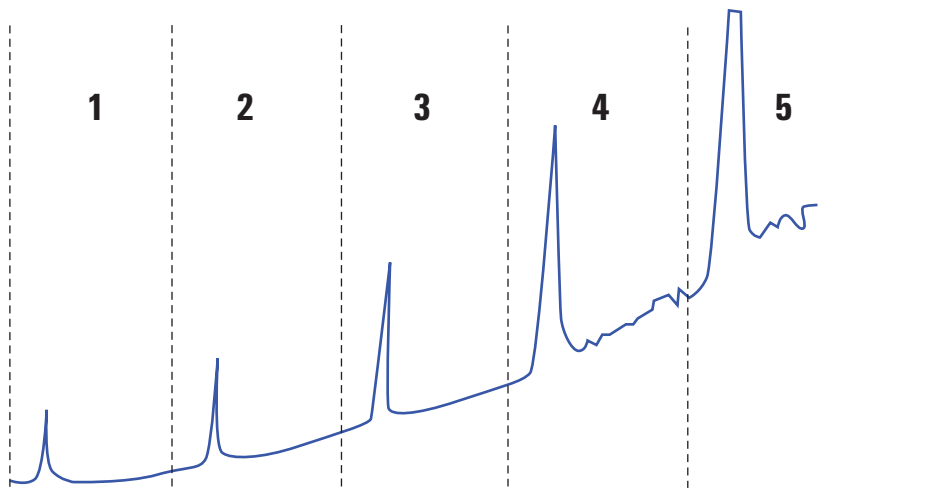
HINWEIS

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.

3 Chromatografische Symptome

Typische Stadien eines EAD-Lebenszyklus:



Stadium 1: Neue Zelle

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

Stadium 2: 6 Monate - 1 Jahr

Hintergrund = 180 Hz. Erhöhte Reaktion.

Stadium 3: 1-2 Jahre

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

Stadium 4: 2-4 Jahre

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

Stadium 5: 4-10 Jahre

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

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

Verunreinigung (hohe Basislinie)

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

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

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

- Bei Verwendung eines Einlasses in der Split-Betriebsart prüfen Sie das Split-Verhältnis.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe „**Überprüfen auf Lecks**“.) Zur Fehlerbehebung bei kleinen Lecks in einem Multimodus- oder Split/Splitless-Einlass lesen Sie bitte **Manuelle Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks** oder **Manuelle Überprüfung eines Multimodus-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, ob eine FID-Düse verstopft ist**
- **Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist**
- Überprüfen Sie die Reinheit des Versorgungsgases.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben bei allen Ventilen.
- Stellen Sie sicher, dass die Methodenparameter korrekt sind.
- Einige Proben ändern sich unter Einfluss von Hitze oder ultraviolettem Licht. Prüfen Sie die Probenstabilität.
- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden mit halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe am Zylinder markiert ist und nicht an oberster Stelle, geben Sie beim Konfigurieren der Spritzengröße das **Zweifache** des angegebenen Werts ein.
- Falls der Abfall in Peak-Bereich oder -Höhe graduell aufgrund des Anstiegs der Basislinie erfolgte und nicht als plötzliche Änderung, überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigung. Heizen Sie den Detektor aus.

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, ob eine FID-Düse verstopft ist**

Bei Verwendung eines EAD:

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

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 lesen Sie bitte 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).

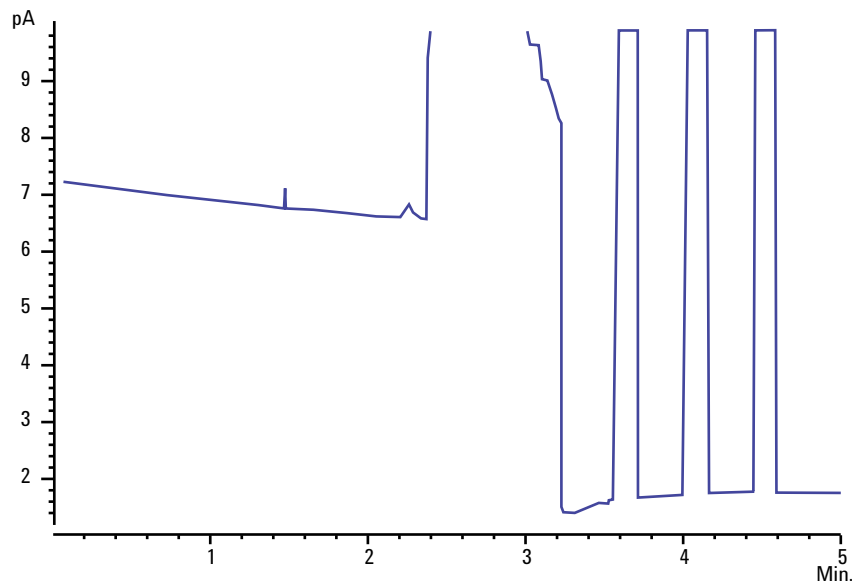
- 2 Messen Sie die tatsächliche Detektorflussgeschwindigkeit. Siehe **„Messung eines Detektorflusses“**. Wenn die Istwerte der Wasserstoff-, Zusatzgasflüsse und Kapillarsäulenflüsse unter dem angezeigten Fluss liegen, verstopft die Düse allmählich. Siehe **„Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist“**. 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.

3 Chromatografische Symptome

- 6 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“**.
- 7 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, neu zu zünden

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



Nach dem Erlöschen der Flamme versucht der GC drei Mal, die Flamme zu zünden. Der GC versucht, neu zu zünden, sobald die Detektorausgabe unter den Sollwert **Lit offset** fällt 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.

3 Chromatografische Symptome

- 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).
- 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 können Sie dem Agilent Standortvorbereitungshandbuch für GC, GC/MS, und ALS 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 Kollektoreinrichtung 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. Betreiben Sie den Detektor unter Verwendung höherer Luft- und Wasserstoffflüsse (Luft muss 450 ml/Min. betragen, Wasserstoff 35 ml/Min.).

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

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

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

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

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

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

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

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

FFD+-Dämpfung/-Reproduzierbarkeit

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

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

So erfolgt eine Auflösung der Kohlenwasserstoffdämpfung:

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

FFD+-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig

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

Tabelle 4

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

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

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

Niedrige Peak-Bereiche mit dem FFD+

- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe „**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 Peak-Breite auf halber Höhe am FFD+

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

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

Hohe FFD+-Basislinienausgabe, > 20 pA

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

FFD+-Chromatografieausgabe 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.
- Implementieren Sie die Agilent Dean Lüftungslösung mit Umschaltung von Lösungsmitteln.

Niedrige SPD-Response

- Führen Sie die vollständige Wartung am Einlass durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: Heizen Sie Verunreinigungen bei Bedarf aus. Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt installiert ist.
- Eine hohe Konzentration an Lösungsmittel hat das Wasserstoff-/Luft-Plasma ausgelöscht. 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, ob eine FID-Düse verstopft ist**.
- 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.

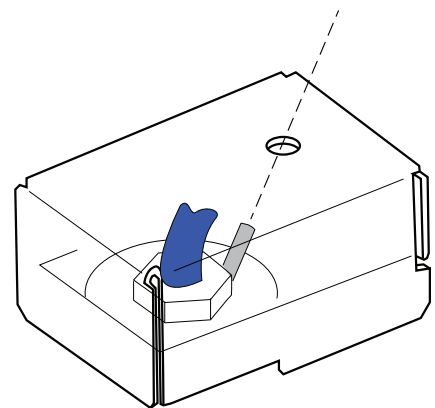
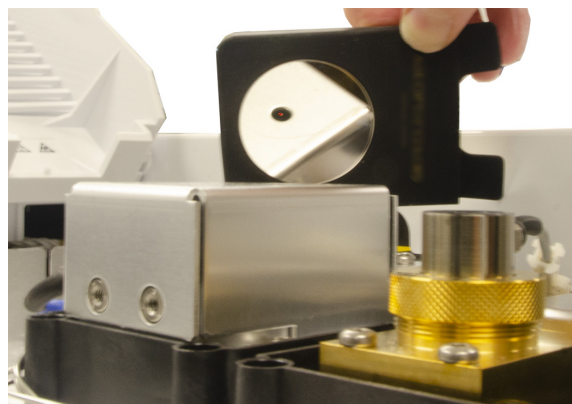


Abb.4. Brennende Blos-Perle

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-Kontamination (polare Phasen) vorliegt.

Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen

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

SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. (Siehe „**Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist**“ auf Seite 159)
- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe „**Messung eines Detektorflusses**“ auf Seite 145.) 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**“ auf Seite 117.)

Niedrige Selektivität am SPD

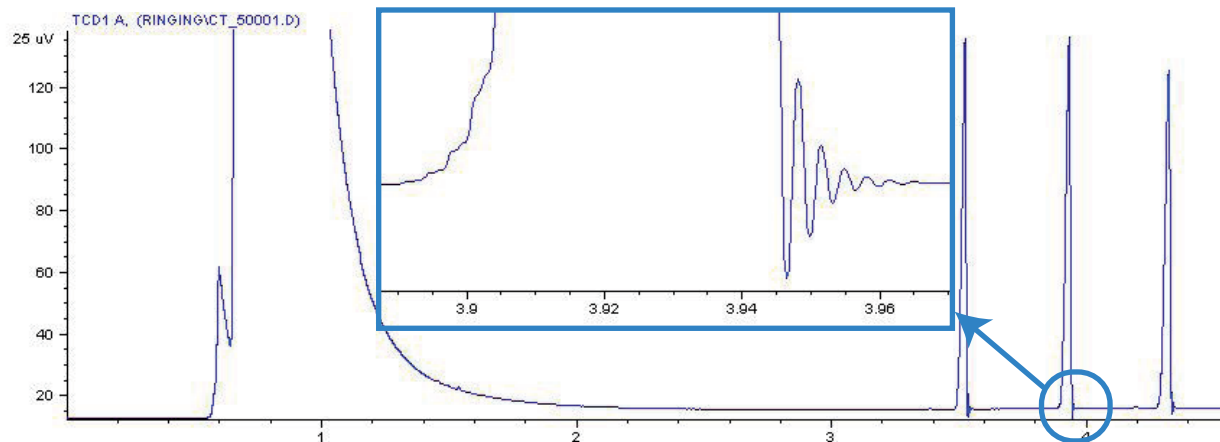
(Relativ zu Stickstoff oder Phosphor hohe Kohlenwasserstoffreaktion.)

- Stellen Sie sicher, dass der Wasserstofffluss korrekt ist (< 3 ml/Min.).
- Überprüfen Sie die Perleneinheit; diese kann defekt oder abgenutzt sein.
- Tauschen Sie Kollektor und Isolierungen aus.

Negative Peaks am WLD

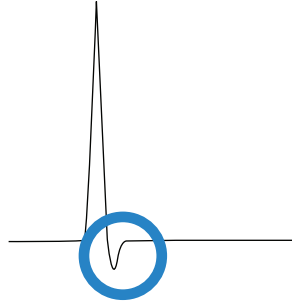
- Stellen Sie sicher, dass der geeignete Gastyp verwendet wird.
- Überprüfen Sie das System auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe „**Überprüfen auf Lecks**“ auf Seite 117.)
- Berücksichtigen Sie die Wärmeleitfähigkeit der Substanzen relativ zum Träger.
- Berücksichtigen Sie die Empfindlichkeit von Substanzen.
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe „**Messung eines Detektorflusses**“ auf Seite 145“.)

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



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

WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf



- Prüfen Sie, ob die Säulenadapterdichtung am Detektor undicht ist. (Siehe „Überprüfen auf Lecks“ auf Seite 117.)
- Erweitern Sie den Detektor durch einen passivierten Glühdraht.

Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

GC ist niemals betriebsbereit 82

Fluss wird niemals betriebsbereit 83

Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab 84

Ofen heizt niemals auf 85

Temperatur ist niemals betriebsbereit 86

Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden 87

Ein Gas erreicht nicht den Sollwertdruck oder Fluss 88

Ein Gas überschreitet den Drucksollwert oder Fluss 89

Der Einlassdruck oder -fluss schwankt 90

Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Spliteinlass gehalten werden 91

Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss 92

FID zündet nicht 93

FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz 94

Gemessene FID- bzw. SPD-Wasserstoff- und Zusatzgasflüsse liegen erheblich unter dem Sollwert 96

SPD-Nullpunktgleich schlägt fehl 97


FFD+ zündet nicht 98

Ventil nicht bereit 100

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

GC ist niemals betriebsbereit

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

- Wählen Sie die Status-/Kontrollleiste oder eine Komponente unter **Method (Methode)** aus, 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.  drücken, um den Einlass für die Injektion vorzubereiten. Führen Sie dies beispielsweise aus folgenden Gründen durch:
 - Um das Einlassspülventil vor einer splitlosen Injektion umzuschalten
 - Um eine gepulste Injektion vorzubereiten
 - Um die Gassparschaltung auszuschalten.

Weitere Informationen über  finden Sie im Agilent 8890 GC-Benutzerhandbuch.

Fluss wird niemals betriebsbereit

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

- Überprüfen Sie am Versorgungsgas, ob ein ausreichender Versorgungsdruck anliegt.
- Überprüfen Sie die Durchflussregler der Aux-EPC-Komponente (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**“ auf Seite 117.)

Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab

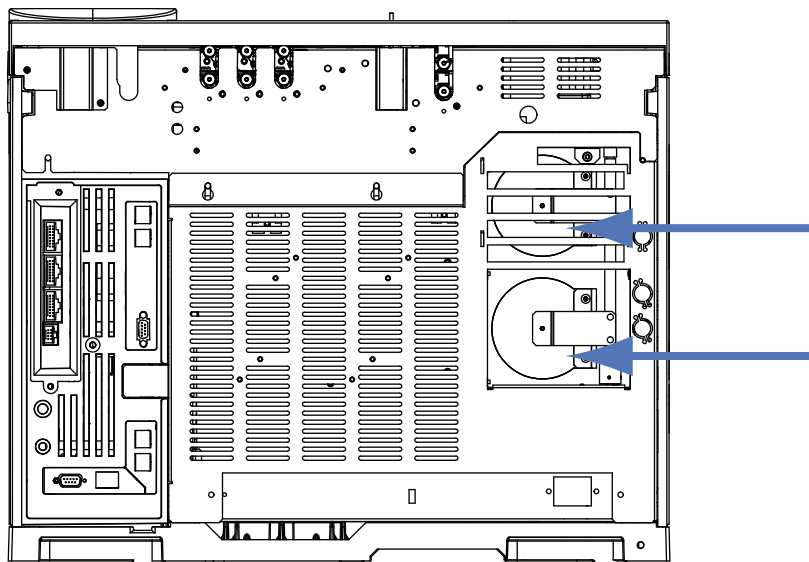
Wenn der Ofen nicht abkühlt oder extrem langsam abkühlt:

WARNUNG

Die auf der Rückseite des GCs 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.



Bei Verwendung einer Kryo-Kühlung:

- Achten Sie auf ausreichend Kryo-Kühlmittel.
- Prüfen Sie, ob die Betriebsgrenzwerte überschritten wurden.

Ofen heizt niemals auf

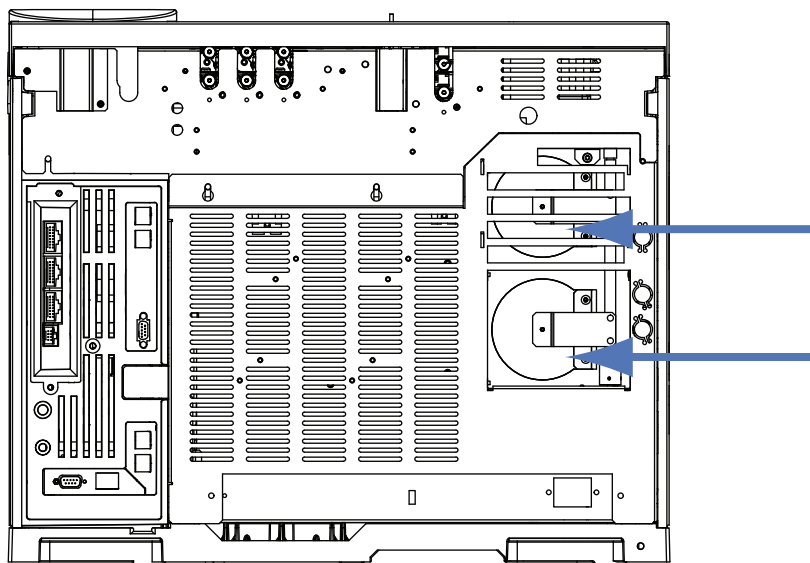
- Drücken Sie **Diagnostics (Diagnose)**, um Fehler anzuzeigen, die Agilent mitzuteilen sind.

WARNUNG

Die auf der Rückseite des GCs 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 ist niemals betriebsbereit

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

- Achten Sie auf fehlende Isolierungskappen an einem Einlass oder am Detektor.
- Prüfen Sie, ob zwischen dem Ofen und dem Einlass oder Detektor ein extrem großer Temperaturunterschied vorliegt.
- Achten Sie auf fehlende Isolierungen beim Einlass oder am Detektor.
- Wenn Sie am Einlass Kryokühlung verwenden (Coc, PTV, oder MMI):
 - Prüfen Sie den Pegel des Kryo-Kühlmittels.
 - Prüfen Sie, ob die Betriebsgrenzwerte überschritten wurden. Betreiben Sie den GC z. B. in einem heißen Raum bei hoher Ofentemperatur und sehr niedriger Einlasstemperatur, ist es möglich, dass ein Einlass nicht die gewünschte Temperatur erreicht.

Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden

Wenn Sie einen Fluss oder Druck mit Hilfe der Split/Splitless-, MMI-, PTV-, VI- oder Kaltaufgabesystem-Einlässe nicht 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.

Wenn Sie keinen Fluss oder Druck mit Hilfe des Purged-Packed-Einlasses einstellen können, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie die Säulenbetriebsart.
- Prüfen Sie, ob der Fluss eingeschaltet ist.
- Prüfen Sie die Einlassbetriebsart. Bei Verwendung der Einlass-Flusssteuerung können Sie die Flusssteuerungs-Betriebsart nur für Säulen festlegen. Bei Verwendung der Einlass-Drucksteuerung können Sie die Säule sowohl für Fluss- als auch für Druckbetriebsarten festlegen.

Ein Gas erreicht nicht den Sollwertdruck oder Fluss

Wenn ein Einlass nicht seinen Drucksollwert erreicht, wird dieser in einer für den Einlasstyp entsprechenden Zeit abgeschaltet. Gehen Sie wie folgt vor:

- Achten Sie auf ausreichenden Versorgungsgasdruck. Der Druck bei der Versorgung sollte mindestens 10 psi über dem gewünschten Sollwert liegen.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe „Überprüfen auf Lecks“ auf Seite 117.) 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.
- Zur Fehlerbehebung in einem Multimodus- oder Split/Splitless-Einlass lesen Sie bitte **„Manuelle Überprüfung eines Multimodus-Einlasses auf Lecks“** auf Seite 129 oder **„Manuelle Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks“** auf Seite 126.
- 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-, MMI- oder PTV-Einlass bzw. ein Einlasssystem für flüchtige Analyte verwenden:

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

Ein Gas überschreitet den Drucksollwert oder Fluss

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

Wenn Sie einen Split/Splitless-, MMI- oder PTV-Einlass bzw. ein Einlasssystem für flüchtige Analyte verwenden:

- Verringern Sie das Split-Verhältnis.
- Tauschen Sie den Split-Entlüftungsfiter aus. Lesen Sie hierzu die Informationen zu SS, MMI, PTV und VI.
- Achten Sie auf Kontamination oder anormale Verengung im Splitauslassfilter. Führen Sie ggf. den Splitauslass-Verengungstest in den Agilent Instrument Utilities oder über das vordere GC-Bedienfeld durch. Siehe:
 - **Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung**
 - **Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests**
- Wechseln Sie das Splitauslassrohr und den Splitauslassfilter. Siehe Servicehandbuch.
- 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. Siehe **Tabelle 5** auf Seite 91.
- Prüfen Sie die Golddichtung auf dem Split/Splitless-Einlass auf Verunreinigungen.
- Wenn Sie bei einem Split/Splitless-Einlass einen Liner verwenden, der eine Verengung verursacht, installieren Sie eine Hochfluss-Golddichtung.

Bei Verwendung eines FID oder SPD:

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. Siehe „**Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist**“ auf Seite 158 oder „**Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist**“ auf Seite 159.

Ventile:

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

Der Einlassdruck oder -fluss schwankt

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

- Prüfen Sie, ob der Gasreiniger oder der Gasgenerator bei oder nahe der Kapazität arbeitet.
- Überprüfen Sie am Versorgungsgas, ob ein ausreichender Versorgungsdruck anliegt.
- Stellen Sie sicher, dass der Druckregler korrekt funktioniert. Systeme mit langen Versorgungsrohren können einen Abwärtsregler in der Nähe des GCs benötigen. Verwenden Sie außerdem einen zusätzlichen Regler, um Schwankungen durch Gasgeneratoren auszugleichen.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe „Überprüfen auf Lecks“ auf Seite 117.) 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.
- Achten Sie auf Verengungen in Gasraum, Spülung und Filterung und allen anderen externen Probengeräten.
- Funktion Verify Auto Flow Zero ist eingeschaltet.

Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Splitteinlass 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. Siehe **Tabelle 5**.

Tabelle 5 Ungefährer zulässiger Wert für den Mindestbetriebsdruck für den Einlass im Splitmodus, in psi (Split/Splitless, Multimodus)

	Splitauslassfluss (mL/Min.)			
	50-100	100-200	200-400	400-600
Helium und Wasserstoff als Trägergase				
Split Liner: - 5183-4647, 19251-60540	2,5	3,5	4,5	6,0
Splitless Liner: - 5062-3587, 5181-8818	4,0	5,5	8,0	11,0
Stickstoffträgergas				
Split Liner: - 19251-60540, 5183-4647	3,0	4,0	–	–
Splitless Liner: - 5062-3587, 5181-8818	4,0	6,0	–	–

- Überprüfen Sie, ob der Einsatz verschmutzt ist.
- Prüfen Sie die Splitauslassleitung auf Verunreinigungen. Wenden Sie sich ggf. zum Austausch an den Agilent Kundendienst.
- **„Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung“** auf Seite 132
 - **„Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests“** auf Seite 133
- Tauschen Sie bei einem Split/Splitless-Einlass die Golddichtung aus.

Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss

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

- Stellen Sie sicher, dass die gemessenen Flüsse auf 25 °C und 1 Atmosphäre korrigiert sind.
- Stellen Sie sicher, dass die richtigen Säulenabmessungen exakt konfiguriert sind, einschließlich der Istwerte der (getrimmten) Säulenlänge.
- Eine kurze (<15 m) 0,58 bis 0,75 mm ID WCOT-Säule wird mit einem Split/Splitless Kapillareinlass verwendet. Der Regler für den Gesamtfluss wird auf eine hohe Flussgeschwindigkeit eingestellt, wodurch im Einlass Druck erzeugt wird und der Säulenfluss auch bei Soll Druck 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. Siehe „**Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests**“ auf Seite 150.
- Bei Verwendung eines massenselektiven Detektors bestätigen Sie, dass der Säulenauslass für die Übertragungsleitung auf **MSD** gesetzt wurde.
- 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 für die Zündung hoch genug ist (> 150 °C). Agilent empfiehlt eine Temperatur von > 300 °C.
- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündsequenz glüht. (Siehe **„Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert“** auf Seite 153.)
- Versuchen Sie, den Versorgungsdruck für das FID-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Erhöhen Sie die Wasserstoff-Flussgeschwindigkeiten und reduzieren oder schalten Sie das Zusatzgas ab, bis die Zündung erfolgt, und setzen Sie die Raten dann herab, bis die Methodenwerte erreicht sind. Bis Sie ideale Werte erzielen, sind vermutlich einige Versuche erforderlich.

Eine Erhöhung des Wasserstoffflusses und eine Verringerung des Zusatzgases erleichtern die FID-Zündung. Falls sie unter diesen geänderten Bedingungen aufleuchtet, kann das auf eine teilweise verstopfte Düse, einen schwachen Anzünder oder ein Leck in der Säulendichtung hinweisen.
- Prüfen Sie, ob Düsen verstopft oder teilweise verstopft sind. (Siehe **„Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist“** auf Seite 158.)
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten am FID. Die Istwerte der Flussgeschwindigkeiten sollten im Bereich von ± 10 % des Sollwerts liegen. (Siehe FID-Ausgangsbedingungen) 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“** auf Seite 145.)
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. 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“** auf Seite 117).
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule. (Siehe **„Messung eines Säulenflusses“** auf Seite 140.) Der Wasserstofffluss sollte über der Summe aus Säulen- und Zusatzgasfluss liegen.
- Prüfen Sie, ob an der Säulendichtung am FID Lecks vorliegen.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur für die Zündung hoch genug 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.

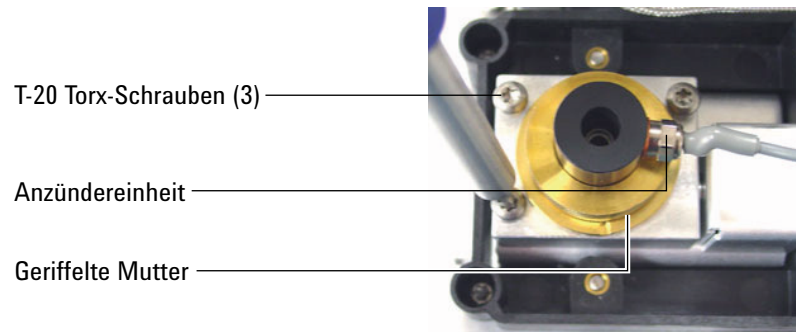


Wenn der Test fehlschlägt, prüfen Sie die folgenden möglichen Ursachen:

- 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 ist mit dem Boden nicht ordnungsgemäß verbunden:
 - Der Anzünder muss in der FID-Blockeinheit fest verschraubt sein.
 - Die drei T-20 Torx-Schrauben, mit denen die Kollektoreinrichtung befestigt ist, müssen fest sitzen.
 - Die geriffelte Messingmutter, mit der die FID-Blockeinheit befestigt ist, muss fest sitzen.

4 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

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



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

- Achten Sie auf eine verstopfte oder teilweise verstopfte Düse. Eine verstopfte Düse erzeugt Rückdruck. Da das Flussmodul Flusssteuerung verwendet, simuliert der erhöhte Rückdruck korrekten Fluss. Die tatsächliche Flussgeschwindigkeit wird abfallen, aber der GC bleibt funktionsfähig. Siehe:
„Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist“ auf Seite 158
„Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist“ auf Seite 159
- Prüfen Sie, ob die Säulenadapterdichtung am Detektorboden undicht ist.
- Ersetzen Sie die FID- oder SPD-Düse.

SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. (Siehe Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist.)
- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe Messen des Detektorflusses.) Wenn die Wasserstoff- oder Zusatzgasflüsse Null betragen oder weit unter dem angezeigten Fluss liegen, überprüfen Sie, ob eine Düse verstopft ist.
- 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“ auf Seite 117.)

FFD+ zündet nicht

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

Tabelle 6 FFD+ empfohlene Flüsse

	Flüsse im Schwefelmodus, ml/Min.	Flüsse im Phosphormodus, ml/Min
Trägergas (Wasserstoff, Helium, Stickstoff, Argon)		
Gepackte Säulen	10 bis 60	10 bis 60
Kapillarsäulen	1 bis 5	1 bis 5
Detektorgase		
Wasserstoff	60	60
Luft	60	60
Trägergas + Zusatzgas	60	60

- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse.
- Die Säule ist im Detektor eventuell zu hoch installiert.
- Prüfen Sie, ob der FFD+-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 die Flussrate in der Säule und für das Zusatzgas.
- 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.
- Prüfen Sie den Wert **Lit offset**. Der typische Wert für **Lit offset** beträgt 2,0. Wenn der Wert Null beträgt, ist die automatische Zündung deaktiviert. Wenn der Wert zu hoch ist, erkennt die Software nicht, dass die Flamme brennt und schaltet den Detektor aus.
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Große Lecks führen dazu, dass die gemessenen Flussgeschwindigkeiten von ihren Istwerten abweichen und in der Folge zu nicht idealen Zündbedingungen führen. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks. (Siehe „Überprüfen auf Lecks“ auf Seite 117.)

4 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

- Versuchen Sie, den Versorgungsdruck für das FFD+-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Prüfen Sie den Wert **Lit offset**. 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.
- Unter manchen Betriebsbedingungen ist die Flamme leichter zu entzünden, wenn Sie das Entlüftungsrohr entfernen. Setzen Sie das Entlüftungsrohr nach dem Entzünden der Flamme wieder ein.
- 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.

Externe Ventile

Externe Ventile sind Ventile, die mit dem GC über die externen Ereignisse oder BCD-Anschlüsse an der Rückseite verbunden sind.

Dieser Status Not Ready bedeutet, dass die Versorgung mit +24 V der Pneumatikventile tatsächlich geringer ist als +16,5 V. Alle Ventile werden deaktiviert, um fehlerhaften Betrieb zu verhindern.

Wird die volle Spannung wiederhergestellt, wird der GC betriebsbereit.

Dieser Status Not Ready kann auf ein Hardwareproblem im externen Ventil oder in der Analog- und Stromplatine des GCs hinweisen.

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.

Multipositionsventil

Ein Multipositionsventil kann dazu führen, dass der GC aus folgenden Gründen nicht betriebsbereit ist:

- Das Multipositionsventil befindet sich in keiner Sollwertposition. Der GC ist nicht betriebsbereit, bis das Ventil den Sollwert erreicht.
- Das BCD-Kabel fehlt oder ist nicht in die Steckdose eingesteckt. Wenn das Kabel fehlt, erreicht das Ventil nie den betriebsbereiten Zustand.
- Der BCD-Sollwert ist inkorrekt für die Ventil-BCD-Ausgabepolarität. Das Ventil wird höchstwahrscheinlich mit Fehlern des Typs Illegal Position oder Not Switching abgeschaltet.
- Ist das Ventil verstopft oder die Probe zähflüssig, kann die Umschaltezeit zu kurz sein und das Ventil kann nicht umschalten. Verlängern Sie die Umschaltezeit.

Symptome bei einer Abschaltung

Säulenabschaltungen	102
Wasserstoff-Abschaltungen	103
Detektorluft-Abschaltungen	105
MS-Abschaltung	106
Thermische Abschaltungen	108

Säulenabschaltungen

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

- Zeigt die Meldung **Front inlet pressure shutdown (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. Die Septumspül- und Säulenflüsse für einen Split/Splitless-Einlass würden beispielsweise ausgeschaltet werden.
- 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.
- 8890: Kommuniziert mit dem konfigurierten MS, falls vorhanden, damit der MS auf ein Abschaltungsereignis reagieren kann.

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. Weitere Informationen können Sie dem Agilent Standortvorbereitungshandbuch für GC, GC/MS, und ALS entnehmen.
 - Prüfen Sie, ob eine Säule nahe des Einlasses gebrochen ist.
 - Achten Sie auf Lecks.
 - Tauschen Sie das Einlasseptum aus.
 - Tauschen Sie den Einlass-O-Ring aus.
 - Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.
- 2 Drücken Sie **Diagnostics (Diagnose)**. Wählen Sie den Alarm aus. Wählen Sie **Clear Shutdown – On (Abschaltung löschen – Ein)**, um den Alarm zu löschen und alle Zonen einzuschalten. Wählen Sie **Clear Shutdown – Off (Abschaltung löschen – Aus)**, um den Alarm zu löschen und alle Zonen außer der abgeschalteten 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 die Meldung **Hydrogen Safety Shutdown (Wasserstoff-Sicherheitsabschaltung)** an.
- Schließt das Trägerversorgungsventil zum Einlass und schließt sowohl Druck- als auch Flusssteuerung und schaltet diese aus.
- Öffnet die Splitauslassventile in der Split/Splitless-Betriebsart und die PTV-Einlässe.
- 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 aus.
- Schaltet FID- oder FFD+-Anzündereinheit sowie Luft- und Brenngasflüsse aus.
- Schaltet die SPD-Perle sowie Luft- und Brenngasflüsse aus.
- Gibt einen Alarmton aus.
- 8890: Kommuniziert mit dem konfigurierten MS, falls vorhanden, damit der MS auf ein Abschaltungsereignis reagieren kann.

WARNUNG

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

So führen Sie nach der Abschaltung eine Wiederherstellung durch:

- 1 Beheben Sie die Ursache der Abschaltung:
 - Tauschen Sie das Einlassseptum aus. Siehe [Wartungshandbuch](#).
 - Tauschen Sie den Einlass-O-Ring aus. Siehe [Wartungshandbuch](#).
 - Überprüfen Sie, ob eine Säule gebrochen ist.
 - Überprüfen Sie den Versorgungsdruck. Stellen Sie sicher, dass die Gasversorgung den Empfehlungen für den Druck im [Agilent Standortvorbereitungshandbuch für GC, GC/MS, und ALS](#) entspricht.
 - Überprüfen Sie das System auf Lecks. Siehe [Tipps zur Überprüfung auf Lecks](#).

5 Symptome bei einer Abschaltung

- 2 Schalten Sie den GC aus und wieder ein.
- 3 Drücken Sie **Diagnostics (Diagnose)**. Wählen Sie den Alarm aus. Wählen Sie **Clear Shutdown - On (Abschaltung löschen – Ein)**, um den Alarm zu löschen und alle Zonen einzuschalten. Wählen Sie **Clear Shutdown - Off (Abschaltung löschen – Aus)**, um den Alarm zu löschen und alle Zonen außer der abgeschalteten Zone einzuschalten.

Wasserstoffsensor

Bei Ausstattung mit dem optionalen Wasserstoffsensor führt der GC eine Wasserstoff-Sicherheitsabschaltung aus, wenn der Sensor eine Konzentration an unverbranntem Wasserstoff von etwa 1 % im Ofen misst (ca. 25 % des unteren Explosionsgrenzwerts für Wasserstoff).

Detektorluft-Abschaltungen

Wenn Luft bei der Verbrennung von Brenngas (Wasserstoff) in einem Detektor verwendet wird, kann unzureichende Luftzufuhr zur Abschaltung des Luftkanals führen. Zusätzlich wird der **Luft-** und **Wasserstofffluss** für den entsprechenden Detektor **abgeschaltet**.

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt.

- 1 Beheben Sie die Ursache der Abschaltung. Prüfen Sie die Luftversorgung. FID und SPD erfordern einen anliegenden Gasdruck von 380-690kPa (55-100 psi). Der FFD+ erfordert einen anliegenden Gasdruck von 6,9–8,27 bar (690–827 kPa, 100–120 psi). Weitere Informationen können Sie dem Agilent Standortvorbereitungshandbuch für GC, GC/MS, und ALS entnehmen.
- 2 Drücken Sie **Diagnostics (Diagnose)**. Wählen Sie den Alarm aus. Wählen Sie **Clear Shutdown – On (Abschaltung löschen – Ein)**, um den Alarm zu löschen und alle Zonen einzuschalten. Wählen Sie **Clear Shutdown – Off (Abschaltung löschen – Aus)**, um den Alarm zu löschen und alle Zonen außer der abgeschalteten Zone einzuschalten.

MS-Abschaltung

Empfängt der GC ein Abschaltungsereignis von einem konfigurierten MS oder verliert er die Verbindung mit ihm, reagiert der GC mit Veränderungen wie:

- Abschaltung des Säulenofens.
- Einstellung niedriger Druckwerte/Flusswerte für die MS Flussstrecke.
- Abschalten des Wasserstoff-Trägergasflusses, falls verwendet.
- Abbrechen einer aktuellen Analyse.
- Ausschalten der MS-Übertragungsleitungsheizung.
- Sperren aller Sollwertänderungen.

Die genauen Änderungen sind von dem Ereignis abhängig, von dem die Abschaltung ausgelöst wurde. Der GC kann z. B. auf eine verlorengegangene Verbindung anders reagieren als auf einen Fehler in der MS Hochvakuum Pumpe.

Bei der Fehlerbehebung für eine MSD-Abschaltung:

- 1 Prüfen Sie alle Ereignisse und Protokolle für GC, MS und Datensystem. Der GC gerät in den Status MS Shutdown, falls:
 - Der GC kann den Trägerfluss in den MS nicht aufrechterhalten.
 - Der MS meldet eine Abschaltung oder einen Fehler.
 - GC und MS verlieren die Verbindung miteinander.

- 2 Prüfen Sie den aktuellen Verbindungsstatus.

5977A, 7000C, 7010:

- a Drücken Sie **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Detectors (Detektoren)**.
- b Das Kontrollkästchen **Enable Communication (Kommunikation aktivieren)** sollte aktiviert sein. Anderenfalls prüfen Sie die eingegebenen GC und MS IP-Adressen im GC, MS, und PC. Alle GC und MS IP-Adressen müssen an allen drei Orten übereinstimmen.
- c Überprüfen Sie die GC- und MS-LAN-Anschlüsse. Funktioniert der LAN-Switch oder Hub?

5977B:

- a Drücken Sie **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Detectors (Detektoren)**.
- b Das Kontrollkästchen **Enable Communication (Kommunikation aktivieren)** sollte aktiviert sein.
- c Überprüfen Sie die GC- und MS-LAN-Anschlüsse. Funktioniert der LAN-Switch oder Hub?

Entfernen des Status MS Shutdown

Anders als bei anderen Abschaltungen können Sie diesen Status nicht entfernen, indem Sie einen Sollwert ausschalten (weil die Sollwerteinstellungen gesperrt sind). Entfernen Sie diesen Status stattdessen, indem Sie die Verbindung zwischen GC und MS deaktivieren.

- 1 Drücken Sie **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Detectors (Detektoren)**.
- 2 Klicken Sie auf das Kontrollkästchen **Enable Communication (Kommunikation aktivieren)**, um es zu deaktivieren.

Wurde die Abschaltung durch den GC initiiert, können Sie nun eine Fehlersuche für das Problem durchführen und den GC-Fehler lösen.

Nach Lösung eines Problems mit Status MS Shutdown

Nach der Lösung des GC- oder MS-Problems sollten Sie stets die Verbindung zwischen GC und MS wiederherstellen.

- 1 Drücken Sie **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Detectors (Detektoren)**.
- 2 Klicken Sie auf das Kontrollkästchen **Enable Communication (Kommunikation aktivieren)**, um es zu aktivieren.

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 110

PC kann mit GC nicht kommunizieren 111

GC kann nicht mit einem konfigurierten MS oder HS kommunizieren 112

GC schaltet sich ein, hält dann beim Hochfahren an (während des Selbsttests) 113

GC schaltet sich nicht ein

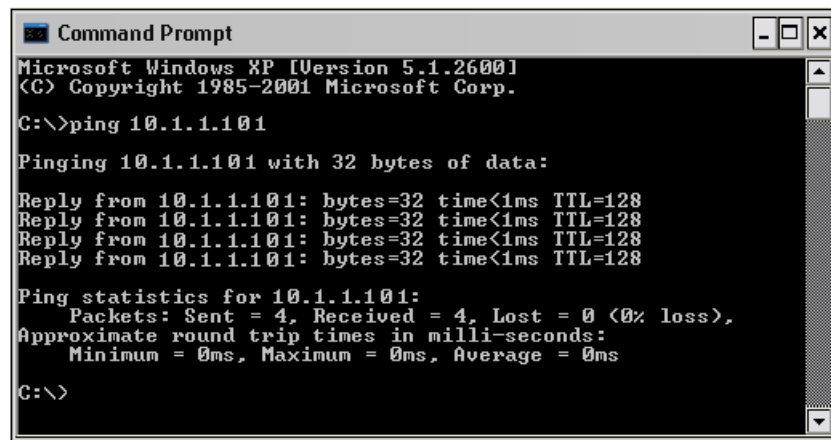
Wenn sich der GC nicht einschaltet:

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

PC kann mit GC nicht kommunizieren

- Führen Sie einen **Ping**-Test durch

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



```

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

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

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

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

C:\>
  
```

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

Wenn das Problem darin besteht, dass ein Datensystem sich nicht mit dem GC verbinden kann, prüfen Sie, ob ein anderer PC den GC steuert. Drücken Sie auf dem GC-Tastenfeld **Settings (Einstellungen) > System Settings (Systemeinstellungen) > Network (Netzwerk)**. Wenn ein Computer mit dem GC verbunden ist, wird sein Netzwerkname unter der Zeile angezeigt.

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.
- Stellen Sie bei einer direkten PC-an-GC-Einrichtung sicher, dass Sie ein Crossover-Kabel verwenden. Stellen Sie bei einer Einrichtung mit Hub oder Switch (d. h. Verbindung mit einem Gebäude- oder Standort-LAN) sicher, dass Sie KEIN Crossover-Kabel verwenden.

GC kann nicht mit einem konfigurierten MS oder HS kommunizieren

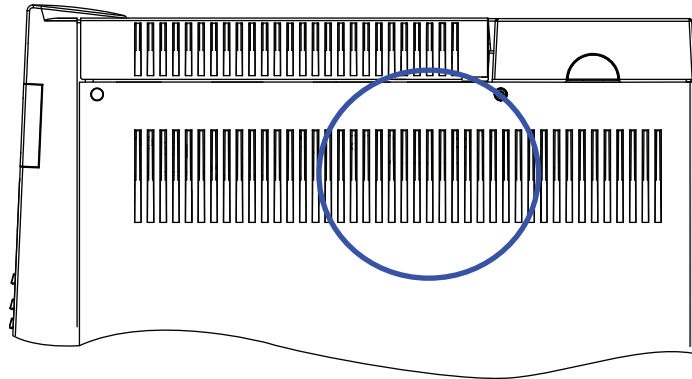
- 1 Prüfen Sie zunächst, ob die Verbindung zwischen GC und MS (oder GC und HS) aktiviert ist.
Bei einem MS oder MSD:
 - a Drücken Sie **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Detectors (Detektoren)**.
 - b Blättern Sie zum Kontrollkästchen **Enable Communication (Kommunikation aktivieren)**.Bei einem HS:
 - a Drücken Sie **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Headspace**.
 - b Blättern Sie zum Kontrollkästchen **Enable Communication (Kommunikation aktivieren)**.Wenn das Kontrollkästchen **Enable communication (Kommunikation aktivieren)** nicht aktiviert ist, aktivieren Sie es.
Wenn das Kontrollkästchen aktiviert ist, aber der GC dennoch nicht kommunizieren kann, fahren Sie mit der Fehlerbehebung fort.
- 2 Überprüfen Sie, ob die GC-IP-Adresse am korrekten Ort eingegeben wurde. Sie finden die GC-IP-Adresse unter **Settings (Einstellungen) > System Settings (Systemeinstellungen) > Network (Netzwerk)**.
- 3 **5977A, 7000C, 7010**: Überprüfen Sie, ob die MS- oder HS-IP-Adresse korrekt in den GC eingegeben wurde. Vergleichen Sie diesen Eintrag mit der IP-Adresse in der MS- oder HS-Anzeige.
5977B: Überprüfen Sie, ob die MS-IP-Adresse am korrekten Ort eingegeben wurde.
- 4 **5977A, 7000C, 7010**: Bei einem MS verwenden Sie die MS-Tastatur, um die MS- und GC-IP-Adressen zu prüfen, die in den MS eingegeben wurden. Sie müssen exakt den in den GC eingegebenen Adressen entsprechen.
- 5 Bei einem HS verwenden Sie die HS-Tastatur, um die HS- und GC-IP-Adressen zu prüfen, die in den HS eingegeben wurden. Sie müssen exakt den in den GC eingegebenen Adressen entsprechen.
- 6 Sind die Adressen sowohl im GC als auch im MS oder HS korrekt, führen Sie von einem Computer im selben lokalen LAN einen **Ping** mit jedem Instrument als Ziel durch. (Siehe **„PC kann mit GC nicht kommunizieren“** für weitere Informationen über den PC-Befehl **ping**.)
- 7 Bei Verwendung eines Agilent Datensystems prüfen Sie die in die Software des Datensystems eingegebenen GC-, HS- und MS-IP-Adressen. Auch diese müssen exakt den Werten entsprechen, die in jedes Instrument eingegeben wurden.

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

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

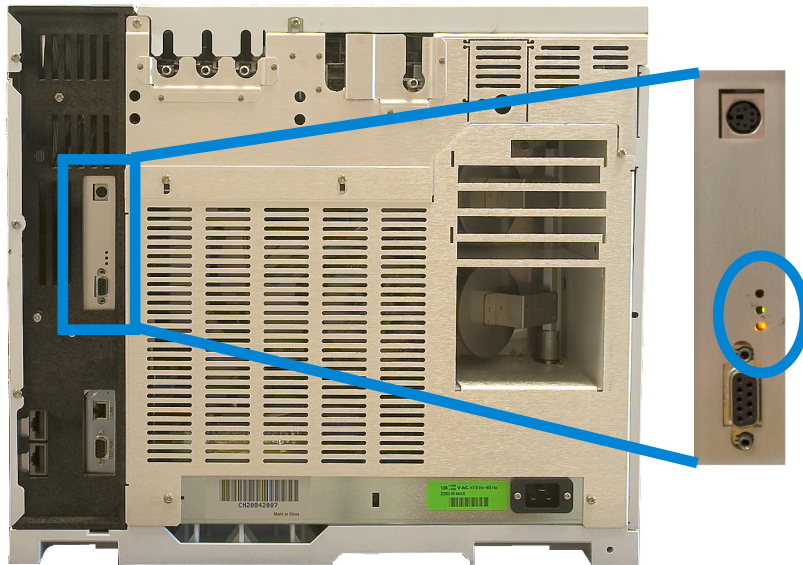
- 1 Stellen Sie den Netzschalter am GC auf **Off**. Warten Sie 1 Minute und schalten Sie dann den Netzschalter am GC wieder auf **On**.
- 2 Wenn der GC nicht in den Normalzustand wechselt, notieren Sie sich ggf. die Meldungen in der Anzeige. Beobachten Sie, ob LED-Leuchten (grün, gelb oder rot) über dem REMOTE-Anschluss auf der Rückseite des GCs blinken oder konstant leuchten. (Schauen Sie bei älteren GCs wie unten gezeigt durch die Schlitze auf der rechten Seite des GCs.) Wenden Sie sich an Agilent, und übermitteln Sie die angezeigten Informationen an den Agilent Kundendienst. (Siehe auch „**Erforderliche Informationen bei der Kontaktaufnahme mit dem Agilent Support**“ auf Seite 15“.)

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



Älterer GC: Durch Seitenwand sichtbare LEDs.

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



Überprüfen auf Lecks

- Tipps zur Überprüfung auf Lecks 118
- Überprüfen von externen Lecks 119
- Überprüfung des GCs auf Lecks 121
- Lecks in Kapillarflussarmaturen 122
- Durchführung eines Einlasslecktests 123
- Durchführung eines Druckabfall-Lecktests 124
- Manuelle Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks 126
- Manuelle Überprüfung eines Multimodus-Einlasses auf Lecks 129
- Behebung von Lecks am Multimodus-Einlass 132
- Während der Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen Purged/Packed-Einlass 133
- Behebung von Lecks am Purged-Packed-Einlass der Säule 134
- Behebung von Lecks im Kaltaufgabesystem 135
- Behebung von Lecks am PTV-Einlass 136
- Behebung von Lecks in der Schnittstelle für flüchtige Analyte 137

Tipps zur Überprüfung auf Lecks

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

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

WARNUNG

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

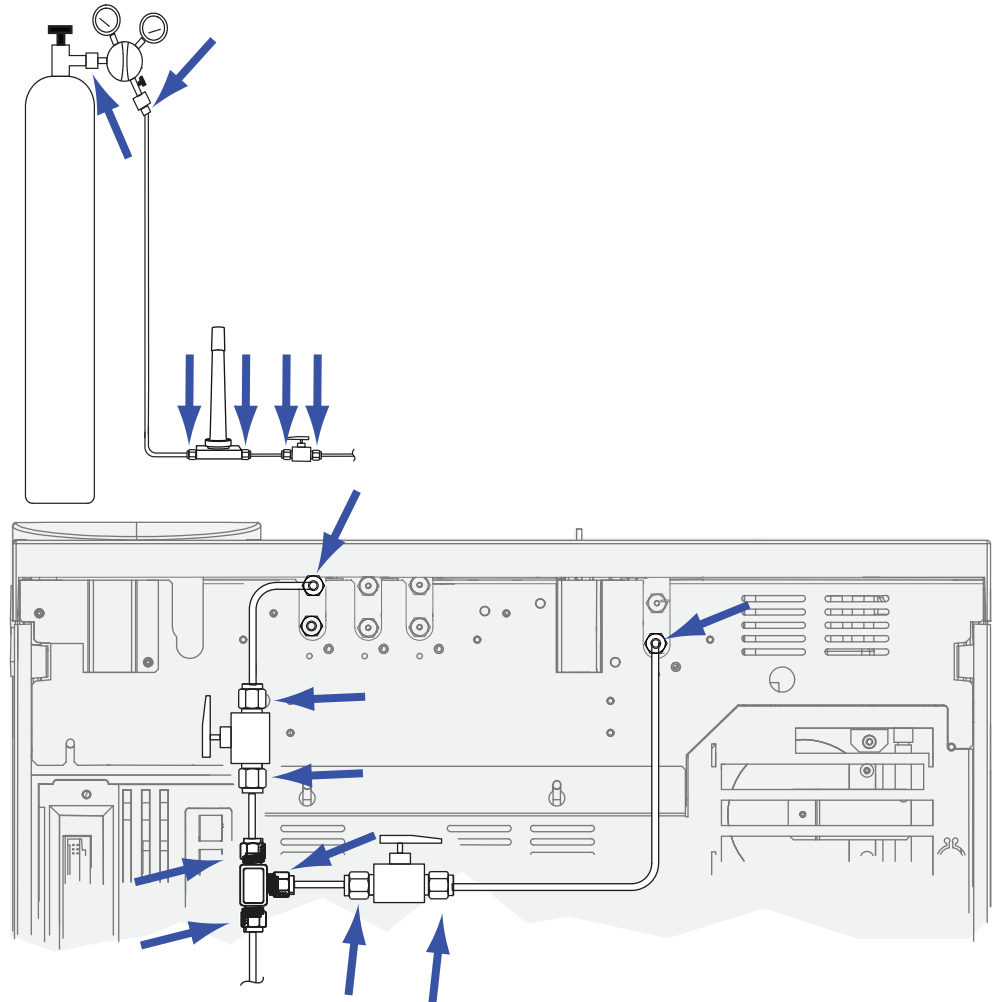
WARNUNG

Es können gefährliche Probengase vorhanden sein.

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

Überprüfen von externen Lecks

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Lecks:



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

Führen Sie einen Druckabfalltest durch.

- 1 Schalten Sie den GC aus.
- 2 Stellen Sie den Reglerdruck auf 415 kPa (60 psi) ein.

7 Überprüfen auf Lecks

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

Überprüfung des GCs auf Lecks

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Lecks:

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

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. Weitere Themen:

- **Manuelle Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks**
- **Manuelle Überprüfung eines Multimodus-Einlasses auf Lecks**
- **Lecks in Kapillarflussarmaturen**

Lecks in Kapillarflussarmaturen

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 Drücken Sie **Diagnostics (Diagnose) > Diagnostic Tests (Diagnosetests) > Inlets (Einlässe)**, wählen Sie den gewünschten Einlass aus und drücken Sie **Leak & Restriction Test (Leck- und Verengungstest)**.
- 2 Drücken Sie **Start Test (Test starten)**.

HINWEIS

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

- 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 Splitauslassfilter.

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**“ auf Seite 123 und „**Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests**“ auf Seite 150.

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 lokale Benutzerschnittstelle

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 „**Überprüfen von externen 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 Liner	Rohre und Verbindungen in einer Übertragungsleitung, die an den Einlass angeschlossen ist
Golddichtung/Unterlegscheibe und Reduktionsmutter	interne Lecks in einem EPC-Modul (Septumspülventil)
Einlasskörper	
Splitauslass-Ventil an den Flussleitungsarmaturen	
Septumspülventil an den Flussleitungsarmaturen	
Splitauslassrohre und Filter	
Septumspülungsrohre	
Dichtungen innerhalb der Rohre zwischen Einlassflussmodul und Einlasskörper	

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)

5 Drücken Sie **Diagnostics (Diagnose) > Diagnostic Tests (Diagnosetests) > Inlets (Einlässe)**.

6 Wählen Sie **Pressure Decay Test (Einlassdruckabfalltest)** aus.

7 Drücken Sie **Start Test (Test starten)**.

8 Befolgen Sie die Anweisungen auf der lokalen Schnittstelle.

9 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.

Drucksollwert kann nicht erreicht werden

Erreicht der Split/Splitless-EPC-Einlass nicht seinen angepassten Wert oder Drucksollwert, erhält der GC den Status „Not Ready“. (Mit EPR ausgestattete Einlasse melden einen Mangel oder Bereitschaft durch ein blinkendes Sternchen.) Die Statusanzeige über dem Touchscreen und die Statusleiste auf dem Touchscreen leuchten orangefarben. Der GC wird in etwa 5,5 Minuten abgeschaltet, falls der Einlass keinen Druckaufbau und keine Steuerung aufweist.

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

- 1 Prüfen Sie, ob der GC mit ausreichend Gas versorgt wird und ob keine Lecks in der Gasversorgung vorhanden sind (siehe **Überprüfen von externen 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
 - 11,7 bar (170 psi) maximal für 0–10,3 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 Falls der Druck niedrig bleibt, fahren Sie mit dem nächsten Schritt fort.
- 4 Führen Sie den Einlassanalyse-Lecktest durch. Siehe **„Durchführung eines Einlasslecktests“**. Die Gesamtflussgeschwindigkeit weist auf die Größe des Lecks hin. Beobachten Sie den gesamten Fluss, während Sie Dichtungen prüfen/anziehen:
 - Septummutter
 - Säule
 - Splitauslassfilter/O-Ringe
 - Einsatz/O-Ringe
 - Golddichtung
 - Splitauslass-Leitungsverbindungen mit dem Einlasskörper
 - Flussabsperredichtungen 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.

WARNUNG

Vorsicht! Ofen, Einlass und/oder Detektor können so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Wenn Ofen, Einlass oder Detektor heiß ist, tragen Sie hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.

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 Dichtungen prüfen/anziehen:
 - Septummutter
 - Säule
 - Splitauslassfilter
 - Einsatz/O-Ring
 - Golddichtung
 - Splitauslass-Leitungsverbindungen mit dem Einlasskörper
 - Flussabsperrdichtungen an den Flussleitungsarmaturen
- 3 Konnte das Problem durch den Einlasslecktest (Prep Run) nicht gelöst werden, ist das Leck möglicherweise zu klein, um bei diesem Test erkannt zu werden. Verwenden Sie einen elektronischen Leckdetektor, um die Dichtungen/Anschlüsse zu überprüfen.

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

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.

Manuelle Überprüfung eines Multimodus-Einlasses auf Lecks

Dieses Verfahren beschreibt, wie am Multimodus-Einlass auf Lecks geprüft wird und wie diese behoben werden. Befolgen Sie die nachstehenden Schritte auf Grundlage der Einlasssymptome.

Drucksollwert kann nicht erreicht werden

Erreicht der Multimodus-EPC-Einlass nicht seinen Drucksollwert, erhält der GC den Status "Not Ready". Der GC wird in etwa 5,5 Minuten abgeschaltet, falls der Einlass keinen Druckaufbau und keine Steuerung aufweist.

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

- 1 Prüfen Sie, ob der GC mit ausreichend Gas versorgt wird (siehe hierzu das Standortvorbereitungshandbuch für GC, GC/MS, und ALS), und prüfen Sie, ob keine Lecks in der Gasversorgung vorhanden sind (siehe „**Überprüfen von externen Lecks**“ auf Seite 119). 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
 - 11,7 bar (170 psi) maximal für 0–10,3 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 Legen Sie den Daumen (oder ein Septum) über die Splitauslass-Abluft. Erreicht der Einlassdruck allmählich den Sollwert, wenden Sie sich an den Kundendienst. Erreicht der Einlassdruck allmählich den Sollwert, **ersetzen** Sie das Proportionalventil am Splitauslass im Einlassflussmodul. Falls der Druck niedrig bleibt, fahren Sie mit dem nächsten Schritt fort.
- 4 Überprüfen Sie den Einlass auf Lecks. Siehe „**Durchführung eines Einlassleckttests**“. Die Gesamtflussgeschwindigkeit weist auf die Größe des Lecks hin. Beobachten Sie den gesamten Fluss, während Sie Dichtungen prüfen/anziehen:
 - Septummutter
 - Säule
 - Splitauslassfilter/O-Ringe
 - Einsatz/O-Ringe
 - Splitauslass-Leitungsverbindungen mit dem Einlasskörper
 - Flussabsperrendichtungen an den Flussleitungsarmaturen

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

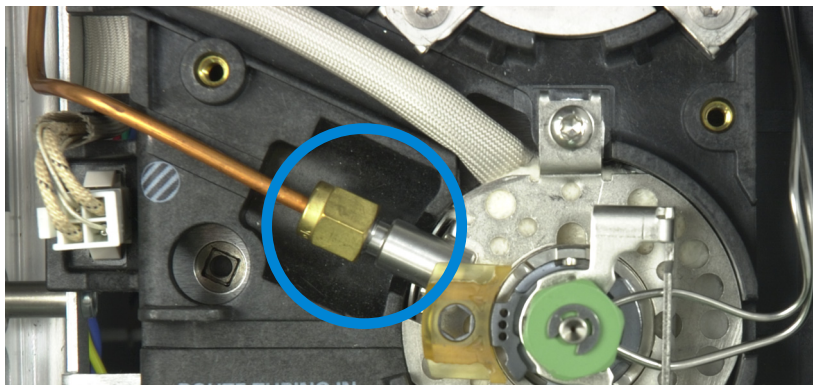
Wenn diese Prüfungen das Problem nicht lösen, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Falls Sie mit diesen Prüfungen das Problem nicht lösen können, fahren Sie mit den nächsten Schritten fort.

WARNUNG

Vorsicht! Ofen, Einlass und/oder Detektor können so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Wenn Ofen, Einlass oder Detektor heiß ist, tragen Sie hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.

- 5 Setzen Sie die Einlasstemperatur auf **Off** und warten Sie, bis der Einlass abgekühlt ist.
- 6 Stellen Sie den Einlass auf den **Split**-Modus ein.
- 7 Stellen Sie den Einlassdruck auf 1,7 bar (25 psi) und den Gesamtfluss auf 400 ml/Min. ein.
- 8 Entfernen Sie die Einsatzverschweißung und halten Sie ein Septum dicht über die Öffnung an der Unterseite.
 - Fällt der Gesamtfluss auf etwa 0 ml/Min. und steigt der Druck in Richtung Sollwert, sind die Einsatzverschweißung, ihre Rohrleitungen und die Anschlüsse mit dem Flussmodul frei von Undichtigkeiten. Das Leck befindet sich an einer Stelle im Einlasskörper oder im Splitauslass. Fahren Sie fort mit **Schritt 9**.
 - Wenn der Druck gering bleibt und der Gesamtfluss sehr hoch ist, verwenden Sie einen elektronischen Leckdetektor, um auf Lecks im Septum und in seiner Nähe, Risse in den Verschweißungsrohren am Einlass (Trägergasleitung und Septumspülungsleitung), sowie auf Lecks in den Verbindungen der Rohrleitungen mit dem Flussmodul zu prüfen. Fahren Sie fort mit **Schritt 9**.
- 9 Prüfen Sie, ob Lecks in der Einsatzverschweißung und den verbundenen Rohren vorhanden sind.
 - a Prüfen Sie das Septum.
 - b Prüfen Sie, ob die Einsatzverschweißung brüchige Rohre aufweist. Ersetzen Sie die Einsatzverschweißung, falls sie undicht ist.
 - c Prüfen Sie, ob die Verbindungen zum Flussmodul undicht sind. Bei Lecks: Anziehen. Ist weiterhin ein Leck vorhanden, ersetzen Sie den/die O-Ring(e). Reinigen Sie unbedingt die Dichtungsoberfläche, bevor Sie einen neuen O-Ring installieren.




- d Prüfen Sie den Splitauslassfilter. Stellen Sie sicher, dass die O-Ringe an der Filterkartusche korrekt sitzen und die geriffelte Mutter gesichert wurde.
- 10 Nachdem Sie das Problem gelöst haben, führen Sie einen Einlassdruckabfalltest durch.

Geringe Empfindlichkeit oder schlechte Reproduzierbarkeit

Ein kleines Leck am Multimodus-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. 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, versetzen Sie den Einlass in den Splitmodus. Stellen Sie den Säulenfluss auf 3 ml/Min., einen Septumspülungsfluss von 3 ml/Min. und einen Spülfluss von 50 ml/Min. ein. Drücken Sie auf . Überwachen Sie den Gesamtfluss für den Einlass. Ist der Gesamtfluss viel höher als 6 ml/Min., prüfen/ziehen Sie folgende Dichtungen fest an:
 - Septummutter
 - Säule
 - Splitauslassfilter
 - Einsatz/O-Ring
 - Splitauslass-Leitungsverbindungen mit dem Einlasskörper
 - Flussabsperredichtungen an den Flussleitungsarmaturen

Falls das Problem weiterhin besteht, ist das Leck möglicherweise klein.

- 3 Verwenden Sie einen elektronischen Leckdetektor, um die Dichtungen/Anschlüsse zu überprüfen.

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

Behebung von Lecks am Multimodus-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.
- 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 Merlin Microseal.
- Ziehen Sie die obere Einsatzverschweißung fest an. Tauschen Sie den Liner aus.
- Ersetzen Sie den O-Ring und ziehen Sie die Säulenadapterverbindung fest. Erneut installieren, falls notwendig.
- Überprüfen Sie die verstopfte Säulendichtung und die Septumspülungsabdeckung.

Behebung von Lecks am Purged-Packed-Einlass der Säule

- 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.

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.

Behebung von Lecks am PTV-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.
- Bei Verwendung eines Septumkopfs prüfen Sie, wie fest die Säulenmutter angezogen wurde.
- Bei Verwendung eines Septumkopfs prüfen Sie das Septum. Ersetzen, falls alt oder beschädigt.
- Prüfen Sie, ob die septumlose oder Septumkopf-Baugruppe fest montiert ist.
- Ersetzen Sie den Liner und die Graphpak-3D-Ferrule.
- Prüfen Sie die Graphpak-Adapterdichtung gegen den Einlasskörper. Entfernen Sie den Einlassadapter, und bringen Sie den Adapter bei Bedarf wieder an.
- Bei Verwendung eines septumlosen Kopfs, prüfen Sie die Umgebung der Führungsabdeckung auf Lecks. Ersetzen Sie die PTFE-Ferrule in der Führungsabdeckung.
- Überprüfen Sie den Splitauslassfilter auf Undichtigkeiten. Bei Bedarf festziehen. Tauschen Sie den Splitauslassfilter und die O-Ringe aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Einlasstemperatur während des Tests konstant geblieben ist.

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

Behebung von Lecks in der Schnittstelle für flüchtige Analyte

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

- Die im Test verwendeten Verschlussstücke/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.
- Der Splitauslass und die Druckfühleranschlüsse an der Schnittstelle.
- Die Probengeberverbindung mit der Schnittstelle.
- Der Probengeber.

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

Messung eines Säulenflusses	140
Messung des Flusses an einem Splitauslass oder einem Septumpülfluss	143
Messung eines Detektorflusses	145
Durchführen des GC-Selbsttests	148
Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung	149
Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests	150
Anpassen des Lit-Offset am FID	151
Sicherstellung, dass die FID-Flamme brennt	152
Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert	153
Messung des FID-Leckstroms	154
Messung der FID-Basislinienausgabe	155
Isolierung der Ursache des FID-Rauschens	156
Messung des SPD-Leckstroms	157
Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist	158
Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist	159
Sicherstellung, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist	160
Sicherstellung, dass die FFD+-Flamme brennt	161
Anpassung von Lit Offset am FFD+	162
Wann Gasreiniger gewechselt werden müssen	163
Ignorieren des Bereitschaftsstatus eines Geräts	164

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

WARNUNG

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

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

HINWEIS

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

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

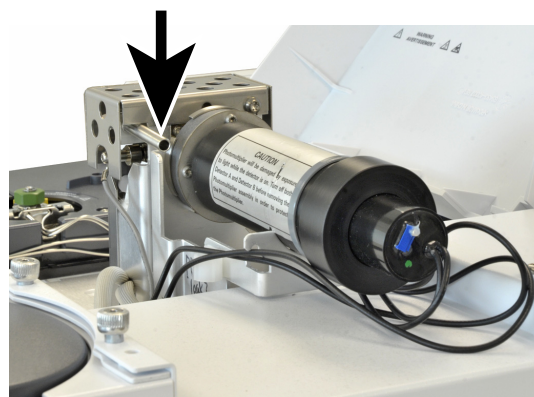


Ein separater Adapter (19301-60660) wird für den FID geliefert. Setzen Sie den Adapter soweit wie möglich in die Auslassöffnung des Detektors ein. Sie spüren einen Widerstand, wenn der Adapter-O-Ring in die Auslassöffnung des Detektors hineingedrückt wird. Drehen und drücken Sie den Adapter während des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



8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

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



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

Messen des SPD-Säulenflusses

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



- Flussmesseinsatz (19301-60660)
 - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und 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.

- 4 Entfernen Sie die Perleneinheit und bewahren Sie sie für die erneute 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.

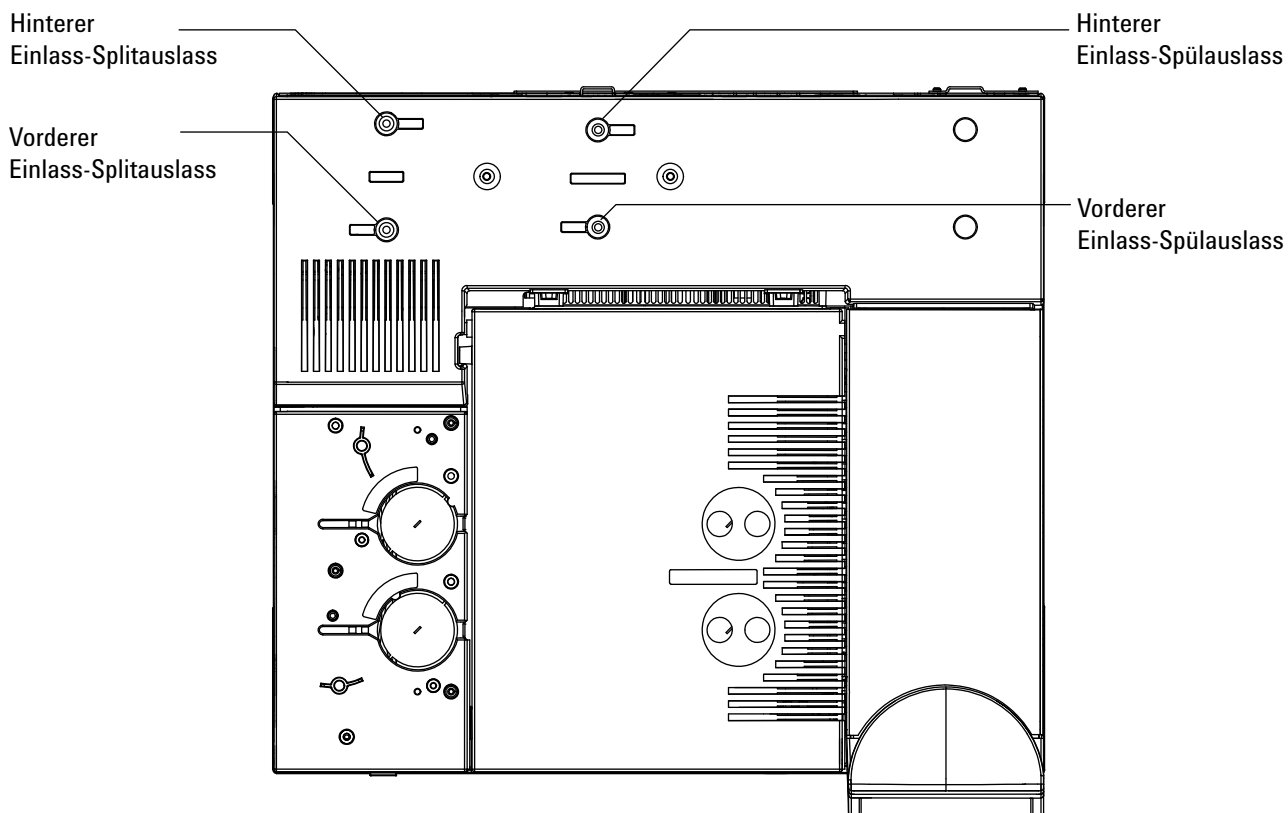
Messung des Flusses an einem Splitauslass oder einem Septumspülfluss

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

WARNUNG

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

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



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

8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

- Der Splitauslass besitzt eine 1/8-Zoll-Swagelok-Gewindearmatur. Die Lüftungsöffnungen verfügen über eine 1/8-Zoll-Swagelok-Gewindearmatur. Erstellen Sie einen 1/8-Zoll-Rohradapter und verwenden Sie diesen (gemäß nachfolgender Abbildung), um die 1/8-Zoll-Gewindearmatur in ein 1/8-Zoll-Rohr umzuwandeln. Hierdurch kann die Gummi-Flussmeterverrohrung bei den Gewinden nicht undicht werden, was ansonsten falsche Flussmesswerte verursachen würde.



- Der Septumpülanschluss 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)
- Säule oder Säulenadapterdichtung sind undicht (alle Detektoren)
- Eine verstopfte Düse (FID, SPD).
- Ein Leck in der Brennkammer, Fensterdichtung oder Anzünderdichtung (FFD+)
- Ein Druckfühler, der auf Null gesetzt werden muss.
- Ein EPC-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 FFD+

WARNUNG

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

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

VORSICHT

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

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

HINWEIS

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

8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

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.



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.

- 4 Entfernen Sie die Perleneinheit und bewahren Sie sie für die erneute 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 die Split/Splitless-, Multimodus-, PTV- und VI-Einlässe. Der Test misst den im Splitauslassflusspfad bei einer bestimmten vom Benutzer ausgewählten Flussrate entwickelten Druck. Diese Flussrate kann der **Split flow**-Sollwert Ihrer Methode oder der von Agilent zum Vergleichen „typischer“ Werte verwendete Standardwert von 400 ml/Min. sein.

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

Der im Test gemessene Druck hängt ab von:

- Installiertem Liner
- Verwendeter Flussrate

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

Der Test prüft auf:

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

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

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 lokale Benutzerschnittstelle:

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

Anpassen des Lit-Offset am FID

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

- 1 Drücken Sie **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Detector (Detektor)**.
- 2 Tippen Sie auf den Wert von **Lit offset**, um eine Tastatur einzublenden. Geben Sie mithilfe der Tastatur den gewünschten Wert ein.
- 3 Der Wert für Lit offset sollte $< 2,0$ pA betragen oder unter der normalen FID-Ausgabe während des Brennens liegen.
- 4 Drücken Sie auf **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 und wenn die Flamme nicht brennt, liegt der Wert bei $< 2,0$ pA.

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

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

Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert

WARNUNG

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

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

Messung des FID-Leckstroms

- 1 Laden Sie die Analysemethode.
 - Stellen Sie sicher, dass die Flüsse für die Zündung akzeptabel sind.
 - Heizen Sie den Detektor auf Betriebstemperatur oder auf 300 °C hoch.
- 2 Schalten Sie die FID-Flamme aus.
- 3 Stellen Sie sicher, dass das FID-Elektrometer eingeschaltet ist.
- 4 Drücken Sie **Method (Methode) > Detectors (Detektoren)** und blättern Sie dann, 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 Drücken Sie **Method (Methode) > Detectors (Detektoren)** und blättern Sie dann, 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 zu Rauschen finden Sie in „**Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes**“ auf Seite 50.

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

Isolierung der Ursache des FID-Rauschens:

- 1 Wenn der Test auf Rauschen fehlschlägt, entfernen Sie die Säule und prüfen das Detektorrauschen bei abgedecktem und neu gezündetem FID erneut, wobei nur H₂/Luft- und Zusatz-Detektorgase verwendet werden. Besteht der Detektor den Test, ist vermutlich eine verunreinigte Säule/Trärgas die Ursache.
- 2 Ist der Test auf Rauschen ohne installierter Säule fehlgeschlagen, wiederholen Sie den Test auf Rauschen nur mit H₂ und Luft - setzen Sie den Fluss des Zusatzgases auf "Off". Wird der Test bestanden, sind vermutlich verunreinigte Zusatzgase die Ursache.
- 3 Schlägt der Test auf Rauschen weiterhin fehl, siehe **Messung des FID-Leckstroms**.
- 4 Schlägt der Lecktest fehl, ersetzen oder spülen Sie die Kollektor- und PTFE-Isolierungen, die Federverbindung, und/oder die gesamte FID-Elektrometer-Baugruppe.
- 5 Ist der Leckstromtest in Ordnung, sollten Sie eine verunreinigte Düse oder verunreinigte H₂ oder Luft-Detektor-Gasversorgungen (Gase, Rohre, Filter) als Ursache in Erwägung ziehen, insbesondere, wenn der Hintergrund des Detektors nach dem Anzünden >20 PA beträgt.

Messung des SPD-Leckstroms

- 1 Laden Sie die Analysemethode.
- 2 Setzen Sie den **NPD Adjust Offset (SPD-Nullpunktabgleich)** auf **Off (Aus)** und schalten Sie die Perleneinheit aus.
 - Belassen Sie den SPD auf Betriebstemperatur.
 - Belassen Sie die Flüsse ein- oder ausgeschaltet.
- 3 Drücken Sie **Method (Methode) > Detectors (Detektoren)** und blättern Sie dann, bis **Detector Specifics (Detektorangaben)** zu sehen ist.
- 4 Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe (Leckstrom) stabil und $< 1,0$ pA ist.
- 5 Die Ausgabe sollte langsam auf $0,0$ pA fallen und sich in den Zehnteln eines Pikoamps stabilisieren. Ein Strom von $> 2,0$ pA weist auf ein Problem hin.

Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist

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

Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist:

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

Weist der Zusatzgas-Fluss auf einen Wert von mehr als 1,0 ml/Min. hin, ist die Düse vermutlich verstopft oder teilweise verstopft. Der Druck baut sich über den H₂-Kanal in den Zusatzgaskanal des EPC-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, ob eine SPD-Düse verstopft ist

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

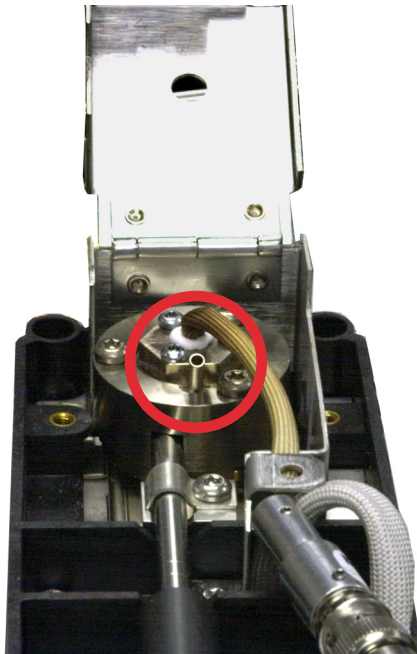
Um zu prüfen, ob eine SPD-Düse verstopft ist, messen Sie die Istwerte der Wasserstoff- und Zusatzgasflüsse. (Siehe **Messen des SPD-Flusses**.) Sind die Flüsse geringer als die angezeigten Werte, ersetzen Sie die Düse.

Sicherstellung, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist

WARNUNG

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

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



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

Sicherstellung, dass die FFD+-Flamme brennt

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

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

Anpassung von Lit Offset am FFD+

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

- 1 Drücken Sie **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Detector (Detektor)**.
- 2 Tippen Sie auf den Wert von **Lit offset**, um eine Tastatur einzublenden. Geben Sie mithilfe der Tastatur den gewünschten Wert ein.
- 3 Der Wert für Lit offset sollte $< 2,0$ pA betragen oder unter der normalen FFD+-Ausgabe während des Brennens liegen.
- 4 Drücken Sie auf **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 Kontamination eine deutliche Farbveränderung aufweisen. Dieser Farbwechsel informiert den Analysierenden darüber, dass es Zeit für einen Filterwechsel ist.

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

Ignorieren des Bereitschaftsstatus eines Geräts

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

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

So ignorieren Sie den Status eines Geräts:

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

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

VORSICHT

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

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

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