

Agilent 7820A Gaschromatograf

Fehlerbehebung



Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2010

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

Handbuch Teile-Nr.

G4350-92015

Ausgabe

Zweite Ausgabe, Juni 2010

Erste Ausgabe, März 2009

Gedruckt in China

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd.

412 Ying Lun Road

Waigaoqiao Free Trade Zone
Shanghai 200131 P.R. China

Gewährleistung

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

Sicherheitshinweise

CAUTION

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.

WARNING

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.

Contents

1 Konzepte und allgemeine Aufgaben

Konzepte	8
Beheben von Fehlern mit Hilfe dieses Handbuchs	8
Software Tastenfeld	8
Die [Status]-Taste	9
Fehlerbedingungen	9
Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen	10
Säulenkonfiguration	10
Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers	10
Gaskonfiguration	10
Anzeigen von "Run Log", "Maintenance Log" und "Event Log"	11
Zusammenstellen von Informationen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent	12

2 ALS- und Detektorsymptome

Fehler am Kolben	14
Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass	15
FID zündet nicht	16
FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz	17
Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker	18
SPD-Nullpunktgleich schlägt fehl	19
Abschalten eines (defekten) Geräts	20

3 Chromatografische Symptome

Retentionszeiten nicht wiederholbar	24
Peak-Bereiche nicht wiederholbar	25
Verunreinigung oder Verschleppung	26
Isolieren der Quelle	26
Prüfen der möglichen Ursachen – alle Kombinationen aus Einlass und Detektor	26
Größere Peaks als erwartet	28
Peaks werden nicht angezeigt – keine Peaks	29
Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms	30
Schlechte Peak-Auflösung	31

Peak-Abfall	32
SPD-Peak-Abfall	32
Probleme mit Peak-Siedepunkt oder Molekulargewichts-Diskriminierung	34
Bei einem Einlass, der in der Split-Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird	34
Bei einem Einlass, der in splitloser Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird	34
Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks	35
Peak-Vorlagerung	36
Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes	37
Verrauschte Basislinie	37
Basislinien-Wander und -Drift	38
Basislinien-Spiking	39
Niedriger Peak-Bereich oder geringe Peak-Höhe (Geringe Empfindlichkeit)	41
FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	43
FID-Basislinienausgabe über 20 pA	45
Dämpfung des Lösungsmittels am SPD	46
Niedriger SPD-Response	47
Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen	48
SPD-Nullpunktgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß	49
Niedrige Selektivität am SPD	50
Negative Peaks am WLD	51
WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft (Ringing-Basislinie)	52
WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf	53

4 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

GC ist niemals betriebsbereit	56
Fluss ist niemals betriebsbereit	57
Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab	58
Ofen heizt niemals auf	59
Temperatur ist niemals betriebsbereit	60
Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden	61

Ein Gas erreicht nicht den Sollwertdruck oder -fluss	62
Ein Gas überschreitet den Drucksollwert oder Fluss	63
Der Einlassdruck oder -fluss schwankt	64
Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Split-Einlass gehalten werden	65
Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss	66
FID zündet nicht	67
FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz	68
SPD-Nullpunktgleich schlägt fehl	69

5 Symptome bei einer Abschaltung

Säulenabschaltungen	72
Wasserstoff-Abschaltungen	73
Thermische Abschaltungen	75

6 GC-Symptome beim Einschalten oder bei der Kommunikation

GC schaltet sich nicht ein	78
PC kann mit GC nicht kommunizieren	79
GC schaltet sich ein, hält dann beim Hochfahren an (während des Selbsttests)	80

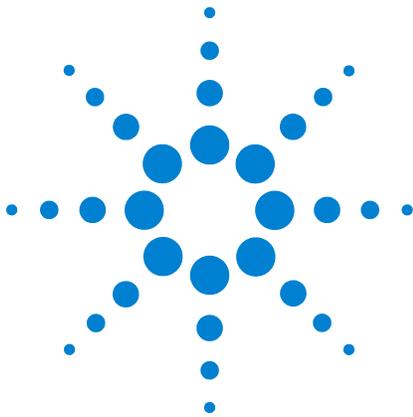
7 Überprüfen auf Lecks

Tipps zur Überprüfung auf Lecks	82
Überprüfen von externen Lecks	84
So überprüfen Sie den GC auf Lecks	85
So führen Sie einen Einlasslecktest durch	86
So legen Sie Warngrenzwerte für einen Lecktest fest	87
So deaktivieren Sie einen Warngrenzwert für den Einlasslecktest	88

8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

So messen Sie einen Säulenfluss	90
Messen des FID-, WLD- und uEAD-Säulenflusses	90
Messen des SPD-Säulenflusses	92
So messen Sie den Fluss an einem Split-Gasauslass oder einem Septumpülfluss	94
So messen Sie einen Detektorfluss	96
Messen von FID-, WLD- und uEAD-Flüssen	96

Messen von SPD-Flüssen	98
Durchführen des GC-Selbsttests	100
So überprüfen oder überwachen Sie den Gegendruck der Split-Auslassleitung	101
So legen Sie einen Warngrenzwert für den Einlassfiltertest fest	102
So deaktivieren Sie einen Warngrenzwert für den Einlassfiltertest	103
So führen Sie den Einlassfiltertest aus	104
Anpassen des Lit-Offset am FID	106
So stellen Sie sicher, dass die FID-Flamme brennt	107
So stellen Sie sicher, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert	108
So messen Sie den FID-Leckstrom	109
So messen Sie die FID-Basislinienausgabe	110
So messen Sie den SPD-Leckstrom	111
So stellen Sie sicher, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist	112
So ignorieren Sie den Bereitschaftsstatus eines Geräts	113



1 Konzepte und allgemeine Aufgaben

Konzepte 8

Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen 10

Anzeigen von "Run Log", "Maintenance Log" und "Event Log" 11

Zusammenstellen von Informationen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent 12

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 Schlagen Sie die Symptome in diesem Handbuch mit Hilfe des Inhaltsverzeichnisses oder der **Suchfunktion** nach. Lesen Sie die Liste der möglichen Ursachen des Symptoms.
- 3 Prüfen Sie jede mögliche Ursache oder führen Sie einen Test durch, mit dem die Liste der möglichen Ursachen eingegrenzt werden kann, bis das Symptom behoben ist.

Softwaretastenfeld

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

Die [Status]-Taste

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

Fehlerbedingungen

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

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

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

Säulenkonfiguration

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

Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers

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

Gaskonfiguration

WARNING

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.

Anzeigen von "Run Log", "Maintenance Log" und "Event Log"

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

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

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

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

Zusammenstellen von Informationen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent

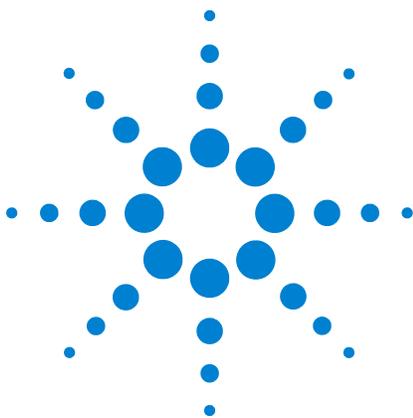
Stellen Sie die folgenden Informationen zusammen, bevor Sie sich an Agilent wenden, um den Kundendienst anzufordern:

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



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

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



2 ALS- und Detektorsymptome

Fehler am Kolben 14

Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass 15

FID zündet nicht 16

Abschalten eines (defekten) Geräts 20



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.

Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass

WARNUNG

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

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

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

- 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.
- Prüfen Sie, ob Sie die korrekte Spritze verwenden. Die gesamte Länge von Spritzenzylinder und Nadel sollte ca. 126,5 mm betragen.
- Prüfen Sie, ob die Abmessungen der Probenfläschen der Spezifikation entsprechen.
- Prüfen Sie, ob die Bördelkappe richtig installiert ist. Weitere Informationen finden Sie in der Probengeberdokumentation.

FID zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass für „Lit Offset“ der Wert $\leq 2,0$ pA festgelegt ist.
- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündsequenz glüht. (Siehe auch [„So stellen Sie sicher, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert“](#).)
- Prüfen Sie, ob Düsen verstopft oder teilweise verstopft sind.
- Prüfen Sie die Flussraten am FID. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern. (Siehe auch [„So messen Sie einen Detektorfluss“](#).)
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Große Lecks führen dazu, dass gemessene Flussraten von den tatsächlichen Flussraten abweichen, was zu nicht idealen Bedingungen für die Zündung führt. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am FID.
- Prüfen Sie die Flussrate in der Säule.
- 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).

FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz

WARNUNG

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

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

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

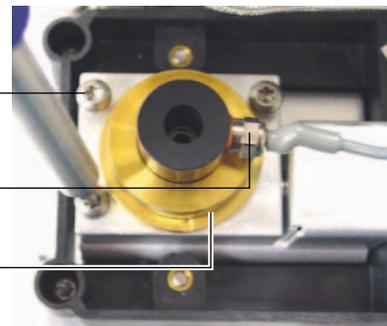
- Der Anzünder ist unter Umständen beschädigt; tauschen Sie den Anzünder aus.
- Die Detektortemperatur ist auf < 150 °C eingestellt. Agilent empfiehlt den Betrieb des FID bei ≥ 300 °C.
- Der Anzünder ist mit dem Boden nicht ordnungsgemäß verbunden:
 - Der Anzünder muss in der FID-Blockeinheit fest verschraubt 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.

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

T-20-Torx-Schrauben (3)

Anzünder

Geriffelte Mutter



Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker

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

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

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

SPD-Nullpunktgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch [So messen Sie einen Detektorfluss.](#))
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. [Tauschen Sie diese](#) bei Bedarf aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe auch [Überprüfen auf Lecks.](#))
- Stellen Sie die Gleichgewichts-Einstellungszeit auf 0,0.

Abschalten eines (defekten) 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 eines EPC-Moduls ignorieren. Der Bereitschaftszustand anderer Geräte und Komponenten, z. B. von Injektionsgeräten wie Schaltventil oder automatischem Flüssigprobengeber, kann in keinem Fall ignoriert werden.

So ignorieren Sie den Status eines Geräts:

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

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

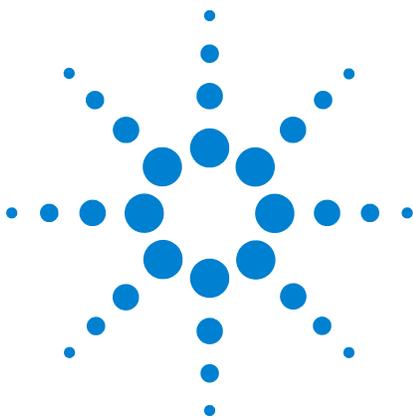
VORSICHT

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

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

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

2 ALS- und Detektorsymptome



3 Chromatografische Symptome

Retentionszeiten nicht wiederholbar	24
Peak-Bereiche nicht wiederholbar	25
Verunreinigung oder Verschleppung	26
Größere Peaks als erwartet	28
Peaks werden nicht angezeigt – keine Peaks	29
Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms	30
Schlechte Peak-Auflösung	31
Peak-Abfall	32
Probleme mit Peak-Siedepunkt oder Molekulargewichts-Diskriminierung	34
Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks	35
Peak-Vorlagerung	36
Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes	37
Niedriger Peak-Bereich oder geringe Peak-Höhe (Geringe Empfindlichkeit)	41
FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	43
FID-Basislinienausgabe über 20 pA	45
Dämpfung des Lösungsmittels am SPD	46
Niedriger SPD-Response	47
Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen	48
SPD-Nullpunktgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß	49
Niedrige Selektivität am SPD	50
Negative Peaks am WLD	51
WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft (Ringing-Basislinie)	52
WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf	53

Retentionszeiten nicht wiederholbar

- Tauschen Sie das Septum aus.
- Prüfen Sie den Einlass, den Liner (sofern vorhanden) und die Säulenverbindung auf Lecks. (Siehe auch [“Überprüfen auf Lecks”](#).)
- Achten Sie auf ausreichenden Druck für die Trägergasversorgung. 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 geeigneten 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 verringerten Retentionszeiten (Drift) überprüfen Sie die Düse auf Verunreinigungen.

Peak-Bereiche nicht wiederholbar

Prüfen Sie den Betrieb der Spritze am automatischen Flüssigprobengeber. (Siehe der Abschnitt zur Fehlerbehebung im [7693A-Handbuch zur Installation, Bedienung und Wartung des automatischen Flüssigprobengebers](#).)

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

Verunreinigung oder Verschleppung

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

Isolieren der Quelle

- 1 Führen Sie eine Analyse nur mit Lösungsmittel durch und verwenden Sie dabei neues, reines Lösungsmittel. Wenn die Verunreinigung danach nicht mehr vorhanden ist, liegt entweder ein Problem mit der Probe oder dem Lösungsmittel vor.
- 2 Führen Sie eine Blindanalyse durch (entfernen Sie die Spritze aus dem Injektor und starten Sie eine Analyse). Wenn die Verunreinigung danach nicht mehr vorhanden ist, liegt ein Problem mit der Spritze vor.
- 3 Entfernen Sie die Säule aus dem Detektor und verschließen Sie die Detektorarmatur. 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.
- Führen Sie eine vollständige Einlass [wartung](#) durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Prüfen Sie eine mögliche Probenverschleppung aus vorherigen Analysen. Führen Sie mehrere Blindanalysen ohne Injektion durch und prüfen, ob die Ghost-Peaks verschwinden oder kleiner werden.
- Prüfen Sie den Septumspülfluss. Wenn dieser zu gering ist, haben sich im Septum ggf. Verunreinigungen angesammelt oder Kondensat verstopft die Spülleitung.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile.
- Überprüfen Sie die Reinheit des Gases.

- Prüfen Sie Leitungen und Armaturen der Gasversorgung auf Verunreinigungen.
- Wenn Sie Verunreinigungen im Einlass vermuten, führen Sie das Ausheizverfahren durch (SS, PP).
- Prüfen Sie den Lösungsmittelstand in den Reinigungsfläschchen des automatischen Flüssigprobengebers.
- Tauschen Sie bei Bedarf die Spritze im automatischen Flüssigprobengeber aus.
- Prüfen Sie das Probeninjektionsvolumen.

Säule, Methode

- Führen Sie die Säulenwartung 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.

Detektor, Detektorgaszufuhr

- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile.
- Überprüfen Sie die Reinheit des Gases.
- Prüfen Sie Leitungen und Armaturen der Gasversorgung auf Verunreinigungen.
- Wenn Sie Verunreinigungen im Detektor vermuten, führen Sie das Ausheizverfahren durch (**FID**, **TCD**, **uECD**).

Größere Peaks als erwartet

- Vergleichen Sie alle Abmessungen der konfigurierten Säule mit den tatsächlichen Abmessungen der Säule. (Siehe auch [“Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen”](#).)
- Prüfen Sie das Injektionsvolumen des automatischen Probengebers.
- Prüfen Sie die Fläschchenabdeckungen.
- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden mit halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe am Zylinder markiert ist und nicht an oberster Stelle, geben Sie beim Konfigurieren der Spritzengröße das **Zweifache** des angegebenen Werts ein.

Peaks werden nicht angezeigt – keine Peaks

- Wenn Sie einen automatischen Probengeber verwenden:
 - Stellen Sie sicher, dass das Fläschchen eine Probe enthält.
 - Stellen Sie sicher, dass der Kolbenträger am automatischen Flüssigprobengeber mit dem Spritzenkolben verbunden ist.
 - Prüfen Sie, ob die Spritze ordnungsgemäß installiert ist und die Probe ansaugt.
 - Stellen Sie sicher, dass das Karussell bzw. der ordnungsgemäß 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 ordnungsgemäß installiert ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule nicht verstopft ist. (Siehe auch [“So messen Sie einen Säulenfluss”](#).) Führen Sie die Säulenwartung durch.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch [“Überprüfen auf Lecks”](#).)
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch [“So messen Sie einen Detektorfluss”](#).)

Wenn das Problem durch den Detektor verursacht wird, beachten Sie die [Tabelle 1](#).

Tabelle 1 Fehlerbehebung am Detektor

Detektor	Lösung
FID	<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.

Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms

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

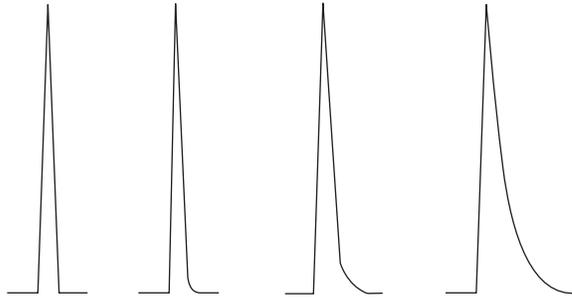
Schlechte Peak-Auflösung

- Stellen Sie den Säulenfluss auf eine optimale lineare Geschwindigkeit ein.
- Installieren und verwenden Sie deaktivierte Verbrauchsmaterialien im Einlass (z. B. einen Liner).
- Führen Sie die Säulenwartung durch: **Heizen** Sie Verunreinigungen aus, **entfernen** Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass und **drehen Sie die Säule bei Bedarf um und heizen Sie diese aus**.
- Prüfen Sie die Säulen **installation** an beiden Enden.
- Wählen Sie eine Säule mit hoher 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.
- Betrachten Sie die stationären Phase der Säule (aktive Säule).
- Stellen Sie sicher, dass die Säule ordnungsgemäß abgeschnitten und installiert ist.
- Beachten Sie, welche Arten von Adapter, Liner und Einlassdichtung verwendet werden. Eines dieser Teile oder alle könnten verunreinigt oder aktiv sein.
- Prüfen Sie die Adapter (sofern installiert) und den Liner auf feste Partikel.
- Berücksichtigen Sie bei der splitlosen Kapillarinjektion die Kompatibilität zwischen dem Lösungsmittel und der Säule.
- Stellen Sie sicher, dass die Injektionstechnik adäquat ist.
- Prüfen Sie die Einlasstemperatur.
- Prüfen Sie das Totvolumen im System. Prüfen Sie die ordnungsgemäße Säulen [installation](#) an beiden Enden.
- Untersuchen und übertragen Sie Leitungen für kalte Stellen.

SPD-Peak-Abfall

Führen Sie bei einem SPD folgende Schritte durch:

- Stellen Sie sicher, dass Sie die geeignete 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 geeignete Düse installiert ist. Verwenden Sie eine erweiterte Düse.
- Tauschen Sie die keramischen Isolierungen aus.

Probleme mit Peak-Siedepunkt oder Molekulargewichts-Diskriminierung

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

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

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

- Prüfen Sie den Liner-Typ.
- Erhöhen Sie die Einlasstemperatur und stellen Sie sicher, dass die Isolierungskappe installiert ist und eine Isolierung enthält.
- Prüfen Sie Schnitt und Installation der Säule im Einlass. Beachten Sie hierzu das Thema zum [SS-Einlass](#).

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

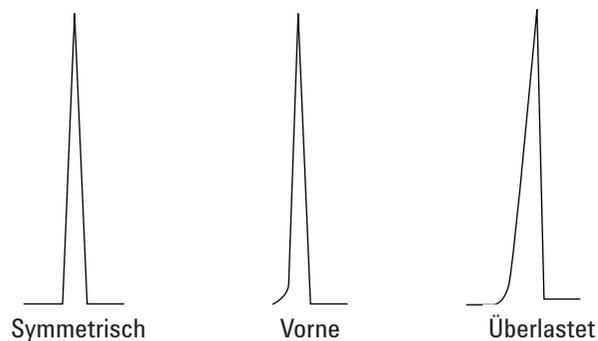
- Überprüfen Sie den Einlass auf Lecks. (Siehe auch ["Überprüfen auf Lecks"](#).)
- Prüfen Sie den Liner-Typ.
- Stellen Sie sicher, dass die Ofenanfangstemperatur unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels liegt.
- Prüfen Sie Schnitt und Installation der Säule im Einlass. Beachten Sie hierzu das Thema zum [SS-Einlass](#).
- Stellen Sie sicher, dass das Dampfvolumen des Lösungsmittels die Kapazität des Liners nicht übersteigt.
- Achten Sie auf eine geeignete Spülverzögerungszeit.

Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks

- Senken Sie die Einlasstemperatur.
- Achten Sie auf Luft oder Wasser im Trägergas; überprüfen Sie die Gasreinheit und die Funktionalität der Ventile.
- Stellen Sie sicher, dass der Liner für die zu analysierende Probe geeignet ist.
- Führen Sie eine vollständige Einlass [wartung](#) durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Installieren Sie einen deaktivierten Liner (falls ein Liner verwendet wird).
- Prüfen Sie, ob die Septum-, Liner- und Säulendichtungen undichte Stellen aufweisen. (Siehe auch "[Überprüfen auf Lecks](#)".)
- Installieren Sie einen Agilent Direktverbindungs-Liner.
- Verwenden Sie eine Druckmethode mit Druckstoß für eine schnellere Probenübertragung zur Säule.
- Heizen Sie den Einlass aus. Beachten Sie folgende Punkte:
 - [So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Split/Splitless-Einlass aus](#)
 - [So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Purged-Packed-Einlass aus](#)

Peak-Vorlagerung

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



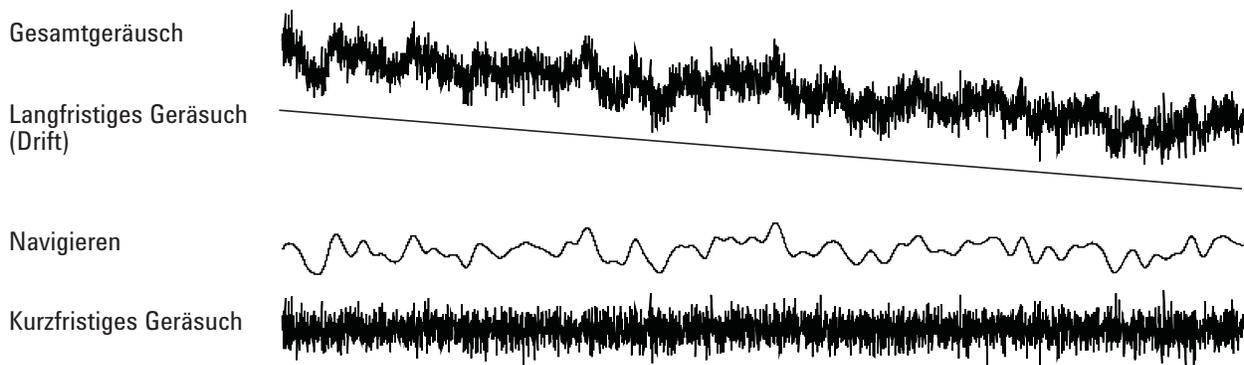
Wenn eine Peak-Vorlagerung oder Überlastung auftritt, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass das Injektionsvolumen geeignet ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule ordnungsgemäß **installiert** wurde.
- Stellen Sie sicher, dass eine geeignete Injektionstechnik verwendet wird.
- 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.

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

Rauschen sollte unter "normalen" Betriebsbedingungen gemessen werden, wenn eine Säule angeschlossen und das Trägergas eingeschaltet ist. Rauschen hat normalerweise 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.



Verrauschte Basislinie

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

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

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

- Achten Sie auf aktuelle Veränderungen, die am System erfolgten.
- Heizen Sie den Einlass aus. Beachten Sie folgende Punkte:
 - So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Split/Splitless-Einlass aus
 - So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Purged-Packed-Einlass aus
- Überprüfen Sie die **Reinheit** der Träger- und Detektorgase.
- Überprüfen Sie, ob nach der letzten Wartung alle Teile wieder korrekt zusammengesetzt wurden.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.

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

- Heizen Sie den Detektor aus (**FID**, **TCD**, **uECD**).
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie die Säule und den Einlass auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie die Düsen am FID oder SPD auf Verunreinigungen.

Andere Faktoren, die zu einem 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.

Wenn ein Basislinien-Wander auftritt, prüfen Sie das System auf Lecks, besonders beim Septum und bei der Säule. (Siehe auch **“Überprüfen auf Lecks”**.) 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.

Basislinien-Spiking

In der Basislinienausgabe gibt es zwei Arten von Spiking: zyklisch und willkürlich.

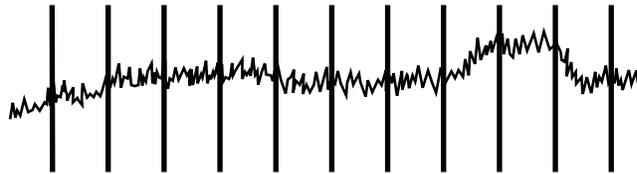


Abbildung. 1 Zyklisches Spiking

Zyklisches Spiking kann folgende Ursachen haben:

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

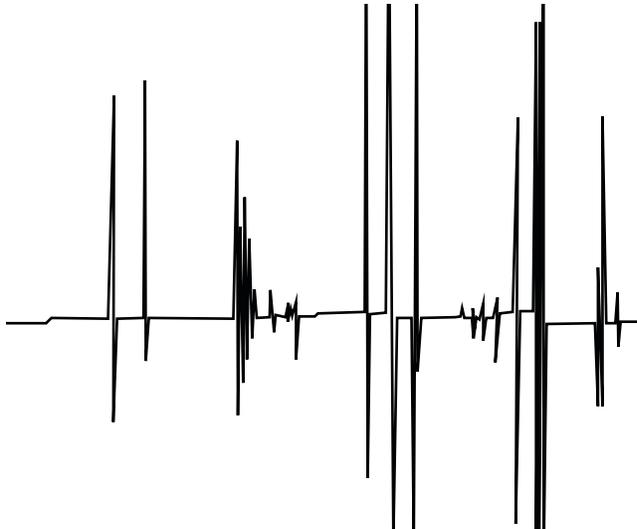


Abbildung. 2 Willkürliches Spiking

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

- Überprüfen Sie, ob der Detektor kontaminiert ist.
- Bei einer gepackten Säule prüfen Sie, ob der Ausgang der gepackten Säule ordnungsgemäß mit Glaswolle abgedichtet ist.
- Prüfen Sie die Installation der gepackten Säule.
- Prüfen Sie, ob die Düse korrekt funktioniert.

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

- Bei Verwendung eines Einlasses in der Split-Betriebsart prüfen Sie das Split-Verhältnis.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch [“Überprüfen auf Lecks”](#).)
- Überprüfen Sie den Einlass auf Verunreinigungen. (Siehe auch [“Verunreinigung oder Verschleppung”](#).)
- Prüfen Sie jede Säule und stellen Sie sicher, dass diese am jeweiligen Ende ordnungsgemäß abgeschnitten und installiert wurde.
- Stellen Sie sicher, dass der Säulentyp geeignet ist.
- Führen Sie die Säulenwartung 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 für die Probe der geeignete Liner-Typ verwendet wird.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen des Detektors ordnungsgemäß sind.
- Überprüfen Sie die [Reinheit](#) des Versorgungsgases.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben bei allen Ventilen.
- Stellen Sie sicher, dass die Methodenparameter korrekt sind.
- Prüfen Sie die Probenstabilität.
- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden mit halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe am Zylinder markiert ist und nicht an oberster Stelle, geben Sie beim Konfigurieren der Spritzengröße das **Zweifache** des angegebenen Werts ein.
- Falls der Abfall in Peak-Bereich oder -Höhe graduell aufgrund des Anstiegs der Basislinie erfolgte und nicht als plötzliche Änderung, überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigung. Heizen Sie den Detektor aus ([FID](#), [TCD](#), [uECD](#)).

Bei Verwendung eines FID:

- Überprüfen Sie, ob die Düse verschmutzt ist.

Bei Verwendung eines uEAD:

3 Chromatografische Symptome

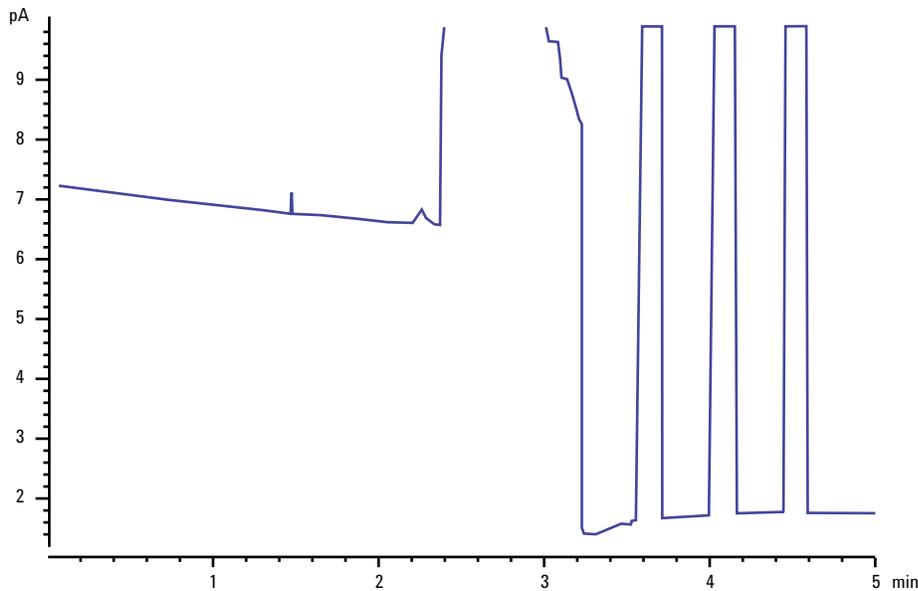
- Tauschen Sie den Kombinations-Liner aus geschmolzenem Siliziumdioxid mit Vertiefung aus.
- Nehmen Sie die Säule ab und installieren Sie diese erneut.

Bei Verwendung eines SPD:

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

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.

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

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

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

- Stellen Sie sicher, dass für die FID **Lit offset**-Einstellung für die Analyse der geeignete Wert festgelegt wurde (in der Regel $\leq 2,0$ pA).
- Prüfen Sie, ob die Flamme durch einen aromatischen Peak oder durch Wasser gelöscht wurde.

3 Chromatografische Symptome

- Überprüfen Sie, ob die Düse teilweise verstopft ist. Messen Sie am Detektor die tatsächlichen Flüsse für Wasserstoff, Luft und Zusatzgas. (Siehe auch [“So messen Sie einen Detektorfluss”](#).)
- Prüfen Sie, ob die Säulendichtung am Detektor undicht ist. (Siehe auch [“Überprüfen auf Lecks”](#).)

FID-Basislinienausgabe über 20 pA

- Überprüfen Sie die Reinheit der Träger- und Detektorversorgungsgase.
- Überprüfen Sie die Säule auf eine Blutung.
- 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 zusammengesetzt wurde.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen. [Heizen](#) Sie den Detektor aus.
- Stellen Sie sicher, dass der FID-Leckstrom bei $< 2,0$ pA liegt. (Siehe [“So messen Sie den SPD-Leckstrom”](#).)

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.

Niedriger SPD-Response

- Führen Sie eine vollständige Einlasswartung durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die Säulenwartung durch: **Heizen Sie** Verunreinigungen bei Bedarf aus. Eine hohe Konzentration an Lösungsmittel hat das Wasserstoff-/Luft-Plasma ausgelöscht. Erhöhen Sie die Perlenspannung.
- Messen Sie den tatsächlichen Gasfluss am Detektor. (Siehe auch **“So messen Sie einen Detektorfluss”**.)
- Überprüfen Sie, ob die Düse teilweise verstopft ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Perleneinheit aktiviert ist. Schauen Sie durch die Lüftungsöffnung am Detektordeckel, um zu sehen, ob die Perleneinheit orange glüht. **Tauschen** Sie Isolierungen/Kollektor aus.

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-Nullpunktgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch [So messen Sie einen Detektorfluss.](#))
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. [Tauschen Sie diese](#) bei Bedarf aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe auch [Überprüfen auf Lecks.](#))
- Stellen Sie die Gleichgewichts-Einstellungszeit auf 0,0.

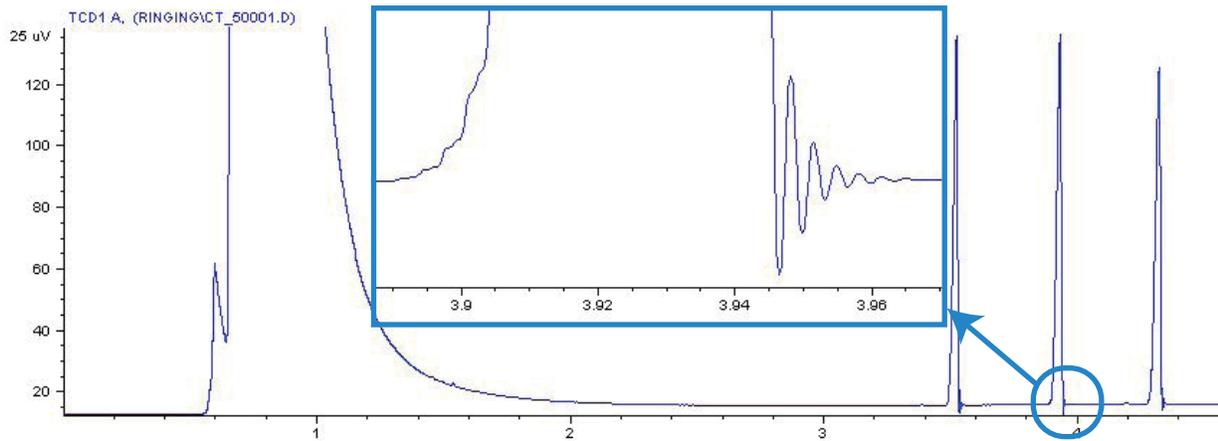
Niedrige Selektivität am SPD

- Stellen Sie sicher, dass der Wasserstofffluss korrekt ist (≤ 3 ml/min).
- Überprüfen Sie die Perleneinheit; diese kann defekt oder abgenutzt sein.
- Stellen Sie sicher, dass die Perlenspannung ordnungsgemäß festgelegt wurde.
- **Tauschen** Sie Kollektor und Isolierungen aus.

Negative Peaks am WLD

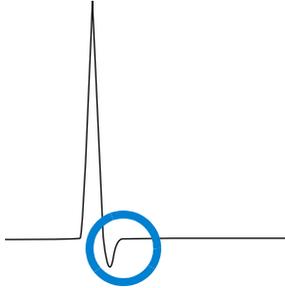
- Stellen Sie sicher, dass der geeignete Gastyp verwendet wird.
- Überprüfen Sie das System auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe auch „Überprüfen auf Lecks“.)
- Berücksichtigen Sie die Empfindlichkeit von Substanzen.
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch „So messen Sie einen Detektorfluss“.)

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



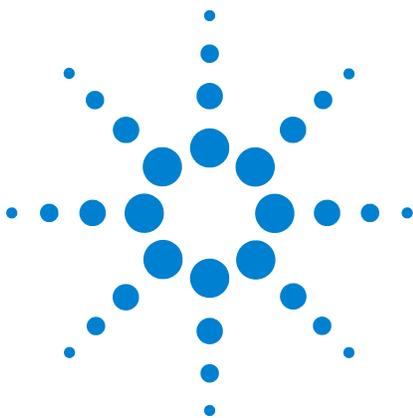
Im Datensystem wurde die falsche Datenrate ausgewählt. Für WLD muss die Datenrate auf ≤ 5 Hz eingestellt sein.

WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf



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

3 Chromatografische Symptome



4 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

- GC ist niemals betriebsbereit 56
- Fluss ist niemals betriebsbereit 57
- Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab 58
- Ofen heizt niemals auf 59
- Temperatur ist niemals betriebsbereit 60
- Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden 61
- Ein Gas erreicht nicht den Sollwertdruck oder -fluss 62
- Ein Gas überschreitet den Drucksollwert oder Fluss 63
- Der Einlassdruck oder -fluss schwankt 64
- Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Split-Einlass gehalten werden 65
- Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss 66
- FID zündet nicht 67
- FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz 68
- SPD-Nullpunktgleich schlägt fehl 69

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



GC ist niemals betriebsbereit

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

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

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

Fluss ist niemals betriebsbereit

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

- Überprüfen Sie, ob der [Versorgungsdruck](#) des Versorgungsgases ausreichend ist.
- Prüfen Sie den konfigurierten Gastyp. Der konfigurierte Gastyp muss dem tatsächlichen Gas entsprechen, das am GC eingespeist wird.
- Achten Sie auf Lecks in der Gasversorgung und am GC. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)

Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab

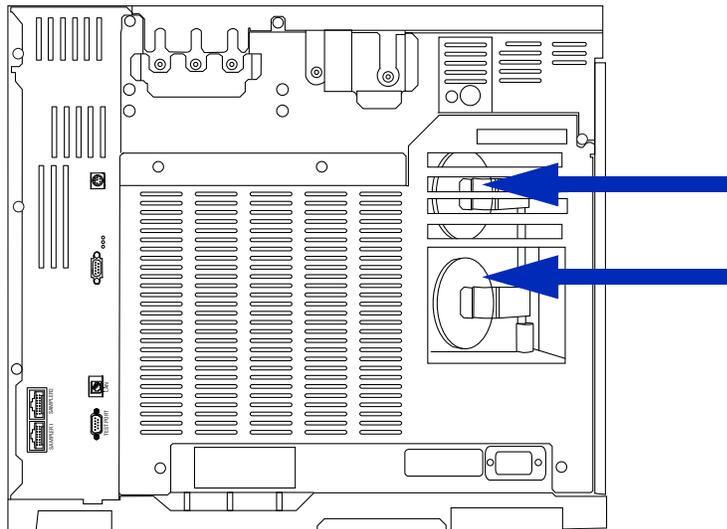
Wenn der Ofen nicht abkühlt oder extrem langsam abkühlt:

WARNUNG

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

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

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



Ofen heizt niemals auf

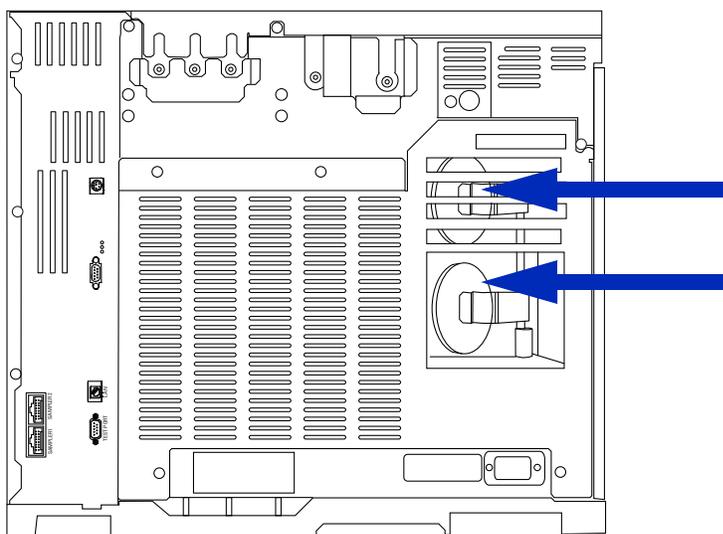
- Drücken Sie **[Status]**, um Fehler anzuzeigen, die Agilent mitzuteilen sind.

WARNUNG

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

- Schalten Sie den GC aus und wieder ein.
- Prüfen Sie die Klappfunktion des Ofens.
 - 1 Erhöhen Sie die Ofentemperatur um mindestens 20 Grad.
 - 2 Stellen Sie sicher, dass die auf der Rückseite des 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 der Sollwert mit einer Toleranz von ± 1 °C für 30 s gehalten wird. Wenn niemals eine betriebsbereite Temperatur erreicht wird, gehen Sie wie folgt vor:

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

Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden

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

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

Ein Gas erreicht nicht den 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 auch „Überprüfen auf Lecks“.) Stellen Sie bei Verwendung der Gassparschaltung sicher, dass die Flussrate der Gassparschaltung ausreichend hoch ist, um den höchsten Säulenvordruck beizubehalten, der während einer Analyse verwendet wird.
- Prüfen Sie, ob eine Säule fehlerhaft installiert ist.

Wenn Sie einen Split/Splitless-Einlass 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-Einlass verwenden:

- Verringern Sie das Split-Verhältnis.
- Tauschen Sie den Split-Entlüftungsfiter aus.
- Stellen Sie sicher, dass der geeignete Liner ausgewählt ist (falls ein Liner verwendet wird).
- Prüfen Sie die Golddichtung auf Verunreinigungen.

Bei Verwendung eines FID oder SPD:

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.

Ventile:

- Überprüfen Sie, ob ein Rotor falsch ausgerichtet ist.

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, ob der [Versorgungsdruck](#) des Versorgungsgases ausreichend ist.
- Stellen Sie sicher, dass der Druckregler ordnungsgemäß funktioniert.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)
- Achten Sie auf große Verengungen im Einlass-Liner oder im Split-Auslassfilter.
- Stellen Sie sicher, dass der geeignete Liner installiert ist.

Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Split-Einlass 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.
- Überprüfen Sie, ob der Liner verstopft ist.
- Prüfen Sie die Split-Auslassleitung auf Verunreinigungen. Wenden Sie sich ggf. zwecks Austausch an den Agilent Kundendienst.
- Tauschen Sie bei einem Split/Splitless-Einlass die Golddichtung aus.

Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss

Wenn der tatsächliche Säulenfluss nicht dem 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 eingestellt sind.
- Stellen Sie sicher, dass die richtigen Säulenabmessungen exakt konfiguriert sind, einschließlich der tatsächlichen (getrimmten) Säulenlänge.
- Die Split-Auslassleitung oder das Ventil sind ggf. teilweise verstopft, was dazu führt, dass der tatsächliche Einlassdruck über dem Drucksollwert liegt.

FID zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass für „Lit Offset“ der Wert $\leq 2,0$ pA festgelegt ist.
- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündsequenz glüht. (Siehe auch [„So stellen Sie sicher, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert“](#).)
- Prüfen Sie, ob Düsen verstopft oder teilweise verstopft sind.
- Prüfen Sie die Flussraten am FID. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern. (Siehe auch [„So messen Sie einen Detektorfluss“](#).)
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Große Lecks führen dazu, dass gemessene Flussraten von den tatsächlichen Flussraten abweichen, was zu nicht idealen Bedingungen für die Zündung führt. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am FID.
- Prüfen Sie die Flussrate in der Säule.
- 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).

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:

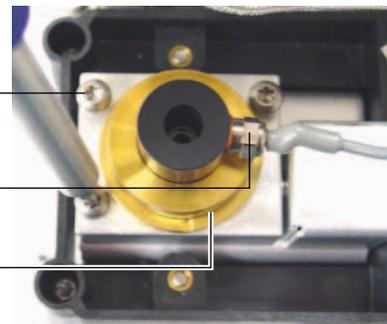
- Der Anzünder ist unter Umständen beschädigt; tauschen Sie den Anzünder aus.
- Die Detektortemperatur ist auf $< 150\text{ °C}$ eingestellt. Agilent empfiehlt den Betrieb des FID bei $\geq 300\text{ °C}$.
- Der Anzünder ist mit dem Boden nicht ordnungsgemäß verbunden:
 - Der Anzünder muss in der FID-Blockeinheit 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.

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

T-20-Torx-Schrauben (3)

Anzünder

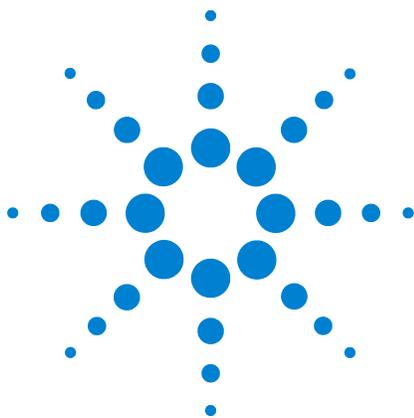
Geriffelte Mutter



SPD-Nullpunktgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch [So messen Sie einen Detektorfluss.](#))
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. [Tauschen Sie diese](#) bei Bedarf aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe auch [Überprüfen auf Lecks.](#))
- Stellen Sie die Gleichgewichts-Einstellungszeit auf 0,0.

4 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist



5 Symptome bei einer Abschaltung

Säulenabschaltungen 72

Wasserstoff-Abschaltungen 73

Thermische Abschaltungen 75



Säulenabschaltungen

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

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

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt:

- 1 Beheben Sie die Ursache der Abschaltung.
 - Prüfen Sie, ob eine Säule nahe des Einlasses gebrochen ist.
 - Achten Sie auf Lecks.
 - Tauschen Sie das Einlasseptum aus.
 - Tauschen Sie den Einlass-O-Ring aus.
 - Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.
- 2 Drücken Sie die Taste für das Gerät, das die Abschaltung bewirkt hat. Blättern Sie zu dem pneumatischen Parameter, für den **Off** blinkt und drücken Sie dann [**On**] oder [**Off**].

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

Wasserstoff-Abschaltungen

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

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

- Zeigt die Meldung **Hydrogen Safety Shutdown** an.
- Schließt das Trägerversorgungsventil zum Einlass und schließt sowohl Druck- als auch Flusssteuerung und schaltet diese aus. Bei Anzeige wird für deren Parameter blinkend **Off** angezeigt.
- Öffnet die Splitauslassventile in der Split/Splitless-Betriebsart-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). Bei Anzeige wird für deren Parameter blinkend **Off** angezeigt.
- Gibt einen Alarmton aus.

WARNUNG

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

So führen Sie nach der Abschaltung eine Wiederherstellung durch:

- 1 Beheben Sie die Ursache der Abschaltung:
 - Tauschen Sie das Einlasseptum aus.
 - Tauschen Sie den Einlass-O-Ring aus.
 - Überprüfen Sie, ob eine Säule gebrochen ist.

5 Symptome bei einer Abschaltung

- Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.
 - Überprüfen Sie das System auf Lecks. Siehe [Überprüfen auf Lecks](#).
- 2 Schalten Sie den GC aus und wieder ein.
 - 3 Nachdem der GC wieder eingeschaltet ist, drücken Sie die Taste für das Gerät, das die Ursache der Abschaltung war. Blättern Sie zu dem pneumatischen Parameter, für den **Off** blinkt und drücken Sie dann [**On**] oder [**Off**]. Wenn beispielsweise am vorderen Einlass kein Trägergas mehr anliegt, drücken Sie [**Front Inlet**], blättern Sie zum Druck- oder Flussparameter und drücken Sie dann [**On**].

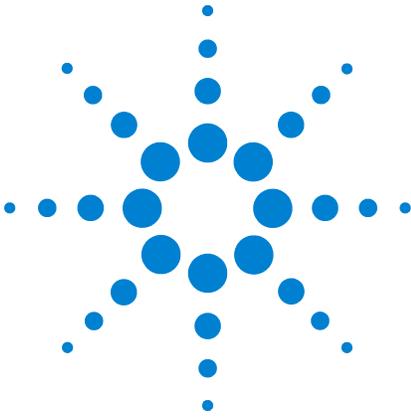
Thermische Abschaltungen

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

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.

5 Symptome bei einer Abschaltung



6

GC-Symptome beim Einschalten oder bei der Kommunikation

GC schaltet sich nicht ein [78](#)

PC kann mit GC nicht kommunizieren [79](#)

GC schaltet sich ein, hält dann beim Hochfahren an (während des Selbsttests) [80](#)



GC schaltet sich nicht ein

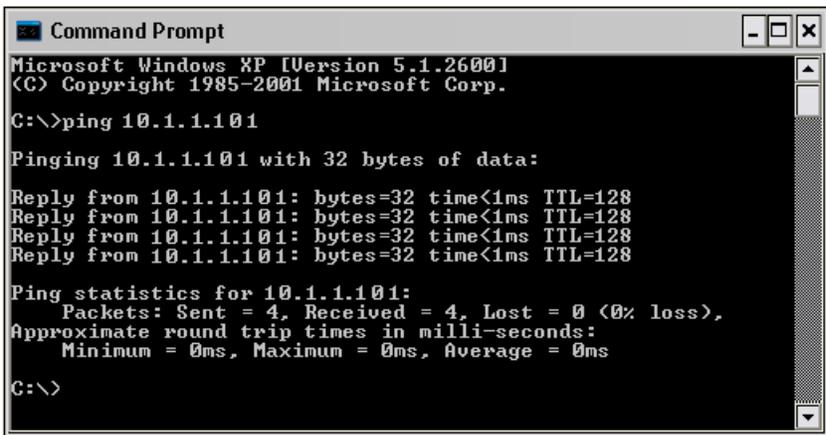
Wenn sich der GC nicht einschaltet:

- 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

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

C:\>

```

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

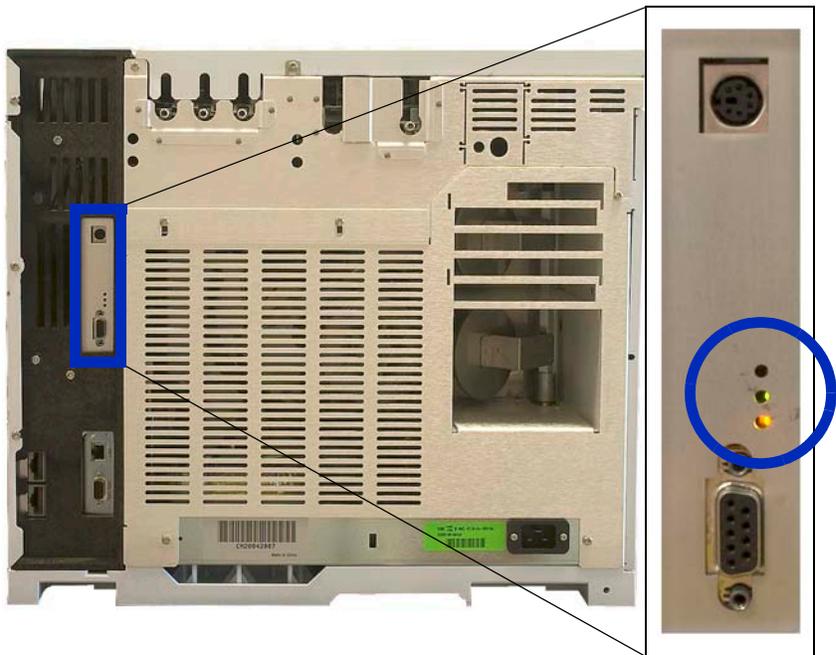
Wenn der ping-Test nicht erfolgreich war, gehen Sie wie folgt vor:

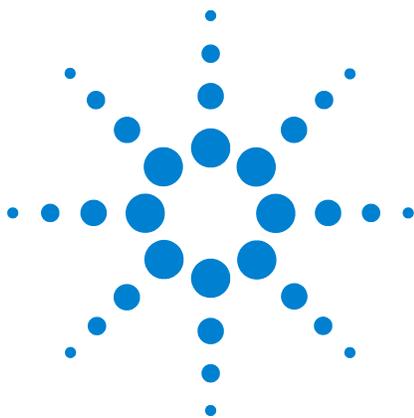
- Überprüfen Sie die Verkabelung mit dem lokalen Netzwerk.
- Überprüfen Sie IP-Adresse, Subnetzmaske und Gateway-Adressen.
- Überprüfen Sie, ob sonstige Software mit dem GC verbunden ist. Es kann z. B. nur jeweils ein Softwaretastenfeld mit einem GC verbunden sein. Agilent Datensysteme blockieren auch die Verbindung zu anderen Datensystemen.

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

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

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





7 Überprüfen auf Lecks

Tipps zur Überprüfung auf Lecks 82

Überprüfen von externen Lecks 84

So überprüfen Sie den GC auf Lecks 85

So führen Sie einen Einlasslecktest durch 86



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

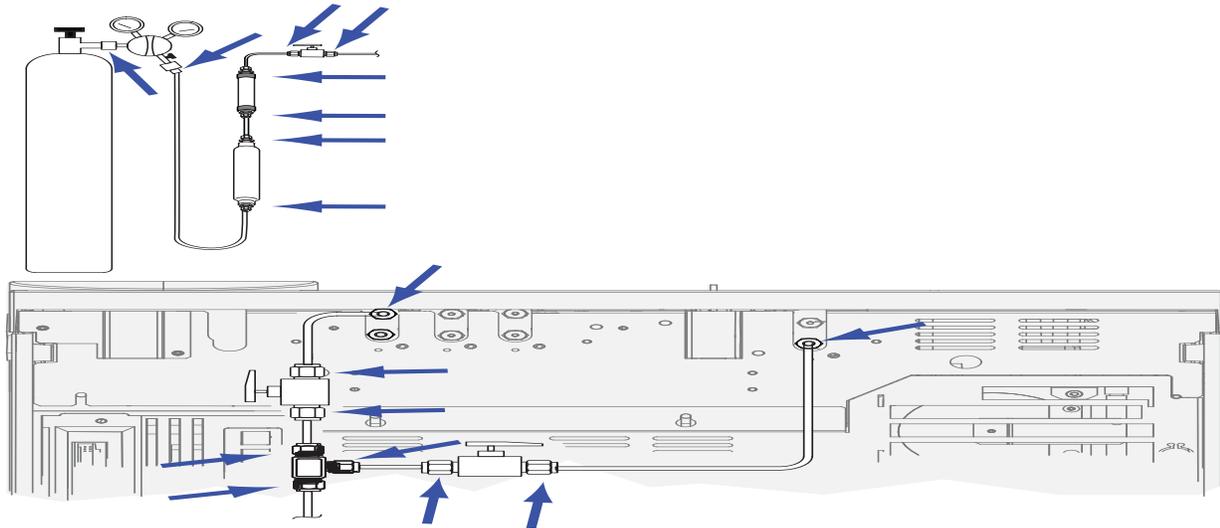
Es können gefährliche Probengase vorhanden sein.

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

- Denken Sie daran, Verbindungen in den Gasversorgungsleitungen zu überprüfen, nachdem Ventile oder Versorgungszylinder ausgetauscht wurden.

Überprüfen von externen Lecks

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Lecks:



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

Führen Sie einen Druckabfalltest durch.

- 1 Schalten Sie den GC aus.
- 2 Stellen Sie den Reglerdruck auf 415 kPa (60 psi) ein.
- 3 Drehen Sie den Druckreglerknopf vollständig gegen den Uhrzeigersinn, um das Ventil zu schließen.
- 4 Warten Sie fünf Minuten. Wenn ein messbarer Druckabfall erkennbar ist, liegt bei den externen Verbindungen ein Leck vor. Kein Druckabfall bedeutet, dass die externen Verbindungen dicht sind.

So überprüfen Sie den GC auf Lecks

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Lecks:

- Einlasseptum, Septumkopf, Liner, Split- Auslassfilter, Split- Auslassfilterleitung und Spülauslassarmaturen
- Säulenverbindungen zu Einlässen, Detektoren, Ventilen, Splittern und anderen Verbindungen
- Armaturen aus den Flussmodulen zu den Einlässen, Detektoren und Ventilen
- Säulenadapter

Prüfen Sie zuerst mithilfe des in den GC integrierten Lecktests, ob Lecks an Einlasssäulendichtung, Septum, Liner, Split- Auslassfilterleitung usw. vorliegen. Siehe [“So führen Sie einen Einlasslecktest durch”](#). 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.

So führen Sie einen Einlasslecktest durch

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.)
- Split- Auslassfiltergehäuse (ggf.)
- Septummutter und Septum (ggf.)
- Einsatzverschweißungsmutter/Septumkopfeinheit (ggf.)

So führen Sie den Test aus:

- 1 Drücken Sie auf dem GC-Tastenfeld auf **[Service Mode]**, blättern Sie zu **Front inlet leak check** oder **Back inlet leak check** und drücken Sie **[Enter]**.
- 2 Die Anzeige entspricht [Abb. 3](#):

Abbildung. 3 Beispiel der Anzeige für Lecktest am vorderen Einlass. Im Beispiel wird vorausgesetzt, dass bereits ein Test ausgeführt wurde. (Blättern Sie in der Anzeige, um alle Zeilen zu sehen.)

- 3 Überprüfen Sie, ob **Test pressure** akzeptabel ist. In der Regel ist der Standarddruck von 10 psi gut geeignet. Auf Wunsch können Sie einen anderen Einlassdruck eingeben.
 - Um wiederholbare Ergebnisse zu erzielen, verwenden Sie denselben Wert für dieselbe Hardware.
 - Geben Sie einen höheren Testdruck ein, wenn Sie eine Säule verwenden, die hohen Gegendruck erzeugt.
- 4 Blättern Sie zu **Test Inlet** und drücken Sie **[On/Yes]**.
- 5 Einen Moment später stabilisiert sich der Test.

- Der Wert für **TotalFlow** zeigt den Gesamtfluss von Trägergas durch den Einlass an. Der Wert für **Col** zeigt den Fluss durch die Säule an.
 - Die ungefähre Leckrate ist **TotalFlow – Col**, in mL/min.
 - Betrachten Sie den Einlass als leckfrei, wenn der Wert **Col** dem Wert **TotalFlow** *ungefähr entspricht*.
- 6 Während der Überwachung der Werte sollten Sie nach Bedarf Armaturen anziehen, das Septum austauschen, den Liner-O-Ring wechseln usw. Wenn die Reparatur das Leck beseitigt, sehen Sie, dass der Wert **Col** sinkt, sodass er *ungefähr* dem Wert **TotalFlow** entspricht.

HINWEIS

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

So legen Sie Warngrenzwerte für einen Lecktest fest

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

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

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

- 1 Wenn der Einlass als leckfrei betrachtet wird, führen Sie den Einlasslecktest aus. (Gehen Sie davon aus, dass der Einlass leckfrei ist, wenn die Werte **TotalFlow** und **Col** sehr dicht beieinander liegen und Sie mit den chromatografischen Ergebnissen des GC zufrieden sind.)
- 2 Beachten Sie das Ergebnis **TotalFlow**.
- 3 Blättern Sie zu **Warning if pressure check** oder **Fault if pressure check**.
- 4 Geben Sie einen Grenzwert über das Tastenfeld ein und drücken Sie **[Enter]**.

- Wählen Sie eine Flussrate, die höher ist als der akzeptable Wert für „TotalFlow“. Geben Sie idealerweise einen Wert ein, der bekannten chromatografischen Problemen entspricht.
 - Warnung- und Fehlergrenze können unterschiedlich sein, z. B. eine Warnung bei niedrigerem Grenzwert und ein Fehler bei höherem.
- 5 Wiederholen Sie den Vorgang auf Wunsch für **Fault if pressure check**.
 - 6 Der Test ist jetzt eingerichtet.
 - 7 Führen Sie den Test regelmäßig neu aus. Beheben Sie bei Misslingen des Tests ggf. Lecks.

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

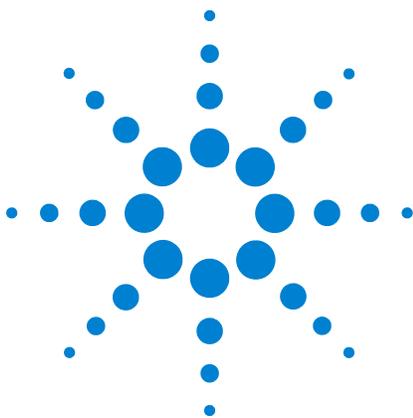
- 1 Drücken Sie auf [**Service Mode**], blättern Sie zu **Front inlet leak check** oder **Back inlet leak check** und drücken Sie [**Enter**].
- 2 Blättern Sie zu **Reset the test results?** und drücken Sie [**On/Yes**].

So deaktivieren Sie einen Warngrenzwert für den Einlasslecktest

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

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 bitte hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.



8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

- So messen Sie einen Säulenfluss 90
- So messen Sie den Fluss an einem Split-Gasauslass oder einem Septumspülfluss 94
- So messen Sie einen Detektorfluss 96
- Durchführen des GC-Selbsttests 100
- So überprüfen oder überwachen Sie den Gegendruck der Split-Auslassleitung 101
- So führen Sie den Einlassfiltertest aus 104
- Anpassen des Lit-Offset am FID 106
- So stellen Sie sicher, dass die FID-Flamme brennt 107
- So stellen Sie sicher, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert 108
- So messen Sie den FID-Leckstrom 109
- So messen Sie die FID-Basislinienausgabe 110
- So messen Sie den SPD-Leckstrom 111
- So stellen Sie sicher, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist 112
- So ignorieren Sie den Bereitschaftsstatus eines Geräts 113



So messen Sie einen Säulenfluss

Messen des FID-, WLD- und uEAD-Säulenflusses

Mithilfe der folgenden Prozedur kann der Säulenfluss mit einem FID, WLD, und uEAD gemessen werden.

WARNUNG

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

WARNUNG

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

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:

- Geeignetes Flussmeter-Adapterrohr (befindet sich im Lieferumfang des GC)
- Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussraten kalibriert

2 Schalten Sie den Detektor aus.

3 Schalten Sie die Detektorflüsse aus.

4 Schließen Sie den geeigneten Adapter am Detektorauslass an.

HINWEIS

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

Ein 1/8 Zoll großes Gummiadapterrohr wird direkt an der Auslassöffnung eines uEAD 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.



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

Messen des SPD-Säulenflusses

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



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

WARNUNG

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

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

So messen Sie den Fluss an einem Split-Gasauslass oder einem Septumspülfluss

WARNUNG

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

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

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

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



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

So messen Sie einen Detektorfluss

Messen von FID-, WLD- und uEAD-Flüssen

WARNUNG

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

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:

- Geeignetes Flussmeter-Adapterrohr (befindet sich im Lieferumfang des GC)
- Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussraten 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 ($35^\circ C$) ein.

3 Schalten Sie den Säulenfluss und -druck aus.

4 Schalten Sie folgende Komponenten (sofern vorhanden) aus: die FID-Flamme und den WLD-Heizdraht.

5 Kühlen Sie den Detektor herunter.

6 Schließen Sie den geeigneten Adapter am Detektorauslass an.

HINWEIS

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

Ein Gummiadapterrohr wird direkt an der Auslassöffnung eines uEAD 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.



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

Messen von SPD-Flüssen

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



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

WARNUNG

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

- 4 Entfernen Sie die Perleneinheit und bewahren Sie sie an einem sicheren Ort auf.
- 5 Setzen Sie das SPD-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 dann den GC wieder ein. Wenn am GC die Hauptstatusanzeige erscheint, hat der GC den Selbsttest bestanden.

So überprüfen oder überwachen Sie den Gegendruck der Split-Auslassleitung

Agilent bietet einen integrierten Test zum Messen des Gegendrucks im Split-Auslassfilter und der Leitung für den Split/Splitless-Einlass. Der Test misst den im Split-Auslassflusspfad 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 Split-Auslassleitung 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 Split-Auslassleitung, z. B. Verunreinigung durch kondensierte Probe in Split-Auslassleitung 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 Split-Auslassleitung dazu führen kann, dass der GC nicht betriebsbereit ist. Möglicherweise sollten Sie einen anderen Liner installieren oder die Methode anpassen. (Versuchen Sie bei Verwendung eines Splitless-Liners zuerst, einen neuen Liner zu installieren. Splitless-Liner erzeugen mehr Gegendruck als Split-Liner, sodass geringe Ausrichtungsabweichungen bei geringen Säulenvordrücken etwas ausmachen können.)

So legen Sie einen Warngrenzwert für den Einlassfiltertest fest

So nutzen Sie den Einlassfiltertest zur Überwachung des Split-Auslassfilters:

- 1 Wenn der vorhandene Split-Auslassfilter für viele Probeninjektionen verwendet wurde, tauschen Sie ihn aus. Achten Sie darauf, dass der GC sauber ist:
 - Tauschen Sie die Einlasshardware ggf. aus.
 - Überprüfen Sie, ob die Split-Auslassleitung frei von Verunreinigungen oder Verengungen ist.
- 2 Führen Sie den Einlassfiltertest aus. Siehe [“So führen Sie den Einlassfiltertest aus”](#).
- 3 Notieren Sie den Druck. Dieser Messwert ist der Gegendruck, den Sie von einem sauberen System mit installiertem Liner erwarten können.
- 4 Legen Sie einen praktischen Grenzwert für den Split-Auslassgegendruck fest.

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

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

Führen Sie den Einlassfiltertest aus und notieren Sie den Druck. Wechseln Sie den Split-Auslassfilter.

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

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

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

So legen Sie einen Warngrenzwert fest:

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

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

Der Test ist jetzt eingerichtet.

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

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

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

So deaktivieren Sie einen Warngrenzwert für den Einlassfiltertest

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

So führen Sie den Einlassfiltertest aus

Auf dem Softwaretastenfeld (Remote-Controller):

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

```

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

```

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

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

Wenn der Einlass den Testsollwert nicht erreichen kann, prüfen Sie, ob ein Leck (an Einlass, Split-Auslassfilter oder Split-Auslassleitung) oder niedriger Versorgungsgasdruck vorliegt.

- 5 Notieren Sie den resultierenden Wert für **Inlet Pressure**. Wenn der gemessene Druck einen von Ihnen festgelegten Grenzwert überschreitet, wird der GC entsprechend reagieren. Siehe [“So überprüfen oder überwachen Sie den Gegendruck der Split-Auslassleitung”](#).

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

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

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

HINWEIS

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

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

Anpassen des Lit-Offset am FID

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

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

So stellen Sie sicher, 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.

So stellen Sie sicher, 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.

So messen Sie den FID-Leckstrom

- 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 **[Front Det]** oder **[Back Det]** und blättern Sie dann zu **Output**.
- 5 Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe stabil und < 1,0 pA ist.

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

- 6 Schalten Sie die Flamme ein.

So messen Sie die FID-Basislinienausgabe

- 1 Mit installierter Säule laden Sie Ihre Prüfmethode.
- 2 Stellen Sie die Ofentemperatur auf 35 °C ein.
- 3 Drücken Sie **[Front Det]** oder **[Back Det]** und blättern Sie dann zu **Output**.
- 4 Wenn die Flamme brennt und der GC betriebsbereit ist, überprüfen Sie, ob die Ausgabe stabil ist und < 20 pA (dies kann einige Zeit dauern).
- 5 Wenn die Ausgabe nicht stabil ist oder > 20 pA, ist das System oder das Gas verunreinigt. Wenn diese Verunreinigung auf den Detektor zurückzuführen ist, [heizen Sie den FID aus](#).

So messen Sie den SPD-Leckstrom

- 1 Laden Sie die Analysemethode.
- 2 Stellen Sie **NPD Adjust Offset** auf **Off** und **Bead Voltage** auf **0,00 V**.
 - Belassen Sie den SPD auf Betriebstemperatur.
 - Belassen Sie die Flüsse ein- oder ausgeschaltet.
- 3 Drücken Sie **[Front Det]** oder **[Back Det]** und blättern Sie dann zu **Output**.
- 4 Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe (Leckstrom) stabil und $< 1,0 \text{ pA}$ ist.
- 5 Die Ausgabe sollte langsam auf $0,0 \text{ pA}$ fallen und sich in den *Zehnteln* eines Pikoamps stabilisieren. Ein Strom von $> 2,0 \text{ pA}$ weist auf ein Problem hin.

So stellen Sie sicher, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist

WARNUNG

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

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

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

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 bitte hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.

So ignorieren Sie den 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 eines EPC-Moduls ignorieren. Der Bereitschaftszustand anderer Geräte und Komponenten, z. B. von Injektionsgeräten wie Schaltventil oder automatischem Flüssigprobengeber, kann in keinem Fall ignoriert werden.

So ignorieren Sie den Status eines Geräts:

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

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

VORSICHT

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

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

8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

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