Agilent 6890N Gaschromatograph

Benutzerhandbuch

Inhalt

- Grundlegende Schritte und Vorgehensweisen
- Methoden und Sequenzen
- Einlässe
- Detektoren
- Ofen und Säulen
- Der automatische Flüssigprobengeber
- Ventilsteuerung
- Meldungen
- Fehlerbehebung
- Wartung
- Vollständiger Index
- Vollständiges Inhaltsverzeichnis
- Vorbereitungen & Installation
- Sicherheitshinweise & bisherige Ausgaben

Agilent Technologies

Herausgegeben: APR 2001
Teile-Nr. G1530-92210

Grundlegende Schritte und Vorgehensweisen

- Grundlegende Schritte
- Der Gaschromatograph 6890
- Tastatur und Display
- Fluss- und Drucksteuerung
- Signalverarbeitung
- Ventilsteuerung

6890 N

Methoden und Sequenzen

Analytische Methoden

Analytische Sequenzen

Verwandte Themen

Geräteautomatisierung

Fluss- und Drucksteuerung

Der automatische Flüssigprobengeber

Der Säulenofen

Signalverarbeitung

Ventilsteuerung

Einlässe

Grundlagen zu Einlasssystemen

Der Split/Splitless-Einlass

Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen

Der Cool-On-Column-Einlass

Das temperaturprogrammierbare Einlasssystem (PTV)

Das Volatiles Interface (Gasinterface)

Einlasssysteme ohne EPC

Das Pneumatik-Steuer (Control)-Modul

Detektoren

- Der Einsatz von Detektoren
- Der Flammenionisations-Detektor
- Der Wärmeleitfähigkeits-Detektor
- Der Stickstoff-Phosphor-Detektor
- Der Elektroneneinfang-Detektor
- Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)

Wartung

Allgemeine Wartungshinweise
- Sicherungen und Batterien
- Instandhaltungsmaßnahmen

Austauschen von Ofen-Hardware und Säulen
- Installation von Säulen und Filtern
- Verwendung des Ofeneinsatzes für schnelle Chromatographie

Austauschen der Einlass-Hardware
- Der Split/Splitless-Einlass
- Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen
- Der Cool-On-Column-Einlass
- Das temperaturprogrammierbare Einlasssystem (PTV)
- Das Volatiles Interface (Gasinterface)
- Das Pneumatik-Steuer (Control)-Modul

Austauschen der Detektor-Hardware
- Der Flammenionisations-Detektor
- Der Wärmeleitfähigkeits-Detektor
- Der Stickstoff-Phosphor-Detektor
- Der Elektroneneinfang-Detektor
- Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)

Elektronische Drucksteuerung
- Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zum Auswechseln einer Fritte in der Zusatzversorgung
- Beibehalten der EPC-Kalibrierung
- Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Nullpunkteinstellung von Fluss- und Drucksensoren

Messen von Flussraten
- Bestimmung der Flussraten mit dem Blasen-Flussmeter
- Wo Flüsse gemessen werden
- Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Flussratenbestimmung mit einem Blasen-Flussmeter
- Auslegung der Flussmessung

Vorbereitung der Geräte und des Arbeitsumfeldes

Vorbereitende Arbeiten

Installation

Anfertigen von SWAGELOK-Verbindungen

Fehlerbehebung

Probleme mit Fluss und Druck

Beibehalten der EPC-Kalibrierung
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Nullpunkteinstellung von Fluss- und Drucksensoren
Bestimmung der Flussraten
Auslegung der Flussmessung
Ein Gas erreicht seinen Fluss- oder Drucksollwert nicht
Ein Gas überschreitet seinen Fluss- oder Drucksollwert
Der Einlassdruck oder -fluss schwankt
Der gemessene Fluss entspricht nicht dem dargestellten Fluss

Probleme mit den Signalen

Testplot

Probleme mit der Methode

Methodenunverträglichkeit (Method Mismatch)

Probleme mit dem Einlass

Split-/Splitless-Einlass

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung
Anleitung: Lecktest an einem EPC-Split/Splitless-Einlasssystem
Anleitung: Lecktest an einem Nicht-EPC-Split/Splitless-Einlasssystem
Anleitung: Beseitigung von Lecks

Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen

Anleitung: Lecktest der Gasversorgung
Anleitung: Lecktest an einem EPC-Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen
Anleitung: Lecktest an einem Nicht-EPC-Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen
Anleitung: Beseitigung von Lecks
Anleitung: Reinigung des Einlasssystems

Cool-On-Column-Einlass

Probleme mit dem Cool-On-Column-Einlassssystem
Der Einlass kühlt sehr langsam
Der Einlass erreicht die eingestellte Solltemperatur nicht
Die Spritzennadel verbiegt sich während der Probenaufgabe
Anleitung: Lecktest an einem Cool-On-Column-Einlasssystem
Anleitung: Beseitigung von Lecks

Temperaturprogrammierbares Einlasssystem

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung
Anleitung: Lecktest des PTV-Einlasses
Beseitigung von Lecks

Volatiles Interface (Gasinterface)

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung
Anleitung: Lecktest am System
Anleitung: Vorbereitung des Einlasssystems zum Lecktest
Anleitung: Beseitigung von Lecks

Pneumatik-Steuermodul

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung

Probleme mit dem Detektor

Flammenionisations-Detektor

Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert
Detektorabschaltung
Testbedingungen und Referenzchromatogramm

Wärmeleitfähigkeits-Detektor

Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert
Beheben von Leistungsfähigkeitsproblemen des WLD
Vorgehensweise: Thermisches Reinigen
Testbedingungen und Referenzchromatogramm

Stickstoff-Phosphor-Detektor
Bedingungen, bei denen der NPD nicht funktioniert
Testbedingungen und Referenzchromatogramm
Elektroneneinfangdetektor
Testbedingungen und Referenzchromatogramm
Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)
Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert
Vorgehensweise: Einsatz des FPD
Probleme mit der Zündung
Dichtigkeitsprüfung (Leakage-Tests)
Testbedingungen und Referenzchromatogramm

Ofen und Säulen

Säulen und Filter

Der Säulenofen

Vollständiges Inhaltsverzeichnis

1. Der Gaschromatograph 6890

Steuerungstabellen 24
Verwendung von Steuerungstabellen 25
Besonderheiten 26
- Steuerung der Gasversorgung 26
- Säulen 27
- Signale 27
- Automatisierung 27
- Methoden und Sequenzen 27
- Ventile 28

Vorgehensweise 28
Informationen zur Instandhaltung 29
- Sicherungen und Batterien 29
- Instandhaltungsmaßnahmen 29

Allgemeine Warnhinweise 31
- An vielen internen Bestandteilen des GC liegen gefährliche Spannungen an 31
- Elektrostatische Aufladungen gefährden die GC-Elektronik 31
- Viele Bestandteile können sehr heiß werden 32

Abschalten des GC 32
- Für eine Woche oder kürzer 32
- Länger als eine Woche 33

2. Tastatur und Display

Das Display 36
Die Statusanzeige 39
Die Tastatur 41
Unmittelbare Betriebstasten [Start], [Stop] und [Prep Run] 42
Funktionstasten 43
Short-Cut-Tasten [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #] 45
- [Temp], [Pres] und [Flow] 45
- [Det Control] 46
- [Ramp #] 47

[Info] 48
[Status] 49
- Die Statustabelle Ready/Not Ready 49
- Die Statustabelle der Sollwerte 50
- Verfahren zur Konfigurierung der Sollwerttabelle 51

Verschiedene Tasten 52
[Time] 52
Verfahren zur Einstellung von Zeit und Datum 52
Verfahren zur Verwendung der Stoppuhr 53
Verfahren: Einstellung für [Post Run]. 53
[Run Log] 54
[Options] 55
[Config] 58
Veränderungstasten 59
[Mode/Type] 59
[Clear] 60
[Delete] 60
[.] 61
[–] 61
Speicherung und Automatisierung 61
Standardwerte für die Parameter 63
Verfahren zum Laden der Standardparameter 63

3. Fluss- und Drucksteuerung

Automatische Wasserstoffabschaltung 67
Automatische Säulenabschaltung 68
Ein- und Abschalten der Gasflüsse 68
EPC-gesteuerte Flüsse 68
Nicht EPC-gesteuerte Flüsse 68
Elektronische Pneumatiksteuerung (EPC) 69
Auslegung der Fluss- und Druckwerte 69
Konfigurierung 70
Säulen und Einlässe 71
Konfigurieren der Säule 72
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zum Konfigurieren einer Kapillarsäule 73
Zusätzliche Anmerkungen zur Säulen-Konfigurierung 74
Konfigurierung des Trägergases 75
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Konfigurierung des Trägergases 75

Auswahl eines Säulenmodus 76
Die Flussmodi 76
Die Druckmodi 76
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Auswahl eines Säulenmodus 77
Eingabe des Anfangsflusses bzw. -druckes oder der durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit 77
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. -druck oder der durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit 79
Eingabe eines Fluss- oder Druckprogramms (optional) 80
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Programmierung des Säulenvordruckes oder -flusses 81
Eingabe der übrigen Einlassparameter 82
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Einstellung der übrigen Einlassparameter 83
Detektoren 85
Gaskonfigurierung 88
Makeup-Gas 88
Zusatzversorgungen 89
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zum Auswechseln einer Fritte in der Zusatzvesorgung 92
Beibehalten der EPC-Kalibrierung 93
Flusssensoren 93
Drucksensoren 93
Nullabgleich 93
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Nullpunkteinstellung von Fluss- und Drucksensoren 95
Nicht-EPC-Steuerung 96
Einlässe 96
Septenspülungs 96
Bestimmung der Flussraten 97
Bestimmung der Flussraten mit dem Blasen-Flussmeter 97
Wo Flüsse gemessen werden 98
Adapter für Flussmessungen 98
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Flussratenbestimmung mit einem Blasen-Flussmeter 99
Auslegung der Flussmessung 100

Fluss- und Druckprobleme 102
Ein Gas erreicht seinen Fluss- oder Drucksollwert nicht 102
Ein Gas überschreitet seinen Fluss- oder Drucksollwert 103
Der Einlassdruck oder -fluss schwankt 103
Der gemessene Fluss entspricht nicht dem dargestellten Fluss 104

4. Der Säulenofen

Funktionalität des Ofens 107
Ofensicherheit 108
Konfigurierung des Ofens 109
Verfahren zum Einstellen eines isothermischen Laufes 110
Durchführen eines Laufes mit Temperatur-Programmierung 111
Sollwerte für Ofentemperatur-Programme 112
Raten für Ofentemperaturstufen 112
Verfahren zur Programmierung einer einzelnen Rampe 113
Verfahren zur Programmierung mehrerer Rampen in einem Lauf 114
Schnelle Chromatographie 115
Ofen mit Schnellaufheizung 115
Konfigurierung des Ofens 116
Verwendung des Ofeneinsatzes für schnelle Chromatographie 117
Installation des Ofeneinsatzes 118
Entfernen des Einsatzes 119
Kryobetrieb 120
Sollwerte für die Kryosteuerung 120

5. Säulen und Filter

Kapillarsäulen 124
Säulenaufhängung 124
Verfahren zur Vorbereitung von Kapillarsäulen 125
Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in Split/Splitless-Injektoren 127
Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in Cool-On-Column-Injektoren 130
Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in gespülte Gepacktsäulen-Einlässe 131
Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den PTV-Einlass und das Volatiles Interface 134
Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in NPD und FID 134
Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den WLD 138
Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den μ-ECD 139

Installation von Kapillarsäulen im FPD 142
Dichtungen für Kapillarsäulen 145
Graphit- und Graphit-Vespel-Dichtungen 145
Vespel-Dichtungen 145
Gepackte Metallsäulen 146
Überblick über die Installation von gepackten Metallsäulen 146
Verschraubungen 147
Vorbereiten von gepackten Metallsäulen 149
Verfahren zum Einbau von Teflonleitung als Spacer 150
Verfahren zur Installation von Dichtungen an eine Metallsäule 152
Verfahren zur Installation eines Adapters in einem Detektoranschluss 153
Verfahren zur Installation von gepackten Metallsäulen 154
Dichtungen für gepackte Metallsäulen 155
Gepackte Glassäulen 157
Überblick über die Installation von gepackten Glassäulen 157
Verfahren zur Installation von gepackten Glassäulen 159
Dichtungen und O-Ringe für gepackte Glassäulen 161
Konditionieren von Säulen 162
Durchführung von ersten Konditionierungsschritten für die Säule 162
Verfahren zur Konditionierung von Kapillarsäulen 163
Verfahren zur Konditionierung von gepackten Säulen 164
Konditionieren von chemischen Filtern 165
Kalibrieren der Kapillarsäule (optional) 166
Arten der Kalibrierung 166
Verfahren zur Säulenkalibrierung 167
Verfahren zur Bestimmung der tatsächlichen Säulenlänge und des Durchmessers über die Totzeit 167
Verfahren zur Bestimmung der tatsächlichen Säulenlänge und des Säulendurchmessers anhand der gemessenen Flussrate 169
Verfahren zur Ermittlung der tatsächlichen Säulenlänge und des Durchmessers 171

6. Signalverarbeitung

Verwenden der Signalsteuerungstabellen 175
Signal Type 175
Value (Wert) 175
Einstellungen für den Analogausgang – Nullpunkt, Bereich und Abschwächung 179

Analognull 179
Verfahren zur Nullpunkteinstellung des Signalausganges 179
Bereich – nur für Analogausgänge 180
Abschwächung – nur für Analogausgänge 182
Datenübertragungsraten 182
Verfahren zur Auswahl von Fast Peaks 182
Digitale Datenverarbeitung 183
Digitalnull 183
Verschiebungen der Basislinie 183
Cerity/ChemStation 185
Säulenkompensation 186
Verfahren zum Erstellen eines Säulenkompensationsprofils 188
Verfahren zur Durchführung eines Analysenlaufes mit Säulenkompensation 188
Verfahren zur Ausgabe eines gespeicherten Säulenkompensationsprofils 190
Testplot 190

7. Geräteautomatisierung

Ausführen von Ereignissen in einem Lauf 193
Programmierung der Laufzeit 193
Verwenden der Laufzeitevents 194
Verfahren zur Programmierung von Laufzeitevents 194
Die Ereignistabelle 196
Verfahren zum Einfügen von Ereignissen in die Tabelle 196
Verfahren zum Bearbeiten einer Ereignistabelle 197
Verfahren zum Löschen von Einträgen aus einer Ereignistabelle 197
Zeitprogrammierung 198
Verwenden von zeitabhängigen Ereignissen 199
Verfahren zur Programmierung von zeitabhängigen Ereignissen 199
Verfahren zum Einfügen von Einträgen in die Zeittabelle 202
Verfahren zum Bearbeiten von zeitabhängigen Ereignissen 202
Verfahren zum Löschen von Einträgen aus einer Zeittabelle 203

8. Analytische Methoden

Was ist eine Methode? 205
Was man damit machen kann 205
Erstellen einer Methode 206
Verfahren zum Speichern einer Methode 207

Verfahren zum Laden einer gespeicherten Methode 208
Verfahren zum Laden der Standardmethode 209
Methodenunverträglichkeit (Method Mismatch) 209
Benutzerdefinierte Veränderungen der Konfigurierung 209
Veränderungen der Hardware-Konfigurierung 210
Verfahren zum Ändern einer gespeicherten Methode 210
Verfahren zum Löschen einer gespeicherten Methode 211
Methodenauflistung 211

9. Der automatische Flüssigprobengeber

Die Steuerungstabelle für den Injektor 215
Verfahren zum Aufrufen der Injektoreinstellungen 216
Konfigurieren des Probengebers 216
Verfahren zum Konfigurieren eines Injektors mit Karussell für acht Probengefäße 217
Verfahren zum Konfigurieren eines Injektors mit Karussell für drei Probengefäße 218
Sollwerte für den Probenteller 218
Verfahren zum Aufrufen der Funktionen für den Probenteller 219
Verfahren zum Konfigurieren des Strichcodelesers 219
Speichern der Sollwerte für den Probengeber 220

10. Ventilsteuerung

Die Ventilbox 222
Heizen der Ventile 222
Programmieren der Ventiltemperatur 223
Konfigurieren einer zusätzlichen Temperaturzone (Aux thermal zone) 223
Ventilsteuerung 224
Die Ventiltreiber 224
Die internen Ventiltreiber 224
Die externen Ventiltreiber 225
Konfigurierung der Ventile 226
Verfahren zur Konfigurierung eines Ventils 227
Ventilsteuerung 228
Verfahren zur Steuerung von Ventilen über die Tastatur 228
Verfahren zur Steuerung von Ventilen über Ereignis- oder Zeittabellen 228
Beispiel für Ventilsteuerungen 229
Einfaches Ventil – Säulenauswahl 229

Probenaufgabeventil....229
Multipositionsventil zur Gasstromauswahl und Probenaufgabeventil....231

11. Analytische Sequenzen

Was ist eine Sequenz?....235
Was man damit machen kann....235
Definieren einer Sequenz....238
Prioritätssequenz....238
Untersequenzen....239
Postsequenz....239
Verfahren zum Erstellen einer Sequenz....239
Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Probengeber....240
Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Ventile....241
Verfahren zum Einstellen der Postsequenz-Ereignisse....242
Verfahren zum Speichern einer Sequenz....243
Verfahren zum Laden einer gespeicherten Sequenz....244
Verfahren zum Ändern einer gespeicherten Sequenz....245
Verfahren zum Löschen einer Sequenz....245
Sequenzsteuerung....246
Sequenzstatus....246
Verfahren zum Durchführen einer Sequenz....247
Verfahren zum Anhalten und Fortführen einer Sequenz....247
Verfahren zum Stoppen einer Sequenz....248
Abbrechen einer Sequenz....249
Überlegungen zur Verwendung eines Integrators....250

12. Meldungen

Not-Ready-Meldungen....256
Temperature zone not ready (Temperaturzone ist nicht bereit)....259
Pressure and/or flow not ready (Druck und/oder Fluss sind nicht bereit)....260
Detector not ready (Detektor ist nicht bereit)....260
Valve not ready (Ventil ist nicht bereit)....262
Andere Not-Ready-Meldungen....263
Automatische Abschaltungen....265
Warnhinweise....272
Fehlermeldungen....277

13. Grundlagen zu Einlasssystemen

Arten von Einlasssystemen 288
Die Verwendung von Wasserstoff 288
Anleitung: Druckeinheiten: Einstellung von psi, kPa, bar 291
Parametertabelle für Einlass und Säule 292
Die Parametertabelle der Säule 292
Die Parametertabelle der Säule – für spezifizierte Kapillarsäulen 292
Die Parametertabelle der Säule – für gepackte und nicht spezifizierte Kapillarsäulen 295
Was ist der Gasspar-Modus? 297
Anleitung: Verwendung des Gasspar-Modus 298
Pre Run und Prep Run 298
Die [Prep Run]-Taste 299
Anleitung: Automatischer Prep Run 299
Septumspülung 300

14. Der Split/Splitless-Einlass

Die Verwendung des Split/Splitless-Einlasssystems 303
Standard- und Hochdruckausführungen 303
Befestigung des Septums 303
Liner 304
Anleitung: Austausch des Liners 304
Die Gasführung im Split-Modus 306
Die Parametertabelle – Split-Modus 307
Anleitung: Verwendung des Split-Modus mit definierter Säule 307
Anleitung: Verwendung des Split-Modus bei nicht definierter Säule 308
Gasführung im Splitless-Modus 309
Die Parametertabelle – Splitless-Modus 310
Betriebsparameter 311
Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus mit definierter Säule 312
Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus mit nicht definierter Säule 313
Split-Druckstoß- und Splitless-Druckstoß-Modus 313
Die Parametertabelle – Split-Druckstoß-Modus 314
Anleitung: Verwendung des Split-Druckstoß-Modus 315
Die Parametertabelle – Splitless-Druckstoß-Modus 316
Anleitung: Verwendung des Splitless-Druckstoß-Modus 317

Wartung eines Split/Splitless-Einlasssystems 319
Austausch des Septums 320
Anleitung: Austausch des Septums 320
Austausch des O-Ringes 323
Anleitung: Austausch des O-Rings 324
Austausch der Basisdichtung im Einlasssystem 326
Anleitung: Austausch der Basisdichtung 326
Ersetzen der Filterkartusche für den Splitausgangsfilter 328
Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung 329
Anleitung: Lecktest an einem EPC-Split/Splitless-Einlasssystem 330
Anleitung: Lecktest an einem Nicht-EPC-Split/Splitless-Einlasssystem 332
Anleitung: Beseitigung von Lecks 334
Anleitung: Reinigung des Einlasssystemsss 335

15. Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen

Verwendung eines Einlasses mit Septumspülung für gepackte Säulen 337
Liner und Glaseinsätze 338
Anleitung: Installation von Linern 339
Anleitung: Installation von Glaseinsätzen 341
Parametertabelle 344
Gepackte oder nicht definierte Säulen 344
Definierte Kapillarsäulen 344
Anleitung: Verwendung von gepackten und nicht definierten Kapillarsäulen 345
Anleitung: Verwendung von definierten Kapillarsäulen 345
Wartung eines Einlasssystems mit Septumspülung für gepackte Säulen 346
Anleitung: Austausch des Septums 347
Anleitung: Austausch des O-Rings 350
Anleitung: Lecktest der Gasversorgung 352
Anleitung: Lecktest an einem EPC-Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 353
Anleitung: Lecktest an einem Nicht-EPC-Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 355
Anleitung: Beseitigung von Lecks 357
Anleitung: Reinigung des Einlasssystems 358

16. Der Cool-On-Column-Einlass

Die Verwendung des Cool-On-Column-Einlasssystems 362
Hardware 362
Automatische oder manuelle Injektion mit Septumhalterung 365
Septumhalterungen 365
Septen 366
Manuelle Probenaufgabe mit gekühlter Nadelführung und Lippendichtung (Duckbill Septum) 366
Anleitung: Austausch der Septumhalterung oder der gekühlten Nadelführung und des Septums 367
Anleitung: Installation des Einsatzes 368
Anleitung: Überprüfung des Größenverhältnisses Nadel zu Säule 369
Anleitung: Manuelle Probenaufgabe mit Septumhalterung 369
Anleitung: Manuelle Probenaufgabe mit gekühlter Nadelführung 370
Unbelegte Vorsäule (Retention Gap) 371
Temperatur im Einlass 372
Schnellabkühlung (CryoBlast, optional) 372
Ofennachführung (Track oven mode) 372
Temperaturprogrammierung 372
Betrachtungen zum Tieftemperaturbetrieb 373
Einstellbereiche 373
Anleitung: Programmierung der Temperatur 373
Anleitung: Arbeiten mit dem On-Column-Einlasssystem 374
Wartung eines Cool-On-Column-Einlasssystems 376
Probleme mit dem Cool-On-Column-Einlass 377
Der Einlass kühlt sehr langsam 377
Der Einlass erreicht die eingestellte Solltemperatur nicht 377
Die Spritzennadel verbiegt sich während der Probenaufgabe 378
Anleitung: Austausch der Quarz-Spritzennadel 378
Anleitung: Einbau einer Quarznadel 379
Austausch des Septums 380
Anleitung: Austausch des Septums 381
Anleitung: Reinigung des Einlasssystems 383
Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung 386
Anleitung: Lecktest an einem Cool-On-Column-Einlasssystem 387
Anleitung: Beseitigung von Lecks 388

17. Das temperaturprogrammierbare Einlasssystem (PTV)

Einführung in das PTV von Agilent 392
Betriebsarten 392
Systemanforderungen 393
Systemkomponenten 393
Injektorköpfe 394
Aufheizen des Einlasssystems 395
Weitere Temperatursteigerungen 396
Kühlen des Einlasssystems 397
Einstellung des PTV 397
Abschaltverhalten 399
Die Verwendung der Split-Modi 400
Flussdiagramm 400
Temperaturbetrachtungen 401
Kaltaufgabe im Split-Modus 401
Hochtemperaturaufgabe im Splitbetrieb 401
Parametertabelle – Split-Modus 402
Anleitung: Verwendung des Split-Modus mit definierter Säule 402
Anleitung: Verwendung des Split-Modus mit nicht definierter Säule 403
Druckstoß-Modi 404
Die Parametertabelle – Druckstoß-Split-Modus 405
Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Split-Modus mit definierter Säule 406
Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Split-Modus mit nicht definierter Säule .. 407
Verwendung des Splitless-Modus 409
Flussdiagramme 409
Temperaturbetrachtungen 413
Kaltaufgabe im Splitless-Modus 413
Heißaufgabe im Splitless-Modus 413
Parametertabelle – Splitless-Modus 414
Anfangswerte 414
Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus mit definierter Säule 415
Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus bei nicht definierter Säule 416
Druckstoß-Splitless-Modus 417
Parametertabelle – Druckstoß-Splitless-Modus 417
Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Split-Modus mit definierter Säule 418
Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Splitless-Modus mit nicht definierter Säule 419

Verwendung des Lösungsmittelentfernungsmodus (Solvent Vent Mode) 421
Flussdiagramme 421
Betrachtungen zur Temperatur, zum Druck und zum Fluss 423
Betriebsablauf 424
Zeitablaufdiagramm 426
Wann beginnt die Analyse (Start Run)? 427
Parametertabelle – Solvent Vent-Modus 427
Anleitung: Verwendung des Solvent Vent-Modus mit definierter Säule 429
Anleitung: Verwendung des Solvent Vent-Modus mit nicht definierter Säule 430
Injektion großer Volumina 431
Anforderungen an die ChemStation 431
Berechnete Werte 433
Mögliche Feinabstimmungen 437
Wartung eines PTV 440
Einlassadapter 440
Anleitung: Austausch des Einlassadapters 440
Anleitung: Einbau von Säulen 441
Der septumfreie Kopf 442
Anleitung: Entfernen des septumfreien Kopfes 442
Anleitung: Reinigen des septumfreien Kopfes 443
Anleitung: Austausch des Teflon-Ferruls 445
Der Septumkopf 446
Anleitung: Enfernung des Septumkopfes 446
Anleitung: Austausch des Septums 447
Glasliner 448
Anleitung: Austausch des Liners 449
Ersetzen der Filterkartusche des Splitausgangsfilters 451
Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung 452
Anleitung: Lecktest des PTV-Einlasses 453
Beseitigung von Lecks 456
Potentielle Punkte für Lecks 456
Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile 457

18. Das Volatiles Interface (Gasinterface)

Die Verwendung des Volatiles Interface 460
Split-Modus 461
Zum Verständnis der Gasführung 462
Verwendung der Parametertabelle 462

Einstellwerte....464
Splitverhältnis....465
Anleitung: Betrieb im Split-Modus mit definierter Säule....466
Anleitung: Betrieb im Split-Modus ohne definierte Säule....467
Splitless-Modus....468
Zum Verständnis der Gasführung....468
Verwendung der Parametertabelle....469
Einstellwerte....472
Anleitung: Betrieb im Splitless-Modus....472
Direkt-Modus....474
Zum Verständnis der Gasführung....474
Vorbereitung des Einlassinterface zum direkten Probenauftrag....476
Anleitung: Entfernen der Splitleitung....476
Anleitung: Konfiguration zur Direktinjektion....479
Verwendung der Parametertabelle....479
Betriebsparameter....481
Anleitung: Betrieb im Direkt-Modus....481
Wartung eines Volatiles Interface....483
Anleitung: Installation von Säulen....484
Anleitung: Austausch oder Reinigung des Interface....489
Ersetzen der Kartusche des Splitausgangsfilters....492
Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung....493
Anleitung: Lecktest am System....493
Anleitung: Vorbereitung des Einlasssystems zum Lecktest....495
Anleitung: Beseitigung von Lecks....496
Anschluss an einen externen Gas-Probengeber....498
Anleitung: Anschluss eines 7694 Headspace-Probengebers....498
Anleitung: Anschluss eines 7695 Purge and Trap-Konzentrators....501

19. Einlasssysteme ohne EPC

Gepackte Säule mit Septumspülung....507
Split/Splitless-Einlass – Split-Modus....507
Split/Splitless-Einlass – Splitless-Modus....507
Konfiguration....508
Anleitung: Konfiguration eines Einlasssystems ohne EPC....508
Parametertabelle Inlet....509
Parametertabelle Column....510

Anleitung: Einstellen des Trägergasflusses für den Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 510
Anleitung: Einstellen der Flüsse für den Einlass im Split-Modus 511
Anleitung: Einstellen des Trägergas- und Septumspülflusses für den Einlass im Splitless-Modus 513

20. Das Pneumatik-Steuer (Control)-Modul

Einsatz eines Pneumatik-Control-Moduls 516
Betrieb mit PCM 518
    Mit einem Inlet 518
    Mit einem Ventil oder einem anderen Gerät 519
Parametertabellen 519
    Gepackte oder nicht definierte Säulen 519
    Spezifizierte Kapillarsäulen 520
Vorgehen: Einsatz von gepackten Säulen und nicht definierten Kapillarsäulen 520
Vorgehen: Einsatz von definierten Kapillarsäulen 521
Wartung eines PCM 521
Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung 521
    Benötigte Materialien: 522

21. Der Einsatz von Detektoren

Die Verwendung von Wasserstoff 524
Vorgehensweise: Erstellen der Tabelle für die Detektorsteuerung 525
Makeup-Gasfluss 528
    Makeup-Gas 528
    Vorgehensweise: Definieren des Makeup-Gases 529
    Vorgehensweise: Wechsel der Makeup-Gas-Modi 529
Maximale Flussraten 530
[Det Control] Abgekürztes Verfahren 531

22. Der Flammenionisations-Detektor

Allgemeine Informationen 534
FID-Pneumatik 534
Besondere Hinweise 535
    Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert: 535
    Detektorabschaltung 535

Düsen 535
Automatische Neuzündung (Reignition) – Lit-Verschiebung (Offset) 536
Vorgehensweise: Verändern des Sollwertes für automatisches Wiederanzünden der Flamme 537
Elektrometer 537
Datenraten 537
Vorgehensweise: Verwendung schneller Peaks 537
Arbeiten mit dem FID 539
Gasdrücke 540
Arbeiten mit EPC 541
Vorgehensweise: Verwendung des FID 542
Testbedingungen und Referenzchromatogramm 544
FID-Testbedingungen 544
Typisches FID-Referenzchromatogramm 546
Wartung eines Flammenionisations-Detektors 547
Beheben von FID-Geräteproblemen 548
Austausch oder Reinigung der Düse 548
Vorgehensweise: Ausbau und Begutachtung der Düse 549
Vorgehensweise: Reinigung der Düse 551
Vorgehensweise: Installation der Düse 552
Reinigung des Kollektors 554
Vorgehensweise: Ausbau des Kollektors 554
Vorgehensweise: Reinigung des Kollektors 556
Vorgehensweise: Wiederzusammenbau des Detektors 557
Vorgehensweise: Ersetzen des FID-Zünddrahtes (Ignition Wire) 558
Das Nickel-Katalysator-Rohr (Nickel Catalyst Tube) 562
Gasflüsse 562
Temperatur 563
Den Katalysator neu packen 563

23. Der Wärmeleitfähigkeits-Detektor

Allgemeine Informationen 569
WLD-Pneumatik 571
Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert 571
Filamentpassivierung 572
Träger-, Referenz- und Makeup-Gas 572
Negative Polarität 573

Wasserstoffanalyse....573
Arbeiten mit dem WLD 575
Gasdrücke....576
Arbeiten mit dem WLD 577
Vorgehensweise: Die Verwendung des WLD 578
Testbedingungen und Referenzchromatogramm 580
WLD-Testbedingungen....580
Typisches WLD-Referenzchromatogramm 582
Wartung eines Wärmeleitfähigkeits-Detektors 583
Beheben von Leistungsfähigkeitsproblemen des WLD 583
Vorgehensweise: Thermisches Reinigen 583

24. Der Stickstoff-Phosphor-Detektor

Allgemeine Information 587
Erfordernisse für die Software 587
NPD-Pneumatik 588
Bedingungen, bei denen der NPD nicht funktioniert....588
Gasreinheit 589
Die Perle 589
Adjust Offset....589
Adjust Offset abbrechen 591
Detektor ausschalten....591
Einstellung des Adjust Offset über die zeitgeschaltete Tabelle....591
Equilibrierzeit....592
Vorgehensweise: Ändern der Equilibrierzeit 592
Wasserstoff während des Lösungsmittelpeaks ausschalten 592
Ausschalten des Wasserstoffs zwischen zwei Läufen....593
Perlenspannung (Bead Voltage)....593
Wie Sie die Lebensdauer der Perle erhöhen....593
Temperaturprogrammierung 594
Elektrometer....594
Datenraten 594
Vorgehensweise: Einstellung der Datenrate für den NPD 595
Düsen und Kollektoren....595

Arbeiten mit dem NPD 597
Gasdrücke 598
Betrieb mit EPC 599
Vorgehensweise: Verwendung des NPD 600
Testbedingungen und Referenzchromatogramm 602
NPD-Testbedingungen 602
Typisches NPD-Referenzchromatogramm 604
Wartung eines Stickstoff-Phosphor-Detektors 605
Detaillierte Darstellung des NPDs 605
Behebung von NPD-Geräteproblemen 606
Vorgehensweise: Austausch der Perleneinheit 609
Vorgehensweise: Reinigung des Detektors und des Kollektors, sowie Austausch der Isolatoren und Ringe 614
Austausch oder Reinigung der Düse 621
Vorgehensweise: Ausbau und Begutachtung der Düse 622
Vorgehensweise: Reinigung der Düse 624
Vorgehensweise: Austausch der Düse und Zusammenbau des Detektors 625

25. Der Elektroneneinfang-Detektor

Vorschriften und Sicherheitsinformationen 627
Das 63Ni-Isotop 628
ECD-Lizenzen 628
Spezifische Lizenz (Specific License) 628
Allgemeine Lizenz (General License) 629
µ-ECD-Warnungen 630
Sicherheits- und Vorsichtsmaßnahmen beim Umgang mit den µ-ECDs 631
Allgemeine Informationen 632
Linearität 632
Detektorgas 633
Temperatur 633
Elektrometer 633
Arbeiten mit dem µ-ECD 634
Vorgehensweise: Arbeiten mit µ-ECD 635
Testbedingungen und Referenzchromatogramm 637
µ-ECD-Testbedingungen 637
Typisches µ-ECD-Referenzchromatogramm 639

Wartung des Detektors 640
Behebung von Leistungsfähigkeitsproblemen 641
Überprüfen auf Undichtigkeit 643
Thermisches Reinigen 645
Durchführung eines Wischtests (Radioaktivitäts-Lecktest) 646

26. Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)

Allgemeine Informationen 649
Linearität 649
Quench-Effekte 650
PMT-Sättigung 651
Optische Filter 651
Liner aus Quarzglas (Fused-Silika Liner) 651
Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert 652
Ausschalten des Detektors (Detector Shutdown) 652
Erfordernisse für die Kompatibilität 652
Der Doppel-Wellenlängen (Dual Wavelength)-FPD 652
Arbeiten mit dem Detektor 654
Detektor-Überlegungen zur Detektor-Temperatur 654
Konfiguration der Heizung 654
Lit Offset 655
Vorgehen: Ändern des Sollwerts für Lit Offset 655
Sequenz zum Zünden der Flamme 656
Zünden der Flamme 657
Elektrometer ein/aus 657
Datenraten des Elektrometers 658
Vorgehensweise: Einsatz schneller Peaks 658
Arbeiten mit dem FPD 658
Vorgehensweise: Einsatz des FPD 661
Testbedingungen und Referenzchromatogramm 663
FPD-Testbedingungen 663
Typisches FPD-Referenzchromatogramm 666
Wartung des Detektors 667
Probleme mit der Zündung 667
Wechsel der Wellenlängen-Filter 668
Dichtigkeitsprüfung (Leakage-Tests) 670
Identifizierung der Teile 671

Reinigen/Ersetzen von Fenstern, Filter und Dichtungen 675
Reinigen/Ersetzen der Düse 676
Ersetzen des Quarzglas-Liners der Transferleitung 678
Ersetzen der Fotovervielfacher-Röhre (Photomultiplier Tube) 681

27. Grundlegende Schritte

Proben 684
Vorbereitung des GC für den Probenlauf 684
Probenlauf – Manuelle Injektion 684
Probenlauf – Injektion mit GC-ALS oder Ventil 685
Methoden 686
Erstellen von Methoden 686
Einstellen der Säulenflussrate oder des Säulendrucks 687
Sequenzen 688
Erstellen von Sequenzen 688
Starten/Stoppen/Unterbrechen einer Sequenz 690
Wartung 691
Auswechseln der Säule 691
Funktionsprüfung für den GC 693

28. Vorbereitende Arbeiten

Temperatur und Luftfeuchtigkeit 697
Anforderungen an die Kühlung 697
    Abführen der Ofenabluft 698
    Abführen von toxischen oder schädlichen Gasen 698
Platzbedarf 699
Elektrische Anforderungen 702
    Erdung 702
    Netzspannung 702
    Ofen mit Schnellaufheizung USA, 240 V 704
    Installationshinweise für Kanada 705
    Konfigurieren des GC zum Anschluss eines MSD 705
Anforderungen an die Gase 705
    Gase für gepackte Säulen 705
    Gase für Kapillarsäulen 706
    Gasreinheit 707
Anschließen der Betriebsgase 709

Rohrleitungen für Träger- und Detektorgaszufuhr 711
Zweistufige Druckminderer 712
Anschluss der Gasleitung an den Druckminderer 712
Filter 712
Anforderungen an die Kryokühlung 714
Wahl eines Kühlmittels 714
Benutzung von Kohlendioxid 715
Benutzung von flüssigem Stickstoff 716
Versorgung mit Druckluft für den Ventilantrieb 718

29. Installation

Schritt 1: Auspacken des GC 725
Schritt 2: Aufstellen des GC-Systems auf dem Labortisch 726
Schritt 3: Einschalten des Gerätes 728
Schritt 4: Anschluss der Rohrleitung an die Gasentnahmestation 730
Schritt 5: Einbau von Filtern in die Gasleitung 731
Schritt 6: Einbau eines SWAGELOK™T-Stückes in die Gasleitung 732
Schritt 7: Anschließen einer Rohrleitung am Einlass 734
Schritt 8: Anschließen einer Rohrleitung am Detektor 735
6890 mit Elektronischer Drucksteuerung (EPC) 735
Schritt 9: Prüfen auf Lecks 737
Schritt 10: Anschließen der Kühlmittelversorgung 738
Anschließen von flüssigem Kohlendioxid 738
Anschließen von flüssigem Stickstoff 739
Schritt 11: Anschließen der Druckluft für die Ventilpneumatik 741
Schritt 12: Einstellen der Vordrücke 743
Schritt 13: Anschluss der Kabel 745
Kabeldiagramme 750
Universal-Analogkabel 750
Remote-Start/Stopp-Kabel 751
Binärcodiertes Dezimalkabel 752
Kabel für externe Statussignale 752
Schritt 14: Konfigurieren des GC 754
Verfahren zum Einrichten einer LAN-Konfiguration 754

30. Anfertigen von SWAGELOK-Verbindungen

©Agilent Technologies 2001

Alle Rechte vorbehalten.
Die Reproduktion, Anpassung oder Übersetzung ist ohne vorherige schriftliche Genehmigung nicht gestattet, es sei denn unter den im Urheberrecht vorgesehenen Bedingungen.

Teile-Nr. G1530-92210

Erste Ausgabe, Juni 2001

Hergestellt in USA

Ersetzt die Handbücher mit der Teile-Nr. G1530-92307, G1530-92447, G1530-92445 und G1530-9267.

HP® ist ein eingetragenes Warenzeichen von Hewlett-Packard Co.

Microsoft® , Windows® und Windows NT® sind eingetragene Warenzeichen von Microsoft Corp.

Sicherheitshinweise

Der 6890 Gaschromatograph entspricht folgenden IEC (International Electrotechnical Commission) Klassifizierungen: Sicherheitsklasse 1, Transient Overvoltage Category II, und Pollution Degree 2.

Dieses Gerät wurde unter Berücksichtigung der bekannten Sicherheitsstandards entwickelt und getestet und ist für den Innenbereich konzipiert. Wenn das Gerät für andere Zwecke und zu anderen Bedingungen als den vom Hersteller vorgeschriebenen verwendet wird, so kann die Sicherheit des Gerätes beeinträchtigt werden. Sollte die Sicherheit des 6890 in irgendeiner Weise beeinträchtigt werden, so trennen Sie das Gerät vom Stromnetz und sichern Sie es gegen unbefugten Zugriff.

Servicearbeiten sollten nur vom qualifizierten Fachpersonal durchgeführt werden. Der Austausch von Teilen oder die nicht authorisierte Modifikation des Gerätes führt zu einem Sicherheitsrisiko. Entfernen Sie das Netzkabel bevor Sie das Gerät öffnen. Der Kunde sollte die Batterie oder die Sicherungen im Gerät nicht selbständig austauschen. Die verwendete Batterie ist wiederverwertbar.

Sicherheitssymbole

Warnungen im Handbuch oder am Gerät müssen jederzeit beim Bedienen, beim Service oder bei der Reparatur des Gerätes beachtet werden. Missachtung dieser Vorsichtsmaßnahmen verletzt die gerätetechnische Sicherheit und den vorgegebenen Verwendungszweck des Gerätes.
Agilent Technologies übernimmt keine Haftung bei Nichteinhaltung dieser Vorsichtsmaßnahmen

WARNUNG

Warnung weist, bei bestimmten Arbeitsschritten und Situationen auf die Gefahr eines Personenschadens hin.

VORSICHT

Vorsicht weist, bei bestimmten Arbeitsschritten und Situationen auf mögliche Beschädigungen oder Zerstörungen des Gerätes oder auf Datenverlust hin.

Siehe Dokumentation

IHeiße Oberfläche

Hochspannung

Erdungsanschluss

Gefahr durch Radioaktivität

Explosionsgefahr

Elektromagnetische Kompatibilität

Dieses Gerät entspricht den Anforderungen der CISPR11. Bei der Bedienung muss Folgendes beachtet werden:

1. Das Gerät darf keine Störsignale hervorrufen.
2. Das Gerät muss Interferenzen jeder Art ausgleichen.

Sollte dieses Gerät Störungen beim Radio- oder Fernsehempfang auslösen (was durch An- und Abschalten des Gerätes festgestellt werden kann), empfehlen wir folgende Maßnahmen zur Abhilfe:

1. Stellen Sie Radio oder Antenne an einen anderen Ort.
2. Entfernen Sie das Gerät aus der Nähe des Radios oder Fernsehers.
3. Benutzen Sie eine andere Steckdose für das Gerät.
4. Vergewissern Sie sich, dass alle Peripheriegeräte zertifiziert sind.
5. Vergewissern Sie sich, dass die Peripheriegeräte mit geeigneten Kabeln angeschlossen sind.
6. Wenden Sie sich an Ihren Händler, Agilent Technologies oder an Fachpersonal, wenn Sie weitere Hilfe brauchen.
7. Jegliche Veränderungen an dem Gerät, die nicht ausdrücklich von Agilent Technologies genehmigt worden sind, könnten zum Verlust der Bedienungsrechte des Gerätes führen.

Bescheinigung zur Geräuschentwicklung für die Bundesrepublik Deutschland

Sound pressure Lp < 65 dB(A)
During normal operation
At the operator position
According to ISO 7779
(Type Test)

When operating the 6890 with cryo valve option, the sound pressure 74.6 dB(A) during cryo valve operation for short burst pulses.

Schallemission

Schalldruckpegel LP < 65 dB(A)
Normaler Betrieb
Am Arbeitsplatz
Nach DIN 45635 T. 19
(Typprüfung)

Bei Betrieb des 6890 mit Cryo Ventil Option treten beim Öffnen des Ventils impulsförmige Schalldrucke Lp bis ca. 74,6 dB(A) auf.

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

1 Der Gaschromatograph 6890

Steuerungstabellen

Verwendung von Steuerungstabellen

Besonderheiten
- Steuerung der Gasversorgung
- Säulen
- Signale
- Automatisierung
- Methoden und Sequenzen
- Ventile

Vorgehensweise

Informationen zur Instandhaltung
- Sicherungen und Batterien
- Instandhaltungsmaßnahmen

Allgemeine Warnhinweise
- An vielen internen Bestandteilen des GC liegen gefährliche Spannungen an
- Elektrostatische Aufladungen gefährden die GC-Elektronik
- Viele Bestandteile können sehr heiß werden

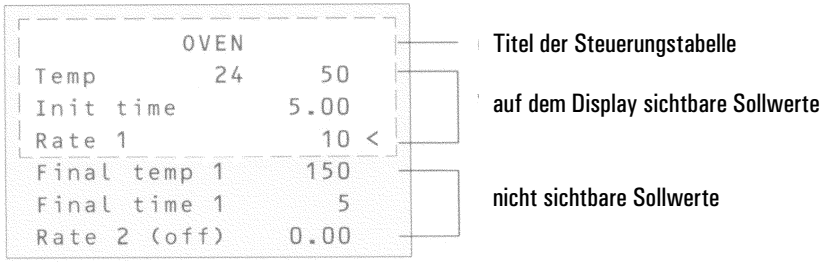
Abschalten des GC
- Für eine Woche oder kürzer
- Länger als eine Woche

Der Gaschromatograph 6890

Im Folgenden wird der Gaschromatograph 6890 nur noch als „GC“ bezeichnet.

Steuerungstabellen

Der GC wird über verschiedene Systemparameter (Temperaturen, Zeiten, Optionen zur Signalauswahl etc.) gesteuert, deren Sollwerte in Steuerungstabellen zusammengefasst werden. Im Folgenden wird eine typische Tabelle zur Ofensteuerung dargestellt:



- Titel der Steuerungstabelle – Diese Zeile kennzeichnet die Tabelle. Sie bleibt auch dann sichtbar, wenn sich der Rest der Tabelle nach oben oder unten verschiebt.
- Auf dem Display sichtbare Sollwerte – Der Bildschirm kann gleichzeitig vier Zeilen darstellen, wovon eine den Titel enthält. Somit lassen sich im Display drei Zeilen mit Sollwerten sowie dem aktuellen Wert in der mit Temp bezeichneten Zeile darstellen.
- Nicht sichtbare Sollwerte – Diese Tabelle enthält sechs Zeilen mit Sollwerten. Die untersten drei können bei Bedarf in das Display geschoben werden.

Installierte Ausstattung

Das Gerät zeigt Steuerungstabellen nur für solche Gerätekomponenten an, die tatsächlich vorhanden sind. Sie können keine Steuerungstabelle für einen Einlass, Detektor oder Ähnliches aufrufen, der nicht installiert ist.

Steuerungstabellen mit vielen Gerätefunktionen wie z.B. [Status] oder [Config] enthalten nur die Elemente, die installiert sind. Daher kann es passieren, dass sich die Beispieldarstellungen in diesem Handbuch von denen auf Ihrem Gerät unterscheiden.

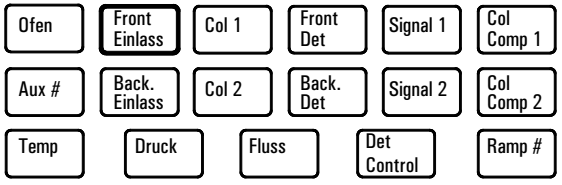
Verwendung von Steuerungstabellen

Allgemein erfolgt die Einstellung der Systemparameter in folgenden Schritten:

1. Drücken Sie eine Taste, um eine Steuerungstabelle aufzurufen. Diese erscheint im Display. In der ersten Zeile befindet sich der Titel, der die Tabelle kennzeichnet.
2. Überprüfen Sie die Sollwerte in der Tabelle (bei langen Tabellen müssen Sie dazu den Bildschirminhalt nach oben bzw. unten verschieben).
3. Geben Sie die gewünschten Sollwerte in die Tabelle ein.
4. Wiederholen Sie diese Schritte mit anderen Tabellen, bis Sie Ihr Gerät wunschgemäß eingestellt haben.
5. Analysieren Sie die Probe.

Der Vorteil einer Tabelle besteht darin, dass sie alle miteinander in Beziehung stehenden Sollwerte vereint. So können diese leicht überprüft und verändert werden, ohne dass für jeden einzelnen Wert bestimmte Tastenfolgen ausgeführt werden müssen.

Betätigen Sie zum Beispiel zur Einstellung des vorderen Einlasses folgende Tasten [Front Inlet]



Die Steuerungstabelle für den Injektortyp, der an vorderer Position installiert ist, erscheint im Display. Abbildung 1 zeigt Steuerungstabellen für drei Einlasssysteme, die alle über die elektronische Pneumatiksteuerung (EPC) steuerbar sind.

Cool on-column-Einlass

```
   FRONT INLET (COC)
Mode:    Track oven
Temp        53     53
Pressure 10.0   10.0 <
```

Purged-Packed-Einlass

```
   FRONT INLET (PP)
Temp        250    250 <
Pressure  10.0   10.0
Total flow         5.0
```

Split/Splitless-Einlass

```
Mode:  Split
Temp        250    250 <
Pressure  10.0   10.0
   FRONT INLET (S/SL)
Split ratio        100
Split flow        76.6
Tot flow  80.4   80.4
Gas saver           On
Saver flow        20.0
Saver time         2.0
```

Anfang der Tabelle: schieben Sie den Bildschirminhalt mit den Bildlauftasten ins Display.

Die Titelzeile wird nicht verschoben. Die Anzeige zeigt drei Tabellenzeilen.

Ende der Tabelle. Schieben Sie sie mit den Bildlauftasten in die Anzeige.

Abbildung 1 Steuerungstabellen für einige Einlasssysteme

Bringen Sie den Cursor (<) mithilfe der Cursortasten (▲ und ▼) in die Zeile, die Sie ändern wollen, tippen Sie den neuen Wert ein und drücken Sie auf [Enter]. Wiederholen Sie diese Schritte, bis die Tabelle Ihren Vorstellungen entspricht.

Die Tabellen hängen vom gewählten Modus und der Gerätekonfiguration ab. Folglich können sich Ihre Tabellen von den hier dargestellten Tabellen leicht unterscheiden.

Besonderheiten

Steuerung der Gasversorgung

Am GC können alle Gasflüsse – für die Einlässe, die Detektoren und die drei Zusatzversorgungen (Auxiliary) – mithilfe der elektronischen Pneumatiksteuerung (EPC) über die Tastatur eingegeben werden. Der EPC ermöglicht die Einstellung der Gasflüsse und -drücke sowie eine Vielzahl von Programmschritten.

Es gibt auch einige Einlässe und Detektoren, die nicht über EPC gesteuert werden. Sie funktionieren auf konventionelle Weise mit Fluss- und Druckreglern und einem gesonderten Flussmessgerät. Über die Tastatur lässt sich dann nur der Ein/Aus-Status ansteuern.

Säulen

Sie können das Verhalten des Trägergases in der Säule steuern, indem Sie einen konstanten Fluss oder einen definierten Flussverlauf bzw. einen konstanten Druck oder einen definierten Druckverlauf vorgeben. Ein über EPC gesteuertes Einlasssystem behält diese Vorgabe selbst bei Temperaturprogrammierung über den gesamten Lauf bei.

Die Einstellungen für die Säule sollten vor den Einstellungen für den Einlass vorgenommen werden!

Signale

Als Signale werden Datenströme bezeichnet, die vom GC zur Weiterverarbeitung an andere Geräte ausgegeben werden. Es gibt eine große Auswahl analoger und digitaler Daten.

Automatisierung

Die Tabelle zur Ablaufsteuerung (Run Time Table) enthält Befehle, die zu einer bestimmten Zeit nach der Injektion ausgeführt werden sollen. Die Tabelle zur Zeitsteuerung (Clock Time Table) enthält Befehle, die zu einer bestimmten Zeit des Tages ausgeführt werden sollen.

Methoden und Sequenzen

Die aktive Methode besteht aus mehreren Steuerungstabellen und Werten, die die aktuellen Geräteparameter für den GC bestimmen. Im Speicher können bis zu fünf Methoden abgelegt werden.

Eine Sequenz ist eine Liste mit Probenpositionen und den zu verwendenden gespeicherten Methoden. Es können bis zu fünf Sequenzen abgelegt werden. Die Probenzufuhr erfolgt entweder über einen Flüssigprobengeber oder ein Probenaufgabeventil. Sequenzen lassen sich unterbrechen, um wichtige Proben vorzuziehen.

Ventile

Mithilfe von Schaltventilen lassen sich verschiedene Arbeitsschritte für die Säulen ausführen. Gasflussventile können entweder manuell oder über die verschiedenen Positionen eines Multipositionsventils geschaltet werden. Bei Einsatz des Multipositionsventils besteht die Möglichkeit, die Probenauswahl und -analyse über eine Sequenz zu steuern.

Vorgehensweise

Der GC wird über verschiedene Steuerungstabellen organisiert, die jeweils eine Gruppe miteinander in Beziehung stehender Sollwerte enthalten. Die Systemparameter werden festlegt, indem man die Tabellen aufruft und die Einträge entsprechend der analytischen Aufgabe festlegt. Es empfiehlt sich, dabei folgendermaßen vorzugehen:

- Der Inhalt vieler Tabellen hängt von der Ausstattung des Gerätes ab. Viele seiner Bestandteile kann der GC selbst detektieren, aber einige Informationen (wie z.B. das verwendete Trägergas) müssen vom Anwender eingegeben werden. Denken Sie immer daran, alle Gerätekomponenten zu konfigurieren (definieren), bevor Sie sie einsetzen.
- Wenn Sie eine Analyse definieren, stellen Sie zuerst das Trägergas, dann die Säulenmodus und schließlich den Einlass ein. Die Einstellung der Detektorparamter kann jederzeit erfolgen.
- Überprüfen Sie routinemäßig über die Taste [Config] die Konfigurierung des Gerätes.
- Über die [Info]-Taste erhalten Sie Informationen zu Grenzwerten, weitere Vorgehensmöglichkeiten und andere Ratschläge.
- Für viele Sollwerte müssen die Einträge aus einer Optionsliste ausgewählt werden. Diese Liste lässt sich über die Taste [Mode/Type] öffnen. Wenn ein Sollwert einen anderen Eintrag als eine Zahl oder [On] bzw. [Off] erfordert, sollten Sie über [Mode/Type] nach einem untergeordneten Menü suchen.

Informationen zur Instandhaltung

Sicherungen und Batterien

Der GC benötigt für den korrekten Betrieb Sicherungen und Batterien. Auf diese sollte nur durch den Agilent Kundendienst zugegriffen werden.

Tabelle 1 Sicherungen und Batterien der Hauptplatine

Kennzeichnung der Sicherung	Grenzwert und Art der Sicherung
F1, F2, F3, F4	8 A, 250 V, IEC 127 Typ F (ohne Zeitverzögerung), Glaskörper
Kennzeichnung der Batterie	**Grenzwert und Art der Batterie**
BT1	3-Volt Lithiumbatterie, Panasonic BR3032

Tabelle 2 Sicherungen auf der AC-Platine

Kennzeichnung der Sicherung	Netzspannung	Grenzwert und Art der Sicherung
F1, F2	120 V	20 A, 250 V, IEC 127 Typ F (ohne Zeitverzögerung), Keramikkörper
F1, F2	200 V - 240 V	15 A, 250 V, IEC Typ F (ohne Zeitverzögerung), Keramikkörper
F3, F4	beliebig	8 A, 250 V, IEC Typ F (ohne Zeitverzögerung), Glaskörper

Instandhaltungsmaßnahmen

Die Häufigkeit, mit der Instandhaltungsmaßnahmen durchzuführen sind, hängt von folgenden Faktoren ab:

- wie häufig der GC verwendet wird,
- von der Art der Proben, die injiziert werden,
- ob die Injektionen manuell oder automatisch erfolgen,
- ob das Gerät für verschiedene Anwendungen eingesetzt wird oder ob es sich nur um eine Anwendung handelt,
- von anderen Umweltfaktoren wie Schmutz, Umgebungstemperatur etc.

Tabelle 3 Instandhaltungsmaßnahmen

Häufigkeit der Instandhaltung	Maßnahmen
täglich	wechseln Sie die Septen, analysieren Sie einen Kalibrierstandard, überprüfen Sie, ob der Liner und die Säulenmuttern dicht sind[1]
wöchentlich	wechseln Sie die verwendeten Liner und O-Ringe aus
monatlich	reinigen Sie den Filter in der Ausströmleitung des Split/Splitless-Einlasses überprüfen Sie die Dichtigkeit der Wasserstoffleitungen. Überprüfen Sie alle Anschlüsse an der Gasversorgung. Überprüfen Sie am GC den Einlass, die Säulenanschlüsse und den Detektor auf Dichtigkeit
vierteljährlich	erneuern Sie die Gaszylinder[2]
halbjährlich	reinigen Sie die Detektoren, führen Sie am ECD einen Wischtest durch
jährlich	rekonditionieren oder ersetzen Sie interne und externe Feuchtigkeits- und Chemikalienfilter

[1] Sehr wichtig für Temperaturprogramme, wenn Vespel- oder Vespel/Graphit-Dichtungen verwendet werden

[2] Bei normalem Verbrauch kann ein Zylinder der Größe A einen Zweikanal-Chromatographen etwa drei Monate lang versorgen. Tauschen Sie den Zylinder aus, wenn der Duck unter 500 psi abfällt.

Allgemeine Warnhinweise

An vielen internen Bestandteilen des GC liegen gefährliche Spannungen an

Wenn der GC an der Spannungsversorgung angeschlossen ist, können auch bei abgeschaltetem Netzschalter an folgenden Teilen gefährliche Spannungen auftreten:

- an der Verkabelung zwischen Stromversorgung des Detektors und dem Netzschalter,
- an der Verkabelung zwischen der Stromversorgung des GC und dem Netzteil, am Netzteil selbst und an der Verkabelung zwischen Netzteil und Netzschalter.

Bei eingeschaltetem Netzschalter können auch an folgenden Teilen gefährliche Spannungen auftreten:

- an allen Platinen im Gerät,
- an den internen Verkabelungen und Stromanschlüssen auf den Platinen.

WARNUNG Alle diese Teile sind mit Abdeckungen abgesichert. Solange die Abdeckungen installiert sind, ist ein zufälliger Kontakt mit den gefährlichen Spannungen sehr unwahrscheinlich. Bei eingeschaltetem Detektor, Einlass oder Ofen sollten Sie die Abdeckungen möglichst nicht entfernen.

Sollte die Isolierung des Netzkabels verschlissen oder beschädigt sein, muss das Netzkabel ausgetauscht werden. Setzen Sie sich mit dem Kundendienstservice von Agilent in Verbindung.

Elektrostatische Aufladungen gefährden die GC-Elektronik

Die gedruckten Leiterplatten (PC) im GC können durch elektrostatische Aufladungen zerstört werden. Berühren Sie diese nur, wenn unbedingt erforderlich. Wenn Sie die Leiterplatten handhaben müssen, sollten Sie sich über einen Handgelenkstreifen erden und andere antistatische Vorkehrungen treffen. Tragen Sie den geerdeten Handgelenkstreifen am besten immer dann, wenn Sie die Abdeckung von der Elektronik entfernen.

Viele Bestandteile können sehr heiß werden

Viele Bestandteile des GC werden bei Temperaturen betrieben, die zu ernsthaften Verbrennungen führen können. Einige dieser Bestandteile sind:

- die Einlässe,
- der Ofen,
- die Detektoren,
- die Säulenmutter, mit der die Säule an den Einlass oder den Detektor angeschlossen ist.

Sie sollten diese Bereiche des GC immer auf Raumtemperatur abkühlen, bevor Sie Arbeiten an den entsprechenden Systemkomponenten durchführen. Das Abkühlen geht schneller, wenn Sie zuerst die Temperatur für die beheizte Zone auf Raumtemperatur einstellen. Schalten Sie die Heizung aus, sobald der Sollwert erreicht ist. Wenn Sie Instandhaltungsmaßnahmen an heißen Systemkomponenten durchführen müssen, sollten Sie einen Schraubenschlüssel verwenden oder Handschuhe tragen. Wenn möglich sollten die Systemkomponenten zur Instandhaltung immer abgekühlt werden.

WARNUNG Seien Sie bei Arbeiten hinter dem Gerät besonders vorsichtig. Während des Abschaltens emittiert der GC heiße Abluft, die zu Verbrennungen führen kann.

Die Isolierungen um die Einlässe, Detektoren und Ventilboxen bestehen wie die GC-Isolierung aus hitzebeständigen Keramikfasern. Um das Einatmen von Faserpartikeln zu vermeiden, sollten Sie folgendermaßen vorgehen: lüften Sie Ihren Arbeitsplatz, tragen Sie langärmelige Kleidung, Handschuhe, Schutzbrille und Atemschutz, lagern Sie die Isolierung in einer verschlossenen Plastiktüte, waschen Sie nach der Handhabung von Isoliermaterial Ihre Hände mit Wasser und Seife.

Abschalten des GC

Für eine Woche oder kürzer

Wenn Sie den GC nicht benutzen, müssen Sie die Stromzufuhr nicht unterbrechen. Jedoch sollten Sie die folgenden Einstellungen vornehmen, um Gas und

Energie einzusparen, wenn Sie den GC einige Tage, maximal eine Woche nicht benutzen:

- Senken Sie Detektor-, Einlass- und Säulentemperatur auf 150–200°C.
- Stellen Sie gefährliche Gase, wie z.B. Sauerstoff und Wasserstoff ab.
- Verringern Sie die Träger- und Makeup-Gas-Flüsse.
- Stellen Sie die Kühlmittel ab.

WARNUNG Stellen Sie immer die brennbaren Gase ab, wenn der GC längere Zeit unbeaufsichtigt ist. Sollte ein Leck entstehen, könnte das Gas Feuer oder eine Explosion verursachen.

Wenn Sie das Gerät bei abgesenkter Temperatur und reduzierten Träger- und Makeup-Gasflüssen laufen lassen, vermeiden Sie, dass Verunreinigungen in Säule, Einlass und Detektor entstehen.

Länger als eine Woche

1. Stellen Sie alle beheizten Zonen auf Raumtemperatur und stellen Sie die Detekorgase ab. Lassen Sie jedoch die Trägergase an.
2. Wenn der GC abgekühlt ist, stellen Sie auch die Trägergase ab.
3. Stellen Sie alle Gas- und Kühlmittel direkt an den Behältern ab.
4. Entfernen Sie die Säule und verschließen Sie das Säulenende, um Verunreinigungen zu verhindern. Lagern Sie die Säule an einem trockenen Ort.
5. Um Verunreinigungen zu vermeiden, verschließen Sie Einlass- und Detektor-Enden der Säule.
6. Wenn Sie Gasanschlüsse vom GC entfernen, verschließen Sie auch die Gasanschlüsse an der Rückseite des GC und am Einlass.
7. Wenn gewünscht, können Sie auch die Filterkartusche für das Splitventil ersetzen (wenn vorhanden).

2 Tastatur und Display

Das Display

Die Statusanzeige

Die Tastatur

Unmittelbare Betriebstasten [Start], [Stop] und [Prep Run]

Funktionstasten

Short-Cut-Tasten [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]
[Temp], [Pres] und [Flow]
[Det Control]
[Ramp #]

[Info]

[Status]
Die Statustabelle Ready/Not Ready
Die Statustabelle der Sollwerte
Verfahren zur Konfigurierung der Sollwerttabelle

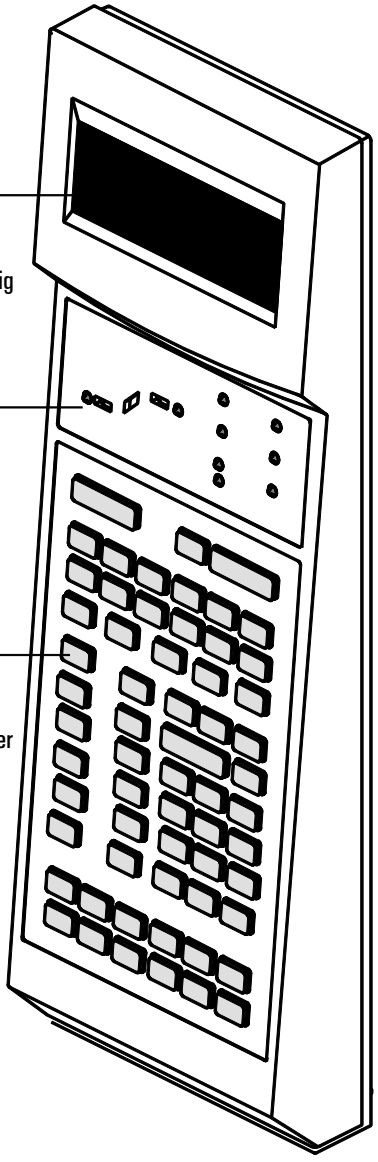
Verschiedene Tasten
[Time]
Verfahren zur Einstellung von Zeit und Datum
Verfahren zur Verwendung der Stoppuhr
Verfahren: Einstellung für [Post Run]
[Run Log]
[Options]
[Config]

Veränderungstasten
[Mode/Type]
[Clear]
[Delete]
[.]
[–]

Speicherung und Automatisierung

Standardwerte für die Parameter
Verfahren zum Laden der Standardparameter

Tastatur und Display



Display
Der Titel und drei Zeilen einer Steuerungstabelle sind gleichzeitig sichtbar.

Statusanzeige
Blinkende oder feste LEDs liefern Informationen über den aktuellen Zustand des Gerätes.

Bedienfeld
Drücken Sie eine Taste, um eine Steuerungstabelle aufzurufen oder Sollwerte einzugeben.

Abbildung 2 Die GC-Steuerung

Das Display

Betrachten Sie das Display als Fenster, durch welches Sie die Steuerungstabellen ansehen können. Die oberste Zeile ist der Titel der Tabelle, in den anderen Zeilen finden Sie deren Inhalt. Wenn die Tabelle aus mehr als drei Zeilen besteht, können Sie über die Bildlauftasten zu den weiteren Zeilen gelangen.

Bildlauftasten (▲,▼)

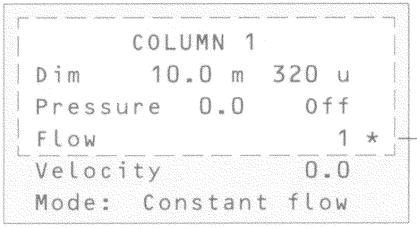
Über die Bildlauftasten lässt sich die Steuerungstabelle im Display nach oben und unten verschieben.

Der Cursor (<)

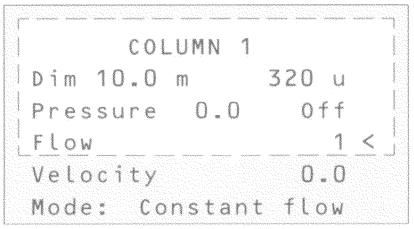
Der Cursor kennzeichnet die Zeile, die gerade bearbeitet wird. Änderungen, die Sie über die Tastatur eingeben, beziehen sich auf die Zeile, in der sich der Cursor befindet.

Sternchen (*)

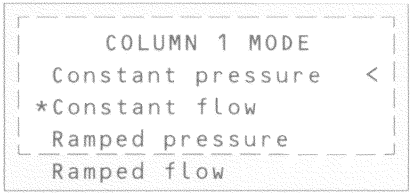
Ein blinkendes Sternchen gilt als Aufforderung, einen Sollwert über die [Enter]-Taste zu bestätigen oder die Eingabe über die [Clear]-Taste wieder zu löschen. Vorher ist keine andere Funktion durchführbar.



Das Sternchen auf der linken Seite einer Mode/Type-Tabelle kennzeichnet die aktuelle Auswahl.



Drücken Sie zweimal auf [Mode/Type]



Piepton vom Gerät

Wenn der Gasfluss seinen Sollwert nicht erreichen kann, ertönt eine Reihe von akustischen Signalen. Der Fluss schaltet sich nach einer oder zwei Minuten ab.

Wenn der Wasserstofffluss unterbrochen oder das Gerät wegen Überhitzung abgeschaltet wird, ertönt ein langer Piepton. Der Piepton lässt sich über die [Clear]-Taste abbrechen.

Alle anderen Arten von Fehlern, Warnungen oder Abschaltungen gehen mit einem einzelnen Piepton einher.

Blinkender Sollwert

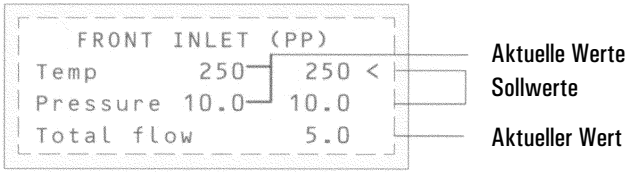
Wenn der Gasfluss, das Multipositionsventil oder der Ofen durch das System abgeschaltet wird, beginnt das Wort Off in der entsprechenden Zeile zu blinken. So können Sie schnell erkennen, wo ein Problem aufgetreten ist.

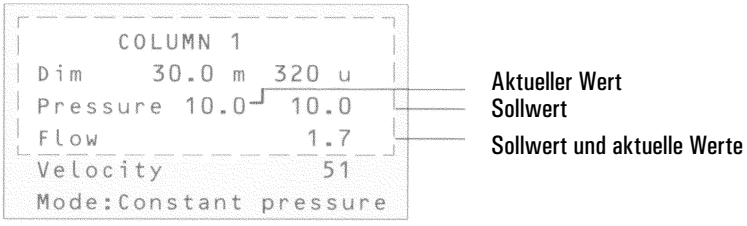
Die Detektorzeile On/Off beginnt zu blinken, wenn es zu einer Abschaltung der Pneumatik oder einem Fehler in einem anderen Teil des Detektors, wie z.B. dem WLD-Filament, gekommen ist.

Aktuelle Werte und Sollwerte

Wenn sich in einer Zeile einer Steuerungstabelle zwei Werte befinden, handelt es sich bei dem linken Wert um den aktuellen Wert, während der rechte Wert den Sollwert wiedergibt. Wenn in einer Zeile nur ein Wert steht, handelt es sich dabei je nach Tabelle entweder um den aktuellen Wert oder um den Sollwert. In

einigen Steuerungstabellen, wie z.B. denen für die Säulenparameter, stellt die Zahl ganz rechts sowohl den aktuellen Wert als auch den Sollwert dar.



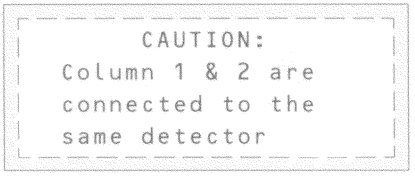


Meldungen

Warnhinweise sollen Sie daran erinnern, dass Ihr Gerät möglicherweise nicht richtig konfiguriert ist. Sie können in folgenden Fällen auftreten:

- wenn [Column 1] und [Column 2] für denselben Injektor bzw. Detektor konfiguriert sind,
- wenn eine Zusatzgasversorgung als Einlass verwendet wird und deren Gasart als Luft konfiguriert wurde. Luft kann nicht als Trägergas verwendet werden.

Warnhinweis:



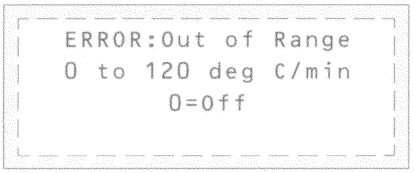
Drücken Sie auf [Clear], um die Meldung zu löschen. Danach können Sie das Gerät neu konfigurieren oder mit der aktuellen Konfigurierung forfahren.

Fehlermeldungen weisen darauf hin, dass:

- der eingegebene Sollwert außerhalb des zulässigen Bereiches liegt oder

- das Gerät nicht mit der nötigen Hardware ausgestattet ist, um den eingegebenen Befehl auszuführen.

Fehlermeldungen:



Drücken Sie auf [Clear], um die Meldung zu löschen.
Danach müssen Sie einen neuen Sollwert eingeben, Hardware verändern oder das Gerät umkonfigurieren, bevor Sie fortfahren können.

Popups erscheinen, wenn es zu einem automatischen Abschalten, einer Fehlfunktion oder einer Warnung kommt. Sie enthalten die Art und Nummer des Fehlers sowie eine kurze Beschreibung. Weitere Informationen dazu finden Sie unter „Warning“.

Popup-Meldung:

Drücken Sie auf [Clear], um die Meldung zu löschen.

Die Statusanzeige

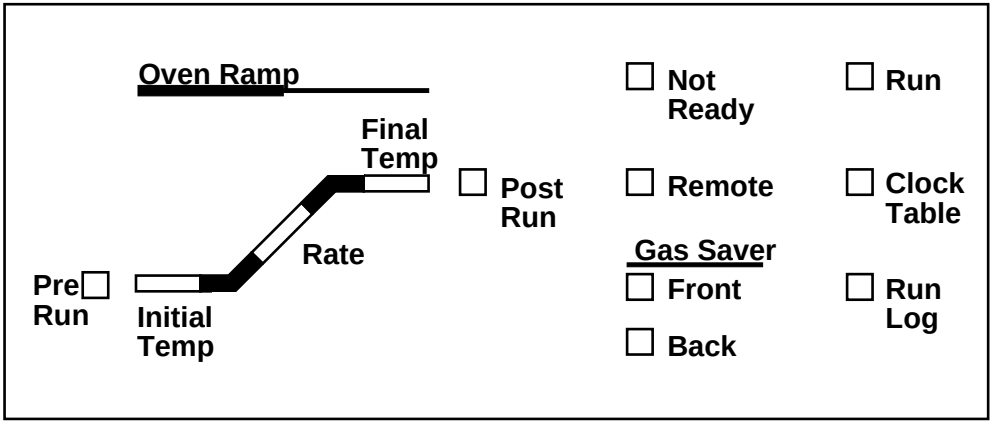


Abbildung 3 Die Statusanzeige

Tabelle 4 Die Display LEDs

LED	Beschreibung
Pre Run	Sie leuchtet auf, wenn sich der GC im *Prerun*-Status (nachdem die [Prep Run]-Taste gedrückt wurde) befindet. Weitere Informationen finden Sie auf Seite 298 .
Oven Ramp LEDs	Sie zeigen den Verlauf des Temperaturprogrammes. Die Rate-LED beginnt zu blinken, wenn der Ofen dem Programm nicht folgen kann.
Post Run	Sie leuchtet, wenn das Gerät Postrun-Schritte durchführt.
Not Ready	Sie leuchtet, wenn der GC noch nicht bereit ist, einen Lauf durchzuführen. Sie blinkt, wenn das Gerät mehr als eine Startbedingung nicht erreicht. Über die [Status]-Taste können Sie prüfen, welche Parameter noch nicht errreicht wurden oder welche Fehlfunktionen aufgetreten sind.
Run	Sie leuchtet, wenn das Gerät einen Chromatographielauf durchführt.
Remote	Sie zeigt an, dass die Kommunikation zu anderen Geräten eingerichtet wurde.
Clock Table	Sie weist darauf hin, dass die Zeittabelle Einträge enthält.
Gas Saver	Sie weist darauf hin, dass der Gasspar-Modus eingeschaltet ist.
Run Log	Sie weist darauf hin, dass sich im Laufzeitprotokoll Einträge befinden. Diese Informationen können dazu verwendet werden, den Standards der Guten Laborpraxis (GLP) gerecht zu werden.

Die Tastatur

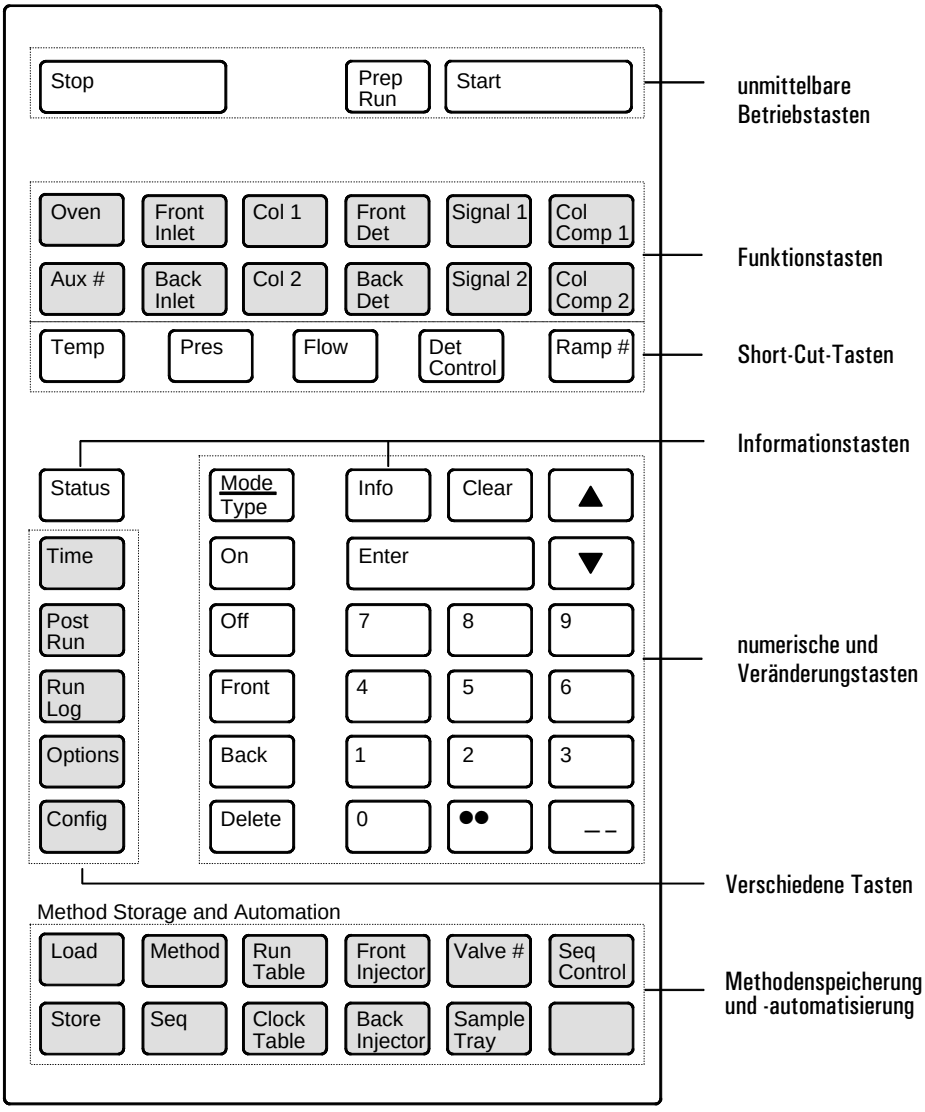


Abbildung 4 Die Tastatur

Unmittelbare Betriebstasten [Start], [Stop] und [Prep Run]

Diese Tasten lösen eine sofortige Reaktion des Gerätes aus.

[Start] und **[Stop]**

starten und beenden jede Art von Lauf. Über [Stop] werden Prerun- und Postrun-Schritte sowie Wiederherstellungsprozesse nach Stromunterbrechungen beendet. Außerden lassen sich darüber lokale Sequenzen abbrechen.

[Prep Run]

Wenn Sie einen oder mehrere der folgenden Funktionen verwenden wollen, müssen Sie die [Prep Run]-Taste betätigen, um das Gerät für den Lauf vorzubereiten:

- Gasspar-Modus – Der Gasspar-Modus wird abgebrochen und der Eingangsfluss auf seinen Sollwert eingestellt.
- Splitless-Injektion – Das Spülventil wird geschlossen.
- Pulsierte Split- oder Splitless-Injektion – Der Eingangsdruck wird auf den Pulsiersollwert eingestellt.
- Injektion mit Lösungsmittelausblendung – Sie stellt den Eingangsdruck und den Splitfluss auf die Sollwerte für die Lösungsmittelausblendung.

Wenn die [Prep Run]-Taste gedrückt wird, schaltet sich die *Pre Run* LED ein. Ein Blinken der LED weist darauf hin, dass das Gerät für den Analysenlauf vorbereitet wird, wobei bestimmte Sollwerte (andere als die, die mit dem Preprun-Prozess verknüpft sind) erreicht werden müssen. Sobald alle Sollwerte erreicht sind, bleibt die LED an und die Preprun-Prozesse laufen ab. Nach einer Equilibrierung von sechs Sekunden ist das Gerät für einen Analysenlauf bereit und das *Not Ready*-Licht schaltet sich ab.

Wenn Sie die [Prep Run]-Taste betätigen, während die *Pre Run* LED blinkt, hört die LED sofort auf zu blinken, ohne dass alle Sollwerte erreicht sind. In diesem Augenblick ist der GC nur bezüglich des Gasspar-Modus, der Position des Spülventils und des Split/Splitless-Injektors bereit für einen Analysenlauf.

Für die meisten automatischen Injektionssysteme ist der Einsatz der [Prep Run]-Taste nicht notwendig. Wenn Ihr Probengeber oder Controller (z.B. ein Integrator oder eine Arbeitsstation) die Preprun-Funktion nicht unterstützt, müssen Sie

das Gerät auf Auto Prep Run einstellen. Ein Beispiel hierzu befindet sich im Abschnitt „ [Config]“ auf Seite 58.

Funktionstasten

In Tabelle 5 sind die Funktionstasten, kurze Beschreibungen und weitere Informationsquellen aufgelistet.

Tabelle 5 Die Funktionstasten

Taste	Verwendung	Weitere Informationen
[Oven]	Einstellung der Ofentemperaturen, sowohl isothermisch als auch temperaturprogrammiert	Siehe „Der Säulenofen“
[Aux #] [1] und [Aux #] [2]	Steuerung der zusätzlichen beheizten Zonen, wie einer heizbaren Ventilbox, einem massenselektiven Detektor, einer Zuleitung zu einem Atomemissionsdetektor oder einem anderen Gerät. Temperaturprogrammierung ist möglich.	Siehe „Ventilsteuerung“
[Aux #] [3], [Aux #] [4] und [Aux #] [5]	Lieferung zusätzlicher Pneumatik für Einlässe, Detektoren oder andere Geräte. Temperaturprogrammierung ist möglich.	Siehe „Fluss- und Drucksteuerung“ und „Ventilsteuerung“.
[Front Inlet] und [Back Inlet]	Steuerung der Betriebsparameter für den Einlass	Siehe „Der Split/Splitless-Einlass“, „Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen“, „Der Cool-On-Column-Einlass“, „Das temperaturprogrammierbare Einlasssystem (PTV)“, „Das Volatiles Interface (Gasinterface)“, „Einlasssysteme ohne EPC“, „Das Pneumatik-Steuer (Control)-Modul“.
[Col 1] und [Col 2]	Steuerung des Säulenvordrucks, des Gasflusses oder der Lineargeschwindigkeit in der Säule. Druck- oder Flussrampen sind einstellbar.	Siehe „Fluss- und Drucksteuerung“, „Der Split/Splitless-Einlass“, „Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen“, „Der Cool-On-Column-Einlass“, „Das temperaturprogrammierbare Einlasssystem (PTV)“, „Das Volatiles Interface (Gasinterface)“, „Einlasssysteme ohne EPC“, „Das Pneumatik-Steuer (Control)-Modul“, „Der Flammenionisations-Detektor“, „Der Wärmeleitfähigkeits-Detektor“, „Der Stickstoff-Phosphor-Detektor“, „Der Elektroneneinfang-Detektor“, „Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)“.
[Front Det] und [Back Det]	Steuerung der Betriebsparameter für den Detektor	Siehe „Der Flammenionisations-Detektor“, „Der Wärmeleitfähigkeits-Detektor“, „Der Stickstoff-Phosphor-Detektor“, „Der Elektroneneinfang-Detektor“, „Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)“.
[Signal 1] und [Signal 2]	Signalzuordnung, gewöhnlich dem vorderen oder hintern Detektor	Siehe „Signalverarbeitung“
[Col Comp 1] und [Col Comp 2]	Erstellen eines Säulen-Kompensationsprofils	Siehe „Signalverarbeitung“

Short-Cut-Tasten [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]

Schneller Zugriff auf Sollwerte innerhalb einer Tabelle.

[Temp], [Pres] und [Flow]

Wenn keine Steuerungstabelle geöffnet ist, liefern die Tasten folgende Parameter:

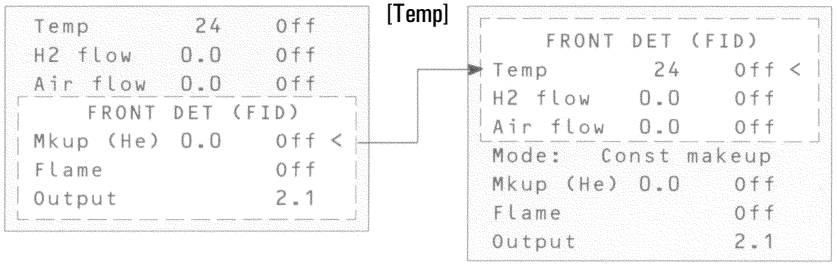
[Temp]	Ofentemperatur
[Pres]	Druck am vorderen Einlass (am hinteren Einlass oder an der Zusatzversorgung, wenn der vordere Einlass nicht installiert ist)
[Flow]	Säulenfluss 1 oder 2 bei EPC-gesteuerten Einlässen. Vorderer oder hinterer Detektorfluss bei Geräten ohne EPC

Wenn sich der Parameter in der offenen Steuerungstabelle befindet, springt der Cursor in die entsprechende Zeile:

[Front Det] -Tabelle offen, Cursor in der Mkup (He)

Drücken von [Temp]

Cursor springt in die Temp

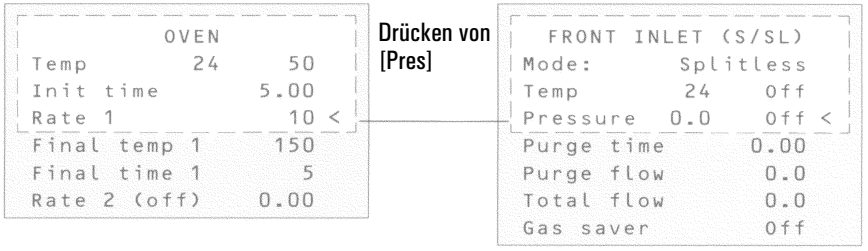


Wenn sich der Parameter nicht in der offenen Tabelle befindet, wird durch die Taste die entspechende Tabelle geöffnet. Wenn z.B. die Tabelle für die Ofen-

steuerung geöffnet ist und Sie die [Pres]-Taste betätigen, öffnet sich die Steuerungstabelle für den vorderen Einlass mit dem Cursor in der Pressure-Zeile.

[Oven] -Tabelle offen

[Front inlet] -Tabelle wird geöffnet

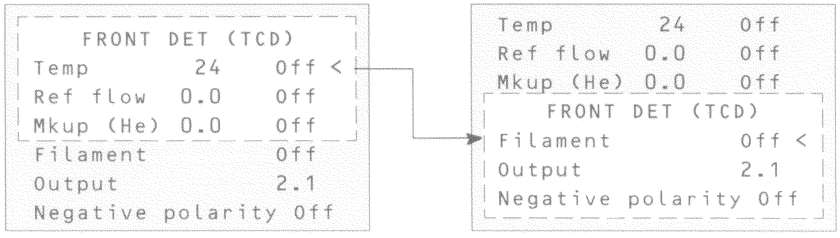


[Det Control]

Wenn die Steuerungstabelle für den Detektor offen ist, springt der Cursor bei Drücken von [Det Control] auf die Ein/Aus-Steuerung des Detektors.

[Front Det] -Tabelle offen, Cursor in der Temp-Zeile

Drücken von [Det Control]

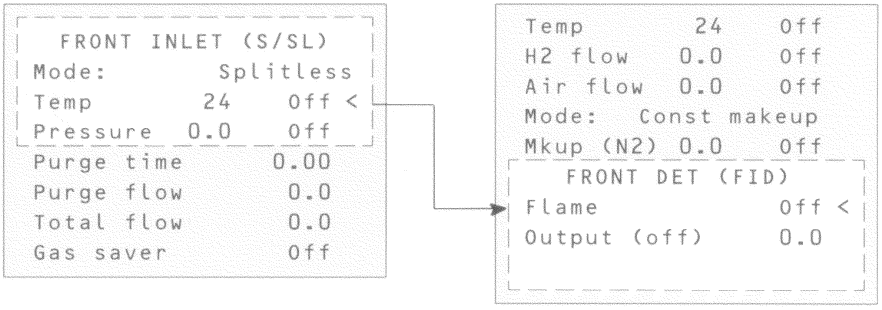


Cursor auf Filament, der Ein/Aus-Zeile für den Wärmeleitfähigkeits-Detektor

In einer anderen Steuerungstabelle als der Detektortabelle führt das Drücken von [Det Control] dazu, dass die Steuerungstabelle für den vorderen Detektor

(oder den hinteren, wenn der vordere Detektor nicht installiert ist) geöffnet wird. Der Cursor befindet sich auf der Ein/Aus-Steuerung jenes Detektors.

[Front Inlet] **[Det Control]**



Cursor auf Flame, der Ein/Aus-Steuerung für den Flammen-Ionisations-Detektor

[Ramp #]

Wenn eine Steuerungstabelle offen ist, die keine Temperatur-, Fluss- oder Druckrampen enthält, öffnet sich beim Drücken von [Ramp #] und Eingabe einer Nummer die Tabelle für die Ofensteuerung. Wenn darin keine Rampen definiert sind, befindet sich der Cursor in der Zeile Rate 1 (off).

Drücken von [Ramp # [2]

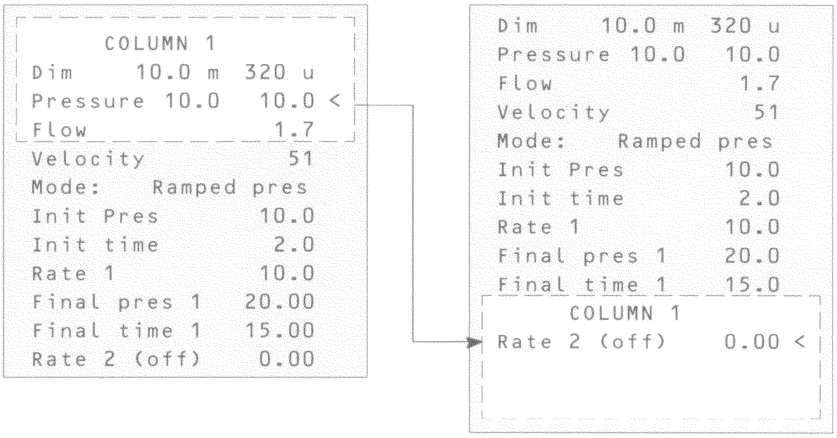
Die Tabelle für die Ofensteuerung wird geöffnet. Da in dieser Tabelle keine Temperaturrampen definiert sind, befindet sich der Cursor in der Rate 1 (off) Zeile.

Wenn eine Tabelle offen ist, die Temperatur-, Fluss- oder Druckrampen enthält, springt der Cursor beim Drücken von [Ramp #] (1-6) in die erste Zeile der Rampe mit der angegebenen Nummer. Wenn eine Rampe dieser Nummer nicht existiert,

springt der Cursor zur Rampe mit der höchsten Nummer in der Steuerungstabelle.

[Col 1] -Tabelle offen, Cursor in der Pressure-Zeile.

Drücken von [Ramp #] [2]



Cursor springt in die Rate 2 Zeile.

[Info]

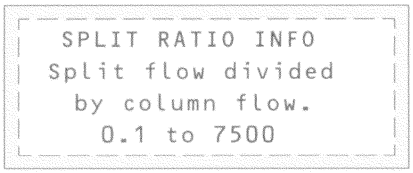
Diese Taste liefert als Hilfe zum entsprechenden Kontext Informationen über den aktiven Parameter (die Zeile, in der der Cursor steht).

Die Meldungen können unterschiedliche Arten von Informationen beinhalten:

- Definitionen
- Sollwertbereiche
- mögliche weitere Schritte

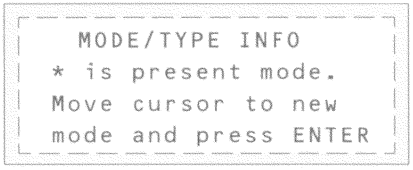
Je nach Steuerungstabelle sind nach dem Drücken der [Info]-Taste folgende Beispiele möglich:

Definitionen:



Sollwertbereiche:

mögliche weitere Schritte:



[Status]

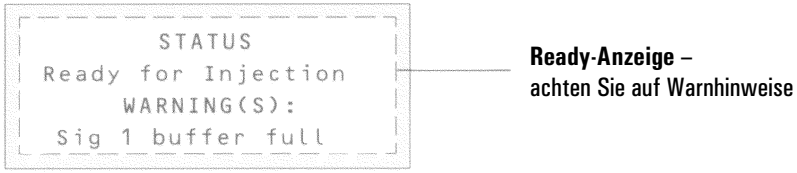
Die [Status]-Taste ist mit zwei Tabellen verknüpft. Sie können zwischen den beiden hin- und herschalten, indem Sie die Taste betätigen.

Die Statustabelle Ready/Not Ready

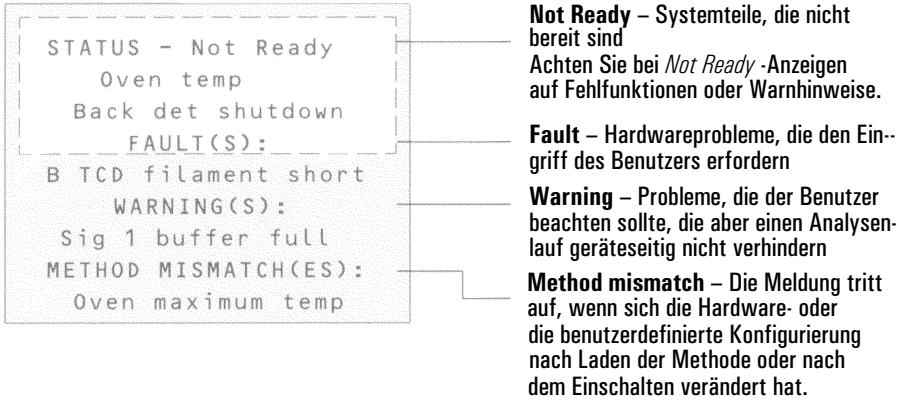
In dieser Tabelle werden alle Parameter aufgelistet, die sich im Status *Not Ready* befinden, oder sie zeigt *Ready for Injection* an. Alle aktuellen *Fehlfunktionen (faults)*, *Warnhinweise (warnings)* oder *Methodenunverträglichkeiten (method mismatches)* werden hier aufgeführt. Siehe Seite 209 und Seite 253 für detaillierte Informa-

tionen über die Statusanzeigen *Not Ready*, *Fault* und *Warning*. Die Anzeigen zu den Methodenunverträglichkeiten werden auf Seite 209 diskutiert.

Die Anzeige Ready For Injection



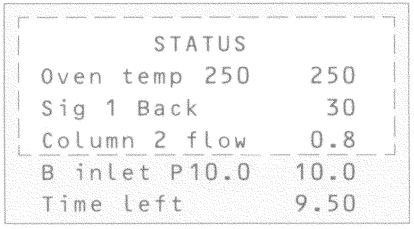
Not-Ready-Anzeige



Die Statustabelle der Sollwerte

In dieser Tabelle sind die Sollwerte aus den aktiven Steuerungstabellen des Gerätes zusammengefasst. Auf diese Weise können Sie während eines Analysenlaufes

die aktiven Sollwerte schnell einsehen, ohne verschiedene Steuerungstabellen öffnen zu müssen.



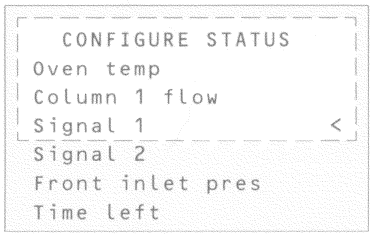
Verfahren zur Konfigurierung der Sollwerttabelle

Sie können die Reihenfolge, in der die Sollwerte aufgeführt werden, verändern. Wenn Sie wollen, dass beim Öffnen der Tabelle die drei wichtigsten Sollwerte in der Anzeige erscheinen, gehen Sie folgendermaßen vor.

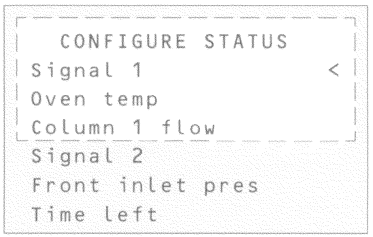
1. Drücken Sie die Tasten [Config] und [Status].
2. Fahren Sie mit dem Cursor den Sollwert an, der an erster Stelle stehen sollte, und betätigen Sie die [Enter]-Taste. Der Sollwert erscheint nun in der obersten Zeile der Liste.
3. Fahren Sie mit dem Cursor den Sollwert an, der an zweiter Stelle stehen sollte, und betätigen Sie die [Enter]-Taste. Der Sollwert erscheint nun als zweiter Eintrag in der Liste.
4. Führen Sie diese Schritte fort, bis die gewünschte Reihenfolge eingestellt ist.

Drücken Sie auf [Config] und [Status].

a. Fahren Sie Signal 1 an und drücken Sie [Enter].



b. Signal 1 ist nun der erste Eintrag in der Liste.

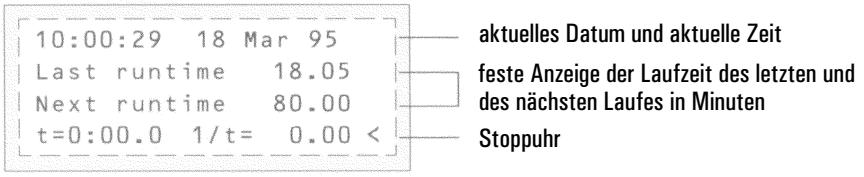


Verschiedene Tasten

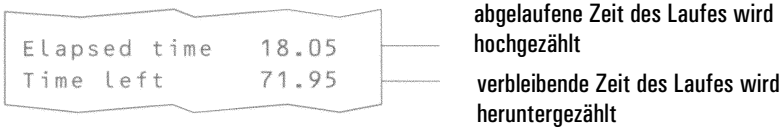
[Time]

Die Zeittabelle besitzt keinen Titel. In der ersten Zeile stehen immer das aktuelle Datum und die aktuelle Zeit. In der letzten Zeile befindet sich eine Stoppuhr. Die mittleren beiden Zeilen können wie folgt variieren.

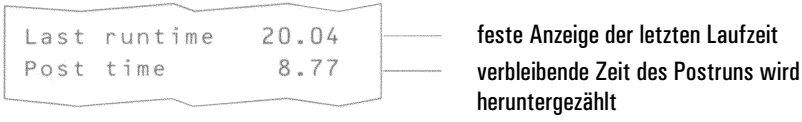
Zeitanzeige zwischen den Läufen



Zeitanzeige bei einem Lauf

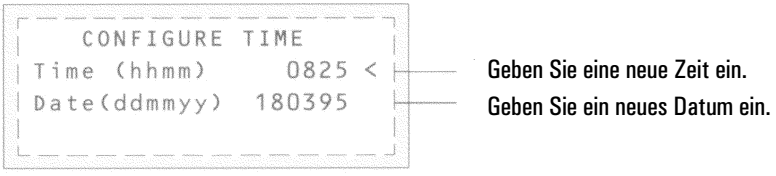


Zeitanzeige bei einem Postrun



Verfahren zur Einstellung von Zeit und Datum

Drücken Sie auf [Config] und [Time]



Verfahren zur Verwendung der Stoppuhr

Bei der Stoppuhr wird sowohl die Zeit (bis 0,1 Sekunden) als auch die reziproke Zeit (bis 0,01 min^{-1}) dargestellt. Sie leistet sehr gute Dienste beim Messen der Flussraten mit einem Blasen-Flussmeter.

1. Fahren Sie mit dem Cursor in der Zeittabelle in die Zeile mit der Stoppuhr.
2. Drücken Sie auf [Enter], um die Stoppuhr zu starten.
3. Drücken Sie erneut auf [Enter], um die Stoppuhr anzuhalten.
4. Drücken Sie auf [Clear], um die Stoppuhr auf Null zurückzusetzen.

Während die Stoppuhr läuft, können Sie auch auf andere Funktionen zugreifen. Durch erneutes Drücken von [Time] kehrt man zur Stoppuhr-Anzeige zurück.

Verfahren: Einstellung für [Post Run].

Mithilfe dieser Taste können Sie das Gerät so programmieren, dass es die Säule nach jedem Lauf reinigt. Ein Postrun wird folgendermaßen eingestellt:

1. Drücken Sie auf [Post Run]

Wenn für Time 0.00 eingestellt ist, stehen in der Steuerungstabelle keine weiteren Zeilen zur Verfügung.

2. Geben Sie eine Postrun-Zeit (Time) in Minuten an.

Sobald für Time ein Sollwert eingegeben ist, stehen in der Steuerungstabelle weitere zur Verfügung.

3. Geben Sie Werte für Oven temp und Column pres ein.

Das Gerät ist nun so programmiert, dass es nach einem Lauf die Ofentemperatur zehn Minuten lang auf 250°C hält, mit einem Säulen(2)vordruck von 15,0 psi.

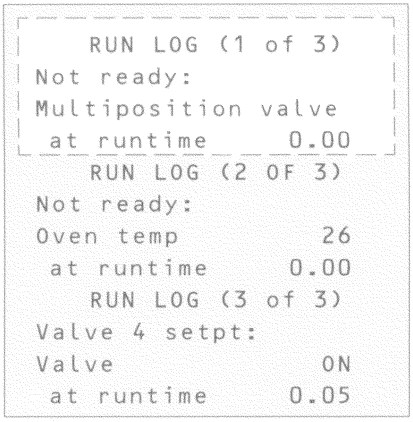
Während des Postruns leuchtet auf der Statusanzeige die Postrun-LED.

Wenn Sie während eines Postruns die [Time]-Taste betätigen, können Sie die verbleibende Zeit einsehen.

[Run Log]

Alle Abweichungen von der geplanten Methode (einschließlich der Eingriffe über die Tastatur) werden für den letzten Anaylsenlauf im Laufzeitprotokoll aufgeführt. Darin lassen sich bis zu 50 Einträge speichern. Die Informationen aus dem Laufzeitprotokoll können dazu verwendet werden, die Anforderungen der Guten Laborpraxis (GLP) zu erfüllen. Das Laufzeitprotokoll lässt sich auf eine Arbeitsstation übertragen oder über einen Integrator ausdrucken.

Drücken von [Run Log]



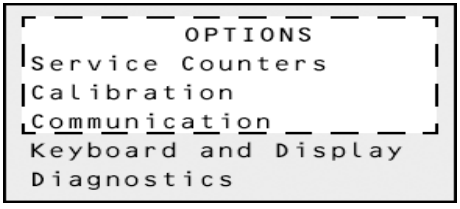
Die Runlog LED leuchtet, wenn sich für den aktuellen Lauf Einträge im Laufzeitprotokoll befinden. Das Laufzeitprotokoll wird beim Starten eines neuen Laufes gelöscht.

Wenn keine Methodenabweichungen aufgezeichnet wurden, stellt sich das Display folgendermaßen dar:

[Options]

Über die Optionstaste lassen sich Optionen für die Geräteparameter aufrufen.

Drücken von [Options]



Fahren Sie mit dem Cursor die entsprechende Zeile an und drücken Sie auf [Enter], um die dazugehörende Steuerungstabelle aufzurufen.

Calibration

Es erfolgt eine Auflistung aller Parameter, die kalibriert werden können. Die Kalibrierdisplays werden im *Agilent 6890 Servicehandbuch* behandelt.

Eine nützliche Kalibrieroption bietet Auto flow zero. Wenn sie aktiviert ist, stellt der GC am Ende seines Laufes alle Gasflüsse für einen Einlass ab, wartet, bis der Fluss auf Null abgesunken ist, misst und speichert den Ausgang des Flusssensors und stellt die Gase wieder an. Der gesamteVorgang nimmt etwa zwei Sekunden in Anspruch. Die Nullpunkteinstellung dient der Korrektur künftiger Flussmessungen.

Aktivieren Sie diese, indem Sie im OPTIONS-Menü den Unterpunkt Calibration anklicken, anschließend entweder den vorderen oder den hinteren Einlass auswählen und Auto flow zero einschalten.

Communication

Über Communication lassen sich die Parameter für die Kommunikation mit anderen Geräte aufrufen. Weitere Informationen zu diesem Display finden Sie unter „Installation“.

Diagnostics

Die Diagnoseparameter sind für den Kundendienst von Bedeutung. Sie werden im *Agilent 6890 Servicehandbuch* genauer beschrieben.

Keyboard & Display

Die Einstellungen für die Anwenderschnittstelle lassen sich über die Keyboard & Display-Steuerungstabelle aufrufen. Folgende Parameter werden durch Drücken der [On]- oder [Off]-Taste ein- bzw. ausgeschaltet.

- Keyboard lock (Verriegelun der Tastatur) – Folgende Tasten und Funktionen sind auch dann verfügbar, wenn die Tastatur verriegelt (Keyboard lock auf ON) ist:
  [Start], [Stop] und [Prep Run]
  [Load][Method] und [Load][Seq]
  [Seq] – zur Ausgabe vorhandener Sequenzen
  [Seq Control]-zum Starten oder Stoppen einer Sequenz
- Key click (Tastenklick) – Das Klicken beim Betätigen der Tasten kann ein- oder ausgeschaltet werden.
- Warning beep (Warnton) – ermöglicht das Ertönen von Warntönen.
- Method mod beep – Bei Änderungen der Methodenparameter ist ein hoher Piepton zu hören.

Drücken Sie die [Mode/Type]-Taste, um die Druckeinheiten und die Einstellung der Grundzahlen zu ändern.

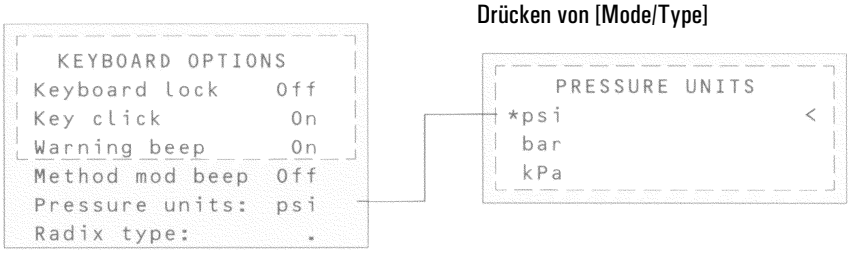
- Pressure units (Druckeinheiten)

  psi – pounds per square inch (Pfund pro Zoll im Quadrat), lb/in^2

  bar – absolute CGS-Einheit für den Druck, $dyne/cm^2$

  kPa – MKS-Einheit für den Druck, $10^3 N/m^2$

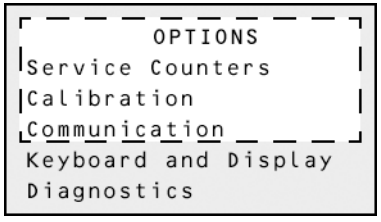
- Radix type (Abtrennnung der Dezimalen) – legt die Art der dezimalen Abtrennung fest – 1.00 *oder* 1,00



Service Counters

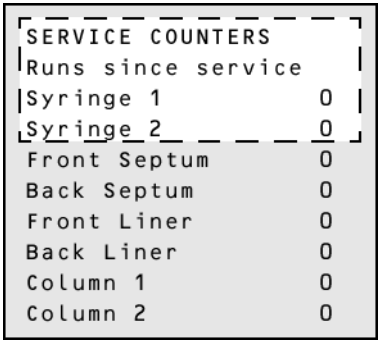
Über die Service Counters wird über die Verwendung der Spritzen, des Septums und des Liners (Einsatzes) Buch geführt. Gezählt werden die einzelnen Injektionen, unabhängig davon, ob es sich um Front-/Back- oder INJ-Injektionen handelt.

1. Drücken Sie die Taste [Options].



2. Wählen Sie in der geöffneten Steuerungstabelle den Eintrag Service Counters. Drücken Sie [Enter].

3. Aktivieren Sie den gewünschten Eintrag. Drücken Sie [Clear], um den Zähler auf 0 zu setzen.

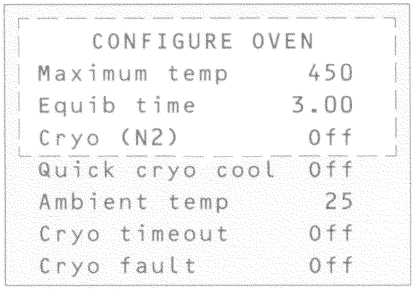


[Config]

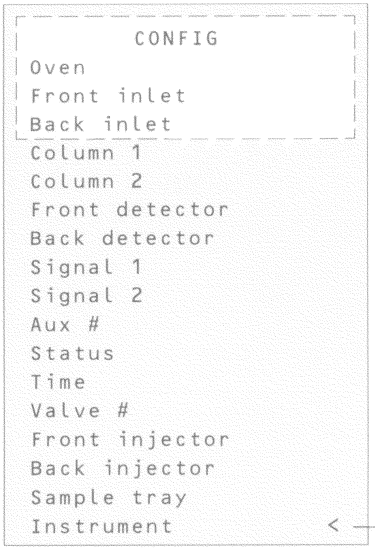
Über die [Config]-Taste lässt sich die Konfigurierung für die Gerätesteuerung vornehmen. Dabei ist die Konfigurierung des Säulenmodus, der Säulenabmessungen, des Injektors und des Makeup-Gases für die korrekte Funktion des EPC entscheidend.

Verwenden Sie die [Config]-Taste für Parameter, die häufig geändert werden.

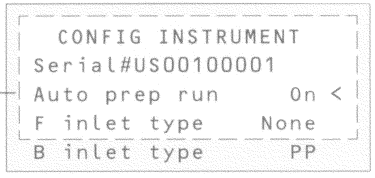
Drücken Sie auf [Config] und [Oven].



Bestätigen Sie die [Config]-Taste, um eine Liste der konfigurierbaren Parameter zu erhalten:



Schieben Sie den Cursor auf den Instrument-Parameter. Drücken Sie auf [Enter], um die Config Instrument-Steuerungstabelle aufzurufen. Die angezeigten Typen hängen von der Ausstattung ab.



Veränderungstasten

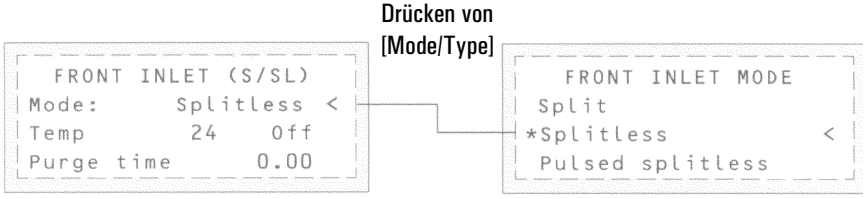
Veränderungstasten erweitern die Funktionen einiger Steuerungstasten für Sollwerte.

[Mode/Type]

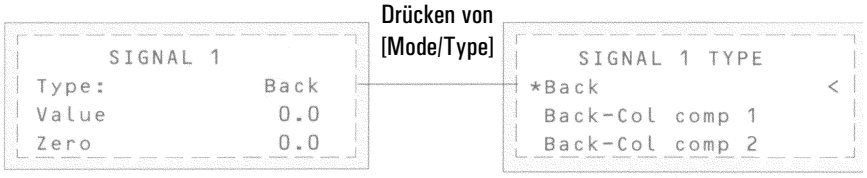
Rufen Sie mithilfe dieser Taste eine Liste möglicher Modi und Typen auf, die zu nicht numerischen Sollwerten gehören. Um einen Modus oder Typ zu verändern, muss sich der Cursor in der entsprechenden Zeile befinden und mit [Enter] bestätigt werden. Ein Sternchen (*) kennzeichnet den aktuellen Modus oder Typ.

Im Folgenden finden Sie einige Beispiele für **Mode/Type**-Funktionen.

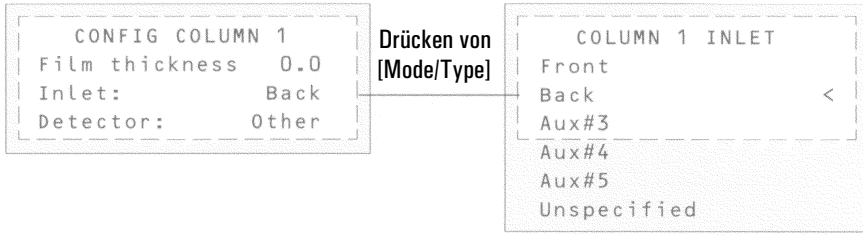
Mode:



Type:



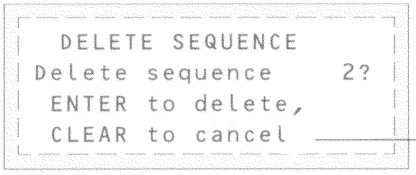
Beispiele für Fälle, in denen die Worte „Mode“ oder „Type“ nicht auftauchen. Im Zweifelsfall sollten Sie die [Info]-Taste drücken, um herauszufinden, ob [Mode/Type] verwendet werden kann.



[Clear]

Die [Clear]-Taste hat folgende Funktionen:

- Löschen von falsch eingegebenen Sollwerten innerhalb einer Steuerungstabelle, *bevor* diese über die [Enter]-Taste bestätigt wurden (solange * noch blinkt)
- Rücksetzen der Auswahl von Mode/Type, bevor [Enter] gedrückt wurde
- Rückkehr zur höheren Stufe bei untergeordneten Steuerungstabellen (config, option)
- Zurückstellen der Stoppuhr auf Null
- Löschen von Informationen und Rückkehr zum vorherigen Display
- Löschen von Fehlermeldungen (Popup-Meldungen, falsche Sollwerteinträge, etc.)
- Löschen einer Funktion innerhalb einer Sequenz, Methode, Zeittabelle oder Ablauftabelle und Laden oder Speichern von Sequenzen und Methoden

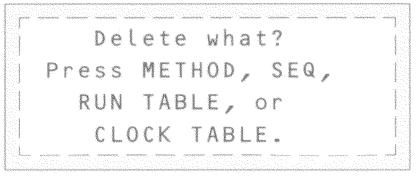


Drücken Sie auf [Clear], um zu stornieren.

[Delete]

Löscht Methoden und Sequenzen sowie Einträge aus Ablauf- und Zeittabellen.

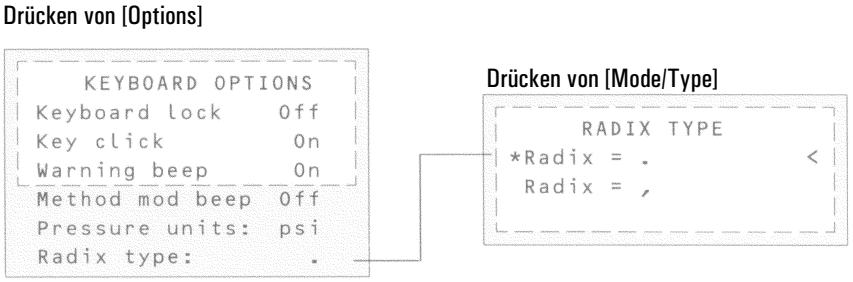
Drücken von [Delete]



[Delete] unterbricht den Einstellvorgang für den Stickstoff-Phosphor-Detektor (NPD) und den Elektroneneinfang- Detektor (ECD), ohne andere Detektorparameter zu unterbrechen.

[.]

Die Grundzahlen werden dezimal abgetrennt. Dieser Parameter kann in der Steuerungstabelle für die Tastenoptionen von einem Dezimalpunkt auf ein Komma umgestellt werden. Die Tastenoptionen sind der Options-Steuerungstabelle untergeordnet.



[–]

Die Strichtaste wird dazu verwendet, Zahlenbereiche (einschließlich) anzugeben.

Ein Probenbereich von 1 bis 3 wird über die Tastenkombination [1] [–] [3] definiert.

Ein Gefäßnummernbereich von 1 bis 10 wird über die Tastenkombination [1] [–] [1] [0] definiert.

Die Taste dient bei negativen Werten auch als Minuszeichen.

–5 wird über die Tastenkombination [–] [5] eingegeben.

Speicherung und Automatisierung

In Tabelle 6 sind die Tasten für die Speicherung und Automatisierung aufgelistet. Sie beinhaltet eine kurze Beschreibung der Tasten sowie weitere Informationsquellen.

Tabelle 6 Tasten zur Speicherung und Automatisierung von Methoden und Sequenzen

Taste	Verwendung	Weitere Informationen
[Load]	Laden von bis zu fünf gespeicherten Methoden und bis zu fünf gespeicherten Sequenzen	„Analytische Methoden“ „Analytische Sequenzen“
[Store]	Speichern von bis zu fünf gespeicherten Methoden und Sequenzen. Die Methoden und Sequenzen werden gekennzeichnet und datiert.	„Analytische Methoden“ „Analytische Sequenzen“
[Method]	Aufrufen einer Tabelle mit gespeicherten Methoden. Sie können Methoden laden, speichern, löschen oder als Standard definieren.	„Analytische Methoden“
[Seq]	Aufrufen einer Tabelle mit gespeicherten Sequenzen. Über die [Seq]-Taste können Sie zwischen der Steuerungstabelle mit den gespeicherten Sequenzen und der mit den Sequenzdefinitionen hin- und herspringen.	„Analytische Sequenzen“
[Run Table]	Aufrufen einer Ereignistabelle mit den Zeiten, wann diese auftreten sollen	„Geräteautomatisierung“
[Clock Table]	Darstellung der Zeittabelle mit Ereignissen, die im Ablauf von 24 Stunden nacheinander auftreten sollen. Sie kann geladen, gespeichert oder gelöscht werden.	„Geräteautomatisierung“
[Front Injector] oder [Back Injector]	Ausgabe der Steuerparameter für den Injektor, wie Injektionsvolumen, Proben- und Lösungsmittelwaschschritte, etc.	„Der automatische Flüssigprobengeber“
[Valve#]	Schalten des GSV und Gaswahlventils auf 1 bis 8 oder Aus. Einstellung der Positionen für das Multipositionsventil	„Ventilsteuerung“
[Sample Tray]	Darstellung des Probentellers	„Der automatische Flüssigprobengeber“
[Seq Control]	Starten, Stoppen, Anhalten oder Fortsetzen einer Sequenz und Anzeige des Sequenzstatus	„Analytische Sequenzen“

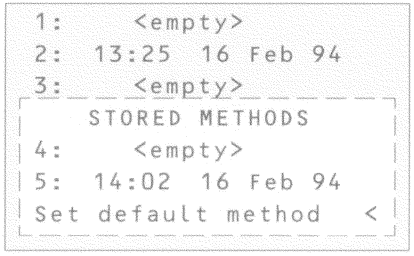
Standardwerte für die Parameter

Die GC-Software gibt für die meisten Parameter, wenn diese nicht definiert werden, Standardwerte ein. Diese Werte liefern vernünftige Betriebsparameter für Injektoren und Detektoren. Sobald Sie einen Parameter verändern, wird die Standardeinstellung für diesen Parameter gelöscht.

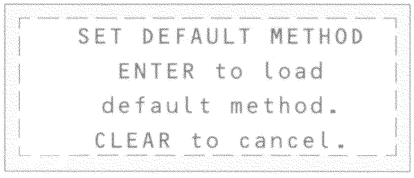
Ab und zu kann es sinnvoll sein, die Standardparameter neu zu laden. Dabei werden alle aktuellen Parameter gelöscht und mit den Standardeinstellungen überschrieben. Ausgenommen davon sind die Methoden, die Sie gespeichert haben.

Verfahren zum Laden der Standardparameter

1. Drücken Sie auf [Method].
2. Fahren Sie mit dem Cursor in die Zeile Set default method und drücken Sie auf die [Enter]-Taste.



3. Im Display erscheint folgende Meldung:



4. Drücken Sie auf [Enter], um die Standardwerte für die Parameter zu laden.

3 Fluss- und Drucksteuerung

Automatische Wasserstoffabschaltung

Automatische Säulenabschaltung

Ein- und Abschalten der Gasflüsse
EPC-gesteuerte Flüsse
Nicht EPC-gesteuerte Flüsse

Elektronische Pneumatiksteuerung (EPC)

Auslegung der Fluss- und Druckwerte

Konfigurierung

Säulen und Einlässe

Konfigurieren der Säule
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zum Konfigurieren einer Kapillarsäule
Zusätzliche Anmerkungen zur Säulen-Konfigurierung

Konfigurierung des Trägergases
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Konfigurierung des Trägergases

Auswahl eines Säulenmodus
Die Flussmodi
Die Druckmodi
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Auswahl eines Säulenmodus

Eingabe des Anfangsflusses bzw. -druckes oder der durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. -druck oder der durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit

Eingabe eines Fluss- oder Druckprogramms (optional)
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Programmierung des Säulenvordruckes oder -flusses

Eingabe der übrigen Einlassparameter
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Einstellung der übrigen Einlassparameter

Detektoren
Gaskonfigurierung
Makeup-Gas

Zusatzversorgungen
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zum Auswechseln einer Fritte in der Zusatzvesorgung

Beibehalten der EPC-Kalibrierung
Flusssensoren
Drucksensoren
Nullabgleich
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Nullpunkteinstellung von Fluss- und Drucksensoren

Nicht-EPC-Steuerung

Einlässe
Septenspülung

Bestimmung der Flussraten

Bestimmung der Flussraten mit dem Blasen-Flussmeter

Wo Flüsse gemessen werden
Adapter für Flussmessungen
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Flussratenbestimmung mit einem Blasen-Flussmeter

Auslegung der Flussmessung

Fluss- und Druckprobleme

Ein Gas erreicht seinen Fluss- oder Drucksollwert nicht

Ein Gas überschreitet seinen Fluss- oder Drucksollwert

Der Einlassdruck oder -fluss schwankt

Der gemessene Fluss entspricht nicht dem dargestellten Fluss

Fluss- und Drucksteuerung

Für den 6890 Gaschromatographen gibt es zwei Gassteuersysteme. In einem Gerät können beide Systeme installiert sein.

- EPC – elektronische Pneumatiksteuerung. Flüsse und Drücke (für Einlässe, Detektoren und bis zu drei Zusatzversorgungen) werden über die Tastatur eingegeben.
- Nicht EPC – herkömmliche Fluss-/Druck-Steuerung. Die Einlässe werden über Flusssteuersysteme und Druckregler von einem Pneumatikmodul auf der linken Seite des GC aus mit Gas versorgt. Die Detektorsteuerungen befinden sich ganz oben im GC hinter den Detektoren. Die Flussraten werden mithilfe eines Blasen-Flussmeters oder eines anderen Messgerätes bestimmt.

Tabelle 7 Detektor- und Einlasssteuerungen

Modulart	Steuersystem	Lage der Steuerung
Einlass	EPC	intern, Eingabe über Tastatur
Einlass	Nicht EPC	Modul auf der linken Seite
Detektor	EPC	intern, Eingabe über Tastatur
Detektor	Nicht EPC	oben hinter den Detektoren
Auxiliary	EPC	intern, Eingabe über Tastatur

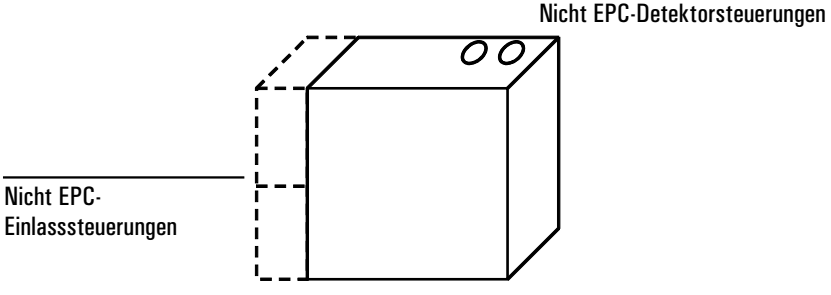


Abbildung 5 Lage der Steuerung
Das Pneumatikmodul (gestrichelte Linie) ist vorhanden, wenn ein Nicht-EPC-Einlass installiert ist.

Automatische Wasserstoffabschaltung

Wasserstoff kann als Trägergas oder zum Betreiben einiger Detektoren verwendet werden. In Kombination mit Luft kann es explosive Gemische bilden.

Der GC überwacht die Gasflüsse für die Einlässe und Zusatzversorgungen. Wenn ein Gasfluss seinen Sollwert für die Flussrate oder den Druck nicht erreicht, wird er abgeschaltet. Sollte es sich bei dem konfigurierten Gas um Wasserstoff handeln, wird von einer Leckage ausgegangen und der GC führt zur Sicherheit eine automatische Wasserstoffabschaltung (*hydrogen safety shutdown*) durch. Diese beinhaltet folgende Maßnahmen:

- Das Ventil für die Trägergasversorgung am Einlass wird geschlossen. Sowohl die Druck- als auch die Flusssteuerung wird abgeschaltet.
- Die Split-Ventile am Split/Splitless- und am PTV-Injektor werden geöffnet.
- Die Ofenheizung und die Lüftung werden ausgeschaltet. Die hinteren Klappen öffnen sich vollständig.
- Die beheizten Zonen werden abgeschaltet.

Um diesen Zustand wieder aufzuheben, muss die Ursache für die Abschaltung beseitigt werden (Gasversorgung geschlossen, größeres Leck, andere). Danach schalten Sie das Gerät ab und anschließend wieder ein.

WARNUNG Der GC kann keine Leckagen bei den Detektorgasversorgungen erkennen. Daher ist es sehr wichtig, dass alle Detektoren, die mit Wasserstoff betrieben werden (FID, NPD, etc.), immer an eine Säule angeschlossen oder mit einer Kappe verschlossen sind. Außerdem ist darauf zu achten, dass der Einsatz von Wasserstoff in der Konfigurierung angegeben wird, damit der GC entsprechend reagieren kann.

Automatische Säulenabschaltung

Wenn die Trägergasversorgung unterbrochen wird, schaltet sich die Ofenheizung ab, um eine Beschädigung der Säule zu vermeiden. Die hinteren Klappen werden halb geöffnet.

Um diesen Zustand wieder aufzuheben, muss die Ursache für die Abschaltung beseitigt werden (Gasversorgung geschlossen, größeres Leck, andere). Danach schalten Sie den Ofen und betroffenen Einlass oder die Zusatzversorgung wieder ein.

Ein- und Abschalten der Gasflüsse

Alle Gasflüsse lassen sich über die Tastatur ein- und ausschalten, ohne dass die Flussraten- oder Druckeinstellungen dadurch beeinträchtigt werden. Allerdings hängt die Wirkung eines Ausschaltbefehls davon ab, ob der Gasfluss über EPC gesteuert ist oder nicht.

EPC-gesteuerte Flüsse

Die Ventile eines EPC-Gassteuermoduls sind mehr für Gasmessungen ausgelegt als für Ein-/Ausschaltvorgänge. Wenn solche Ventile auf den Aus-Status schalten, können immer noch geringe Flüsse um die 0,2 ml/min auftreten. Dieser Fluss erscheint im Display, obwohl gleichzeitig auch Off angezeigt wird. Beachten Sie, dass es sich hierbei um ein internes und kein äußerliches Leck handelt.

Nicht EPC-gesteuerte Flüsse

Die Ventile eines nicht EPC-gesteuerten Gasmoduls sind nur für Ein-/Ausschaltvorgänge ausgelegt. Im ausgeschalteten Zustand sind sie gasdicht.

Elektronische Pneumatiksteuerung (EPC)

Der GC kann alle Gasflüsse und -drücke im Gerät elektronisch steuern. Dazu gehört:

- Steuerung der Flüsse und/oder Drücke für alle Einlässe, einschließlich der Fluss- und Druckprogramme für das Trägergas durch die Säule
- Flusssteuerung über Druckregelung durch feste Restriktoren für alle Detektorgase
- Drucksteuerung der drei Zusatzgasversorgungen
- ein Gasspar-Modus, der den Trägergasverbrauch bei Split/Splitless-, PTV-Injektoren und Volatilem Interface (Optimiertes Einlasssystem für die Headspace Technik) reduziert
- direkte Eingabe der Splitverhältnisse, vorausgesetzt, die Säule ist konfiguriert

Die Hardware der Steuerung ist im Innern im oberen hinteren Bereich des Gerätes installiert. Die Sollwerte werden in den Steuerungstabellen für Einlässe, Detektoren und Zusatzversorgungen eingegeben.

Auslegung der Fluss- und Druckwerte

Die EPC-Steuerplatine verwendet Sensoren für den Atmosphärendruck und die Temperatur des Flusspneumatik-Moduls, um Retentionszeitveränderungen aufgrund der Umgebungseinflüsse auszuschließen.

Alle Fluss- und Druckanzeigen sind auf bestimmte Bedingungen korrigiert. Diese Bedingungen werden als normale Temperatur und Normaldruck (NTP) bezeichnet und liegen bei 25°C und 1 atm. Entsprechend werden die Sollwerte den Umgebungsbedingungen angepasst.

So kann es vorkommen, dass der angezeigte und der mittels Blasen-Flussmeter ermittelte Fluss nicht übereinstimmen, da die Messung sich auf die reale Umgebung und nicht auf NTP-Bedingungen bezieht. Allerdings sind die Retentionszeiten von den örtlichen Gegebenheiten unabhängig.

SEHR WICHTIG

Der 6890 mit EPC misst die Flüsse und Drücke kontinuierlich. Dies hat einen starken Effekt darauf, wie der Anwender das Gerät einstellt. Die Regeln, nach denen vorgegangen wird, unterscheiden sich von den herkömmlichen Überlegungen bei der Gaschromatographie. Die Unterschiede werden auf den nächsten Seiten erläutert.

Konfigurierung

Der GC erkennt EPC-Einlässe und Detektoren und die meisten anderen Systemkomponenten, indem er beim Hochfahren alle Systembestandteile überprüft. Einige Informationen müssen manuell eingegeben werden. Dieser Vorgang wird als Konfigurierung bezeichnet. Zu den Dingen, die konfiguriert werden müssen, gehören:

- eine Beschreibung der Säule (optional, aber für Kapillarsäulen sehr zu empfehlen),
- Nicht-EPC-Einlässe und Detektoren (sind werkseitig konfiguriert, wenn sie dort installiert wurden),
- das verwendete Trägergas,
- einige Detektorgase (wenn es eine Auswahlmöglichkeit gibt).

Die Konfigurierung wird in einem batteriegestützten Teil des Speichers gesichert und ist somit von der Netzspannung unabhängig.

Säulen und Einlässe

Ein GC mit EPC-Einlass macht es möglich, den Gasfluss durch die Kapillarsäulen direkt einzustellen. Um diese Möglichkeit auszunutzen, sind folgende Schritte notwendig:

1. Konfigurierung der Säule (Eingabe der Länge, des Innendurchmessers und der Filmdicke)
2. Konfigurierung des Trägergases (Welches Gas wird verwendet?)
3. Auswahl eines Säulenmodus (konstanter Fluss oder Druck, Fahren einer Fluss- oder Druckrampe)
4. Eingabe der Anfangswerte für Fluss bzw. Druck oder der durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit
5. Eingabe eines Fluss- oder Druckprogramms (optional)
6. Eingabe der übrigen Einlassparameter

Für den weiteren Verlauf des Kapitels wird davon ausgegangen, dass der GC mit einem Split/Splitless-Injektor für Kapillarsäulen betrieben wird. Die Ausführungen gelten mit Ausnahme einiger kleiner Unterschiede auch für andere Injektoren. Die Verfahren im weiteren Verlauf des Kapitels sind etwas vereinfacht, da sie allgemeine Durchführungswege und nicht alle Alternativen aufzeigen. Weitere Informationen finden Sie unter *„Grundlagen zu Einlasssystemen"* und „Der Einsatz von Detektoren".

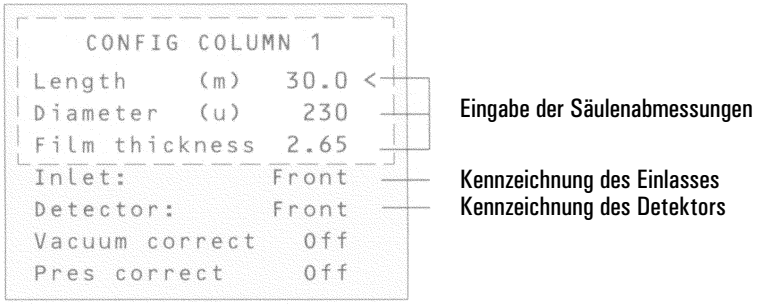
Konfigurieren der Säule

Eine Kapillarsäule wird konfiguriert, indem ihre Länge, ihr Innendurchmesser und ihre Filmdicke angegeben werden. Mithilfe dieser Informationen kann das Gerät den Fluss durch die Säule berechnen. Beim Einsatz von Kapillarsäulen ist dies von großem Vorteil, da dem Benutzer folgende Möglichkeiten eröffnet werden:

- direkte Eingabe von Splitverhältnissen, wobei das Gerät die entsprechenden Flussraten berechnet und einstellt;
- Eingabe von Flussraten oder Säulenvordruck bzw. einer durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit. Das Gerät berechnet den Druck, der für die Flussrate oder Geschwindigkeit notwendig ist, stellt ihn ein und gibt alle drei Werte aus;
- Durchführung von Splitless-Injektionen, ohne dass die Gasflüsse gemessen werden müssen;
- Auswahl einer der vier Flussarten (siehe später in diesem Kapitel). Wenn die Säule nicht definiert wird, ist die Wahlmöglichkeit beschränkt und variiert mit dem Einlass.

Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zum Konfigurieren einer Kapillarsäule

1. Drücken Sie auf [Config] und [Col 1] oder [Config] und [Col 2]. Das Display zur Säulenkonfigurierung erscheint.
2. Verwenden Sie nötigenfalls die Tasten ▲ und ▼ , um mit dem Cursor in die Length-Zeile zu fahren.



3. Geben Sie die Länge der Säule in Metern ein und bestätigen Sie mit [Enter].
4. Fahren Sie mit dem Cursor auf Diameter, geben Sie den Innendurchmesser der Säule in Mikrometern ein und bestätigen Sie mit [Enter].
5. Fahren Sie mit dem Cursor auf Film thickness, geben Sie die Filmdicke in Mikrometern ein und bestätigen Sie mit [Enter]. Nun ist die Säule *definiert*.

Wenn Sie die Säulenabmessungen nicht kennen – sie werden normalerweise mit der Säule angegeben – oder wenn Sie die Berechnungen durch den GC nicht verwenden wollen, geben Sie für die Länge und den Durchmesser der Säule 0 ein. Die Säule gilt dann als *nicht definiert*.

6. Fahren Sie mit dem Cursor auf Inlet und drücken Sie auf [Front] oder [Back], um den Einlass zu kennzeichnen, an den die Säule angeschlossen ist.
7. Fahren Sie mit dem Cursor auf Detector und drücken Sie auf [Front] oder [Back], um den Detektor zu kennzeichnen, an den die Säule angeschlossen ist.

Damit ist die Konfigurierung der Kapillarsäule abgeschlossen. Weitere Informationen finden Sie unter „Grundlagen zu Einlasssystemen“ und „Der Einsatz von Detektoren“.

Zusätzliche Anmerkungen zur Säulen-Konfigurierung

- Vacuum correct – Wenn die Detektorabluft in die Atmosphäre geleitet wird, sollte dieser Parameter ausgeschaltet sein. Wenn die Säule direkt an einen massenselektiven Detektor angeschlossen ist, sollte der Parameter eingeschaltet sein. Dies ermöglicht dem GC eine Kompensation für den Atmosphärendruck (Off) oder den Unterdruck in einem massenselektiven Detektor (On).
- Press correct – Einige Detektoren, wie z.B. der Atomemissionsdetektor, werden bei Drücken betrieben, die weder dem Atmosphärendruck noch einem Vakuum entsprechen. Über diesen Parameter kann der Anwender den entsprechenden Druckwert eingeben.
- Gepackte Säulen sollten als undefinierte Säule eingetragen werden. Dazu muss entweder für die Säulenlänge oder den Innendurchmesser der Wert 0 eingetragen werden.
- Sie sollten die Konigurierung beider Säulen überprüfen, um sicherzugehen, dass sie für verschiedene Einlässe ausgelegt sind. Wenn Sie nur eine Säule verwenden, sollte die zweite Säule dennoch für einen anderen Einlass bestimmt sein, selbst wenn sie nicht definiert ist. Bei Nichtbeachtung kommt es zu sehr ungewöhnlichen Flussberechnungen.

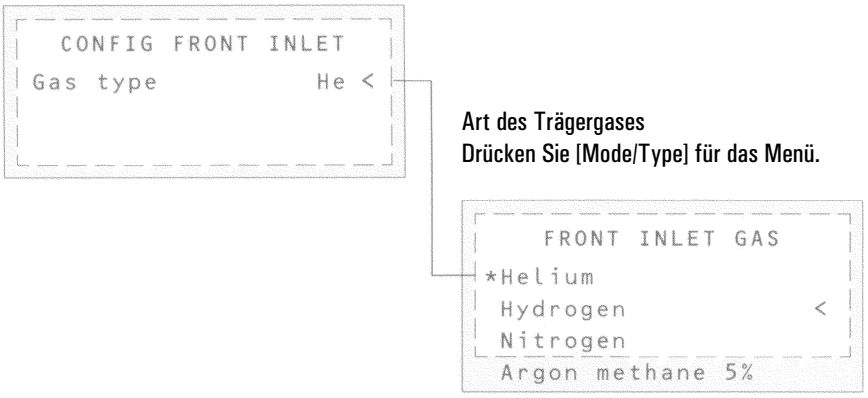
  Es ist möglich und manchmal auch nützlich, beide installierten Säulen für denselben Einlass zu konfigurieren.
- Einige pneumatische Sollwerte verändern sich mit der Ofentemperatur, da sich der Säulenwiderstand und die Gasviskosität ändern. Es kann verwirrend wirken, wenn man beobachtet, dass sich die pneumatischen Sollwerte mit der Ofentemperatur verändern. Allerdings bleiben die Fließbedingungen in der Säule entsprechend der Einstellungen, die über den Säulenmodus (konstanter Fluss oder Druck oder Fahren einer Druck- bzw. Flussrampe) und die Eingangssollwerte festgelegt wurden.

Konfigurierung des Trägergases

Im GC muss eingegeben werden, welches Trägergas verwendet wird.

Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Konfigurierung des Trägergases

1. Drücken Sie [Config] [Front Inlet] oder [Config] [Back Inlet].
2. Drücken Sie [Mode/Type], um das Trägergasmenü zu sehen.



3. Gehen Sie mit dem Cursor zu dem Gas, das Sie verwenden wollen. Drücken Sie [Enter].

Damit ist die Trägergaskonfiguration beendet. Weitere Informationen finden Sie unter „Die Parametertabelle der Säule – für gepackte und nicht spezifizierte Kapillarsäulen“.

Auswahl eines Säulenmodus

Die Flussmodi

Die Flussraten werden auf Normalbedingungen korrigiert (normale Temperatur (25°C) und Atmosphärendruck (1 atm)). Weitere Informationen finden Sie auf den Seiten 69 und 100.

- **Constant flow** – behält über den ganzen Lauf eine konstante Massenflussrate des Trägergases in der Säule bei. Wenn sich der Säulenwiderstand aufgrund des Temperaturprogramms ändert, wird der Säulenvordruck so angepasst, dass die Flussrate konstant bleibt. Dies kann Analysenläufe bedeutend verkürzen.
- **Ramped flow** – erhöht die Massenflussrate im Lauf der Analyse entsprechend des eingegebenen Programms. Ein Säulenflussprofil kann bis zu drei Rampen besitzen, von denen jede aus einer definierten Veränderung und einer anschließenden Halteperiode besteht.

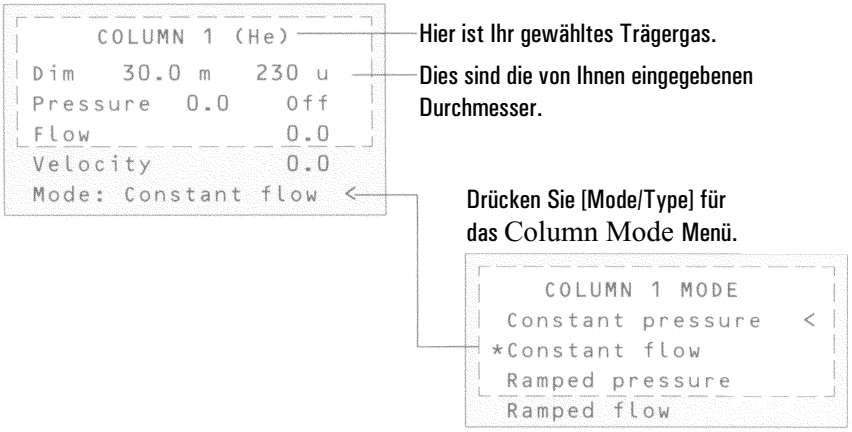
Die Druckmodi

Alle Drücke sind gemessene Drücke, also die Differenz zwischen dem absoluten Druck und dem örtlichen Atmosphärendruck. Da die meisten Detektoren gegenüber dem Säulenfluss nur einen geringen Widerstand aufweisen, entspricht der gemessene Fluss gewöhnlich der Druckdifferenz zwischen Säuleneinlass und -ausgang. Der massenselektive Detektor und der Atomemissionsdetektor gelten dabei als Ausnahmen.

- **Constant pressure** – behält über den ganzen Lauf einen konstanten gemessenen Säulenvordruck bei. Mit dem Säulenwiderstand verändert sich nicht der Säulenvordruck, sondern die Massenflussrate.
- **Ramped pressure** – erhöht den gemessenen Säulenvordruck im Lauf der Analyse entsprechend dem eingegebenen Programm. Ein Säulenvordruckprofil kann bis zu drei Rampen besitzen, von denen jede aus einer definierten Veränderung und einer anschließenden Halteperiode besteht.

Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Auswahl eines Säulenmodus

1. Drücken Sie [Col 1] oder [Col 2].
2. Fahren Sie mit dem Cursor in die Mode-Zeile.
3. Drücken Sie [Mode/Type], um das Menü für den Säulenmodus zu sehen.



4. Gehen Sie mit dem Cursor auf den Säulenmodus, den Sie verwenden wollen. Drücken Sie [Enter].

Damit ist die Auswahl des Säulenmodus abgeschlossen. Nun müssen Sie die Einstellungen des Einlasssystems spezifizieren, entweder während des vollständigen Laufes (wenn Sie einen der konstanten Modi gewählt haben) oder am Anfang des Laufes (wenn Sie einen der Gradientenmodi gewählt haben).

Eingabe des Anfangsflusses bzw. -druckes oder der durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit

Wenn die Säule *definiert* ist, genügt es, eine dieser drei Größen einzugeben. Der GC berechnet die anderen beiden und stellt sie auf dem Display dar.

Sie können zum Beispiel Constant pressure als Säulenmodus auswählen. Sie möchten den Säulenfluss bei den Startbedingungen festlegen. Der GC berechnet dann

den *Druck*, der für diesen Fluss notwendig ist (ebenso wie die durchschnittliche Lineargeschwindigkeit) und hält ihn über den Lauf der Analyse konstant.

Wenn Sie Constant flow als Modus auswählen und bei den Startbedingungen den Säulenfluss eingeben, wird der GC wiederum den Druck berechnen, der für diesen Fluss notwendig ist. Allerdings wird er im Lauf der Analyse den Druck so anpassen, dass der Fluss konstant bleibt.

Wenn die Säule *nicht definiert* ist, können Sie nur den Druck eingeben. Die Option *Constant Flow* lässt sich immer noch auswählen, wobei der GC allerdings nicht berechnen kann, wie groß dieser Fluss ist.

In der folgenden Tabelle finden Sie die für verschiedene Säulendurchmesser empfohlenen Flussraten. Sie sind für eine Vielzahl von Substanzen optimiert.

Tabelle 8 Säulengröße und Flussrate des Trägergases

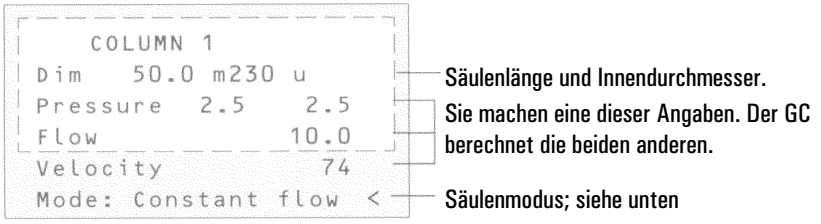
		Trägergasfluss	
Säulentyp	**Abmessung**	**Wasserstoff**	**Helium**
Gepacktsäulen-düse	1/8"		30
	1/4"		60
Kapillarsäulen	50 m ID	0.5	0.4
	100 µ ID	1.0	0.8
	200 m ID	2.0	1.6
	250 m ID	2.5	2.0
	320 µm ID	3.2	2.6
	Aluminum-beschichtet, 530 µm ID	5.3	4.2

Diese Flussraten in ml/Min. gelten bei einer Temperatur von 25°C und einem Druck von 1 atm und werden für alle Säulentemperaturen empfohlen.

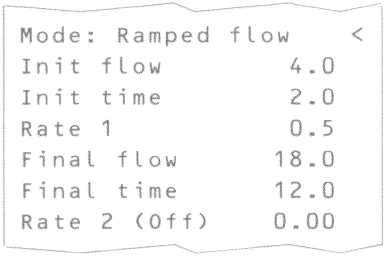
Bei Kapillarsäulen sind die Durchflussraten zum Durchmesser der Säule proportional. Diese sind bei Helium 20% geringer als bei Wasserstoff.

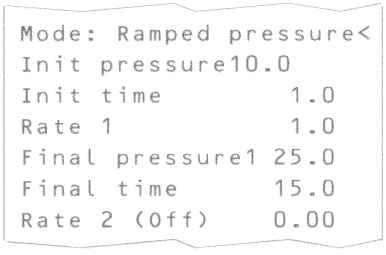
Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. -druck oder der durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit

1. Drücken Sie [Col 1] oder [Col 2].



Je nach Säulenmodus steht einer davon in der Steuerungstabelle:





2. Fahren Sie mit dem Cursor in die Pressure- oder Flow- oder Velocity-Zeile.
3. Geben Sie den gewünschten Wert ein und bestätigen Sie mit [Enter]. Der GC ermittelt die anderen beiden Werte und stellt sie dar. Sie können diese Werte verändern, indem Sie die Schritte 2 und 3 wiederholen. Allerdings führt die Veränderung eines Wertes immer auch zur Veränderung der anderen beiden.

Damit sind die Anfangsbedingungen für das Trägergas eingerichtet.

Eingabe eines Fluss- oder Druckprogramms (optional)

Wenn Sie für die Säule entweder einen Modus mit Druckrampe oder mit Flussrampe wählen, enthält die Steuerungstabelle Einträge zur Erstellung eines Rampenprogramms.

Sie beginnen mit einem Anfangswert, entweder für den Druck (Init Pres) oder für den Fluss (Init Flow) und für eine Zeitspanne (Init time). Nach Ablauf dieser Zeit beginnt die erste Rampe, bis Final pres (bzw. Final flow) erreicht wird. Auf diesem Wert bleibt der Parameter über einen Zeitraum konstant, der durch Final time 1 bestimmt wird. Danach können Sie eine zweite und dritte Rampe anfügen, die jeweils wieder Einträge für Rate, Final value (Druck oder Fluss) und Final time erlauben.

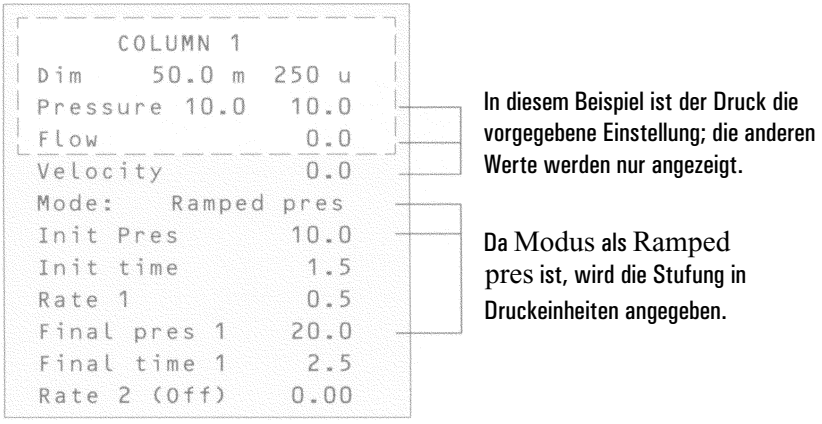
Das Programm endet, wenn eine Rate mit der Einstellung 0 (aus) erreicht wird.

Während ein Fluss- oder Druckprogramm abläuft, zeigen die Zeilen für Druck, Fluss und Geschwindigkeit dessen Verlauf an.

Das Ofenprogramm bestimmt die Länge des Laufes. Wenn ein Fluss- oder Druckprogramm endet, bevor die Analyse abgeschlossen ist, bleibt der Fluss (bzw. Druck) auf dem letzten Endwert.

Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Programmierung des Säulenvordruckes oder -flusses

1. Drücken Sie [Col 1] oder [Col 2].



2. Fahren Sie mit dem Cursor auf Init Pres (oder Init flow). Geben Sie den gewünschten Wert ein und drücken Sie [Enter].
3. Geben Sie auf gleiche Weise den Wert für Init time ein. Dies schließt die Anfangsbedingung im Programm ab (bei konstantem Druck).
4. Geben Sie zur Programmierung einer Rampe für Rate 1 einen positiven Wert ein. Es macht keinen Unterschied, ob die Rate positiv oder negativ ist – die Rate wird immer positiv angegeben.
5. Wenn Rate 1 den Wert Null erhält, endet das Programm an dieser Stelle. Bei Eingabe irgendeines anderen Wertes werden die Endwerte der ersten Gradientenstufe angezeigt und der Cursor steht auf dieser Zeile.
6. Geben Sie Werte für Final pres 1 (bzw. Final flow 1) und Final time 1 ein. Dies schließt die erste Gradientenstufe ab.
7. Zur Eingabe einer zweiten (oder dritten) Rampe müssen Sie mit dem Cursor in die entsprechende Rate-Zeile fahren und die Schritte 5 und 6 wiederholen.

ZUSAMMENFASSUNG

Beachten Sie, dass man es, außer zur Einstellung des Trägergases, immer mit Säulentabellen zu tun hat. Das ist für den erfolgreichen Betrieb des 6890 mit EPC-Einlässen wesentlich.

ZUERST: Definieren Sie die Säule.
DANN: Stellen Sie die übrigen Geräteparameter ein.

Eingabe der übrigen Einlassparameter

Der Split/Splitless-Injektor besitzt vier Betriebsmodi:

- Split – Die Probe wird zwischen der Säule und einem Belüftungsgasstrom aufgeteilt.
- Splitless – Die Probe wird nicht aufgeteilt. Der größte Teil gelangt auf die Säule. Eine kleine Menge wird aus dem Injektor gespült, um eine Peakverbreiterung oder ein Lösungsmitteltailing zu vermeiden.
- gepulster Split – Dies ist ähnlich zum Split, außer, dass der Einlassdruck vor und während der Injektion erhöht wird und nach einer festgelegten Zeit wieder auf seinen Normalwert absinkt. Der Gesamtfluss wird ebenfalls erhöht, sodass sich das Split-Verhältnis nicht ändert. Diese Art von Programmierung ist unabhängig von der Programmierung für Säulenfluss bzw. Säulenvordruck.
- gepulster Splitless – wie gepulster Split, nur Splitless.

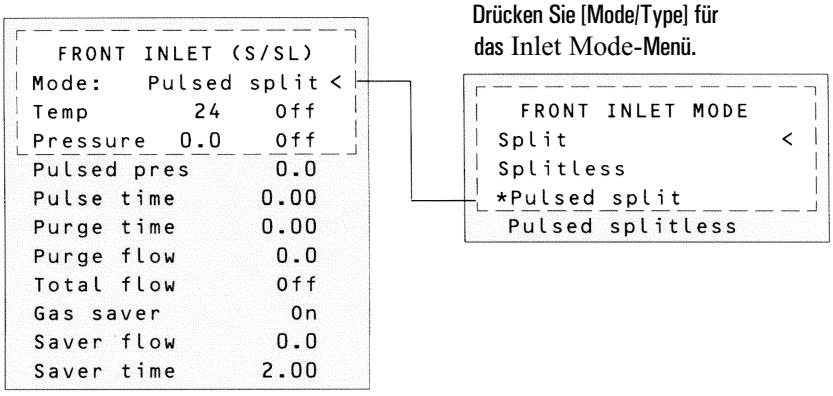
Der Split/Splitless-Injektor besitzt eine Gasspar-Funkton. Diese verringert den Trägergasfluss über den Splitausgang, sobald die Injektion abgeschlossen ist. Sie hat keinen Einfluss auf den Fluss durch die Säule.

Der Gasfluss für die Septenspülung wird für EPC-Einlässe automatisch eingestellt.

Die Einlasstemperatur kann gesteuert werden.

Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Einstellung der übrigen Einlassparameter

1. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet].
2. Fahren Sie mit dem Cursor in die Mode-Zeile.
3. Drücken Sie auf [Mode/Type], um das Menü für den Inlet Mode aufzurufen.



4. Wählen Sie mit dem Cursor den gewünschten Einlassmodus an. Bestätigen Sie über [Enter] und abhängig von Ihrer Auswahl kann sich der Inhalt der Steuerungstabelle für den Einlass verändern. Die veschiedenen Möglichkeiten bei definierter Säule werden auf der folgenden Seite dargestellt.
5. Fahren Sie mit dem Cursor auf Temp. Geben Sie die gewünschte Temperatur an. Drücken Sie [Enter].
6. Wenn Sie die Option Split gewählt haben und die Säule definiert ist, können Sie das Split-Verhältnis direkt eingeben.

Weitere Informationen finden Sie unter „Grundlagen zu Einlasssystemen“.

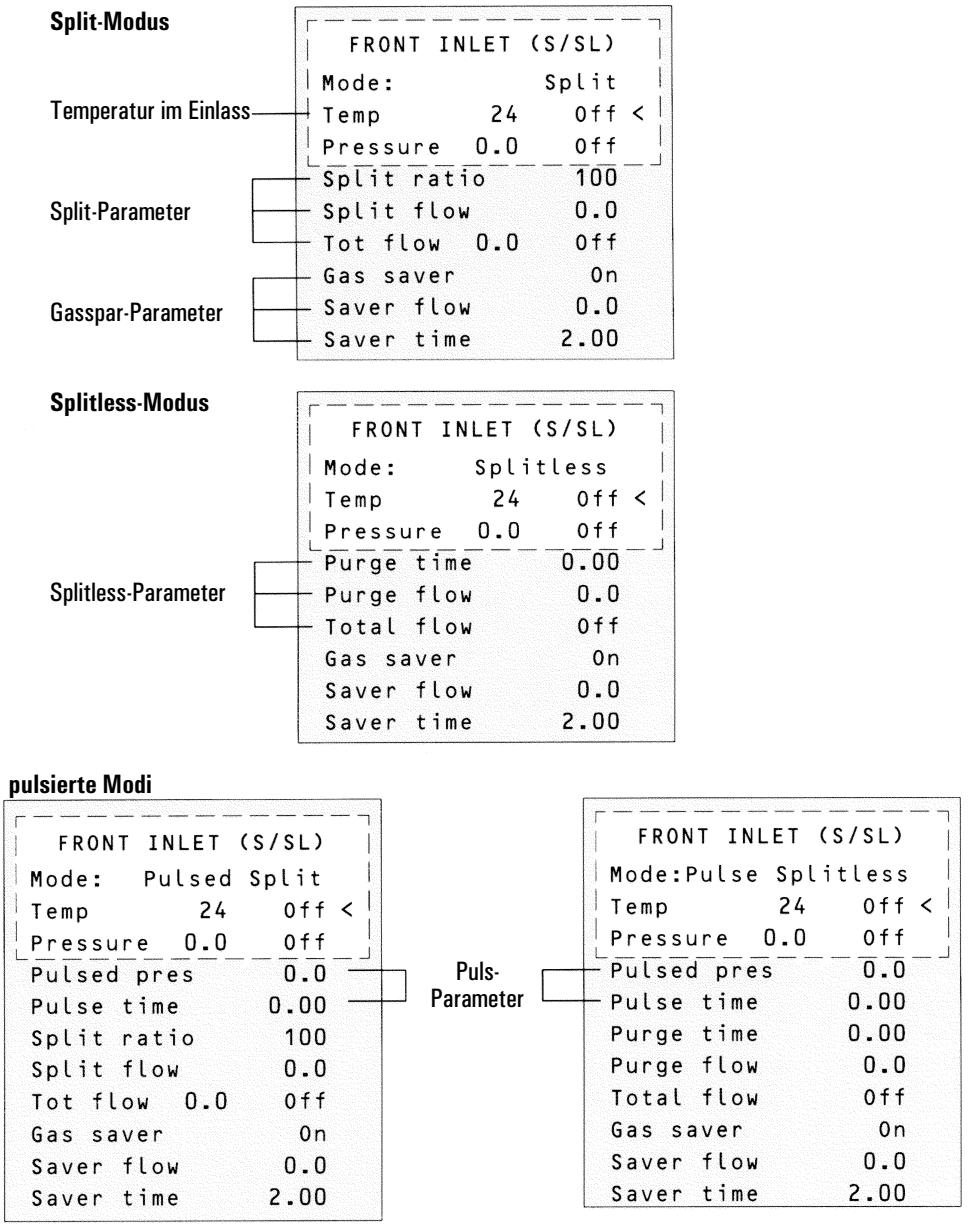


Abbildung 6 Steuerungstabellen für Split/Splitless-Injektoren

Detektoren

Obwohl EPC-Detektoren mit eingebauten Druckreglern ausgestattet sind, benötigen Sie dennoch externe Regler, damit die Elektronik mit einer stabilen Gasversorgung arbeiten kann.

Wenn Sie Filter zum Reinigen der Gase aus der Gasversorgung verwenden, sollten diese sich so nah wie möglich an der Rückwand des GC befinden.

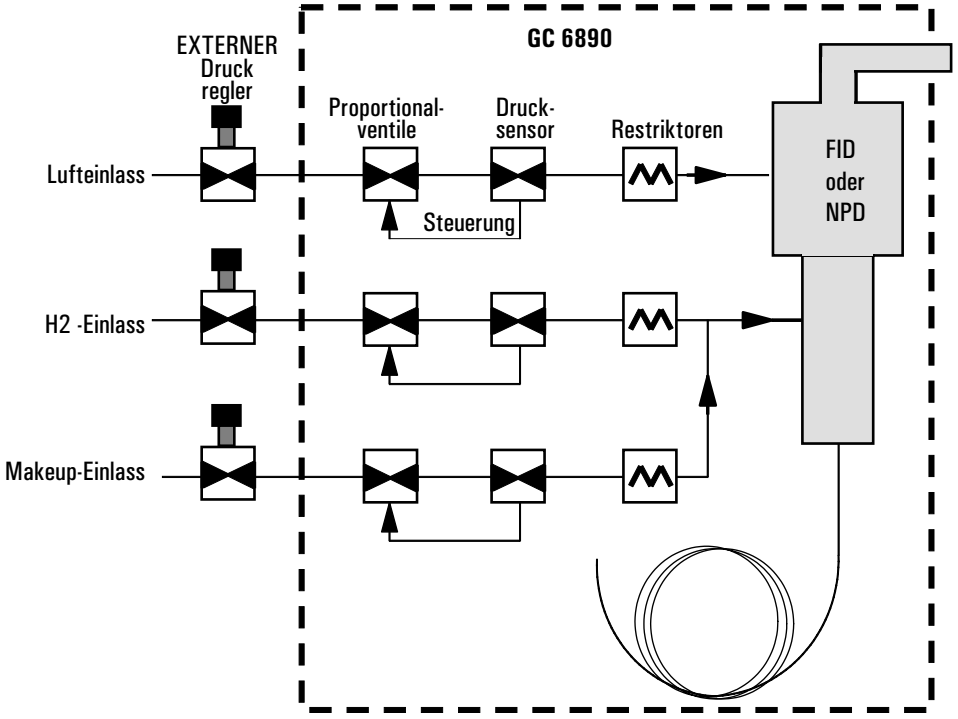


Abbildung 7 Interne und externe Gasleitungen: FID und NPD *mit* EPC

Weitere Informationen finden Sie unter „Der Flammenionisations-Detektor“, „Der Stickstoff-Phosphor-Detektor“.

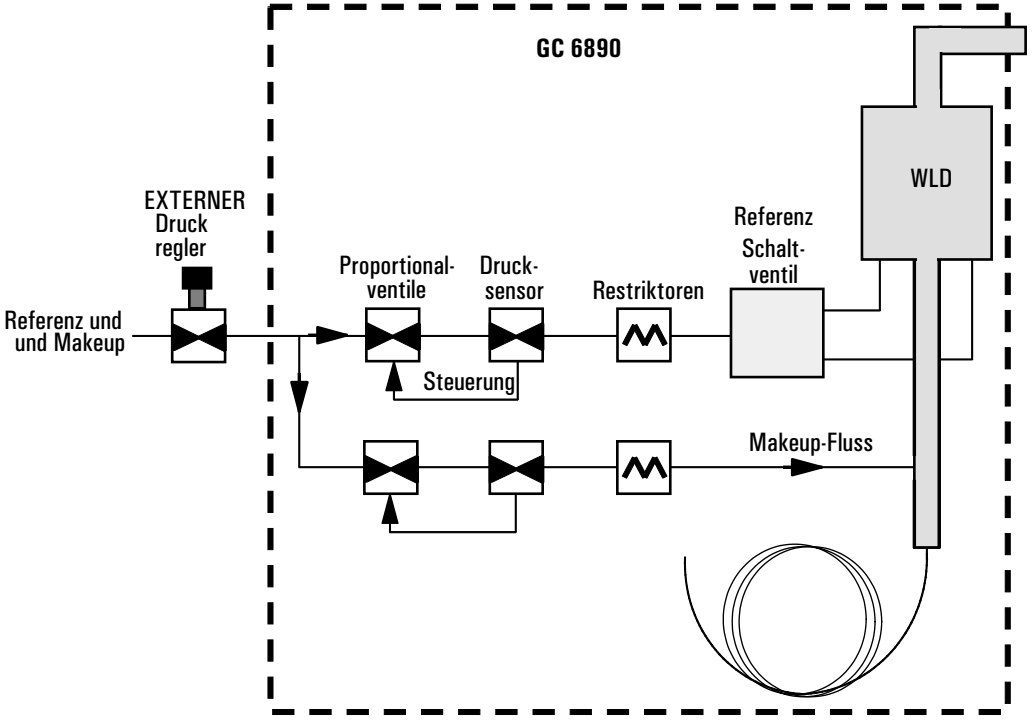


Abbildung 8 Interne und externe Gasleitungen TCD *mit* EPC

Weitere Informationen finden Sie unter „Der Wärmeleitfähigkeits-Detektor“.

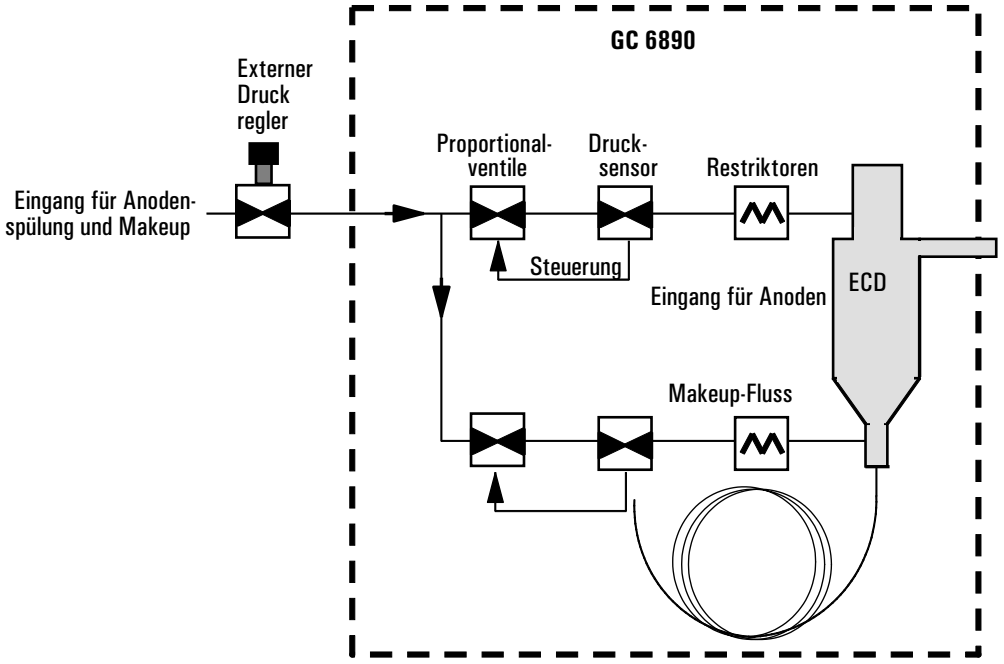


Abbildung 9 Interne und externe Gasleitungen ECD *mit* EPC

Weitere Informationen finden Sie unter „Der Elektroneneinfang-Detektor“.

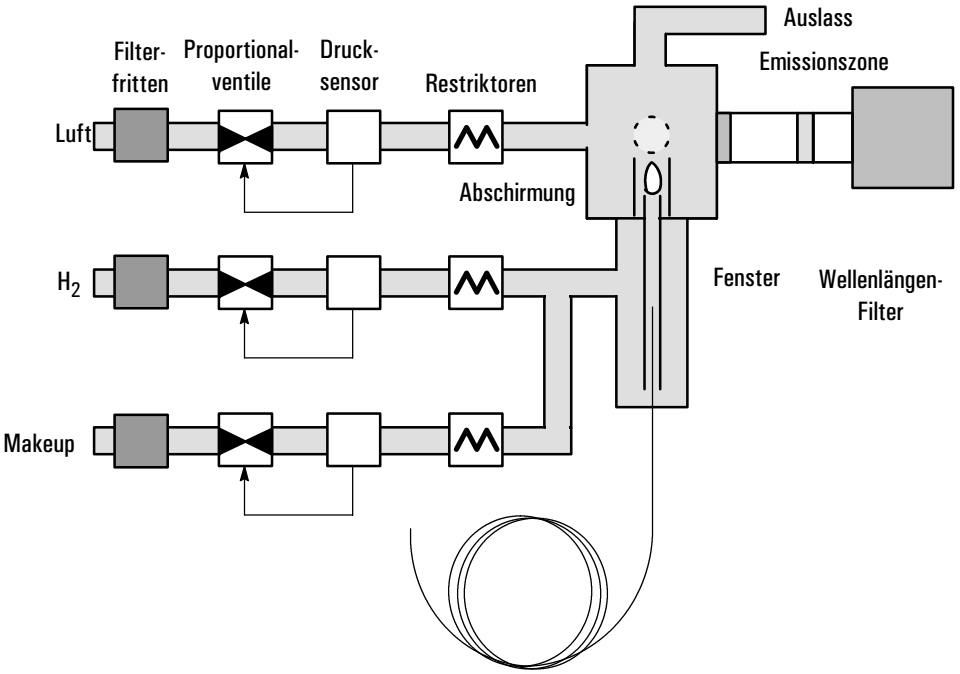


Abbildung 10 Interne und externe Gasleitungen: FPD *mit* EPC

Weitere Informationen finden Sie unter „Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)“.

Gaskonfigurierung

Der GC ist darauf eingestellt, dass Wasserstoff an den H_2 -Eingängen des FID, FPD und NPD und Luft an den Luft-Eingängen (siehe die Beschriftung an den EPC-Gasmodulen) angeschlossen ist.

Einige Eingänge ermöglichen den Anschluss verschiedener Gase. In diesen Fällen (zumeist Makeup-Gase) müssen Sie das Gas über [Config] genauer bestimmen.

Makeup-Gas

Sie können zwischen einem konstanten Makeup-Fluss oder einem konstanten Fluss (Makeup- + Säulenfluss) auswählen. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Der Flammenionisations-Detektor“, „Der Wärmeleitfähigkeits-Detektor“, „Der Stickstoff-Phosphor-Detektor“, „Der Elektroneneinfang-Detektor“,

„Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)“, da die Makeup-Gase vom Detektortyp abhängen.

Zusatzversorgungen

Als Option sind drei weitere Steuerkanäle für zusätzliche Drücke erhältlich. Sie werden über die Tabellen Aux 3, Aux 4 und Aux 5 gesteuert (Aux 1 und 2 sind Heizsteuerungen).

Wenn bei der Konfigurierung der Säule einer der zusätzlichen Kanäle als Einlass definiert wurde, ist darüber genauso eine Laufzeitprogrammierung und die Programmierung eines dreistufigen Verlaufs möglich. Der häufigste Fall, in dem dies genutzt wird, ist der Einsatz eines Probenaufgabeventils.

Die zusätzlichen Kanäle werden über einen Drucksollwert gesteuert. Für die korrekte Funktion muss der Flusswiderstand jenseits des Flusssensors angemessen sein. Für jeden der Kanäle gibt es daher einen Frittrestriktor am Gasverteiler. Vier Fritten sind erhältlich:

Markierung der Fritte	Flusswiderstand	Bestellnr.
blauer Punkt	groß	19234-60660
roter Punkt	mittel	19231-60770
brauner Punkt	gering	19231-60610
keine (Messingleitung)	null	G1570-20540

Beim Versand befindet sich in allen drei Kanälen eine rot markierte Fritte.

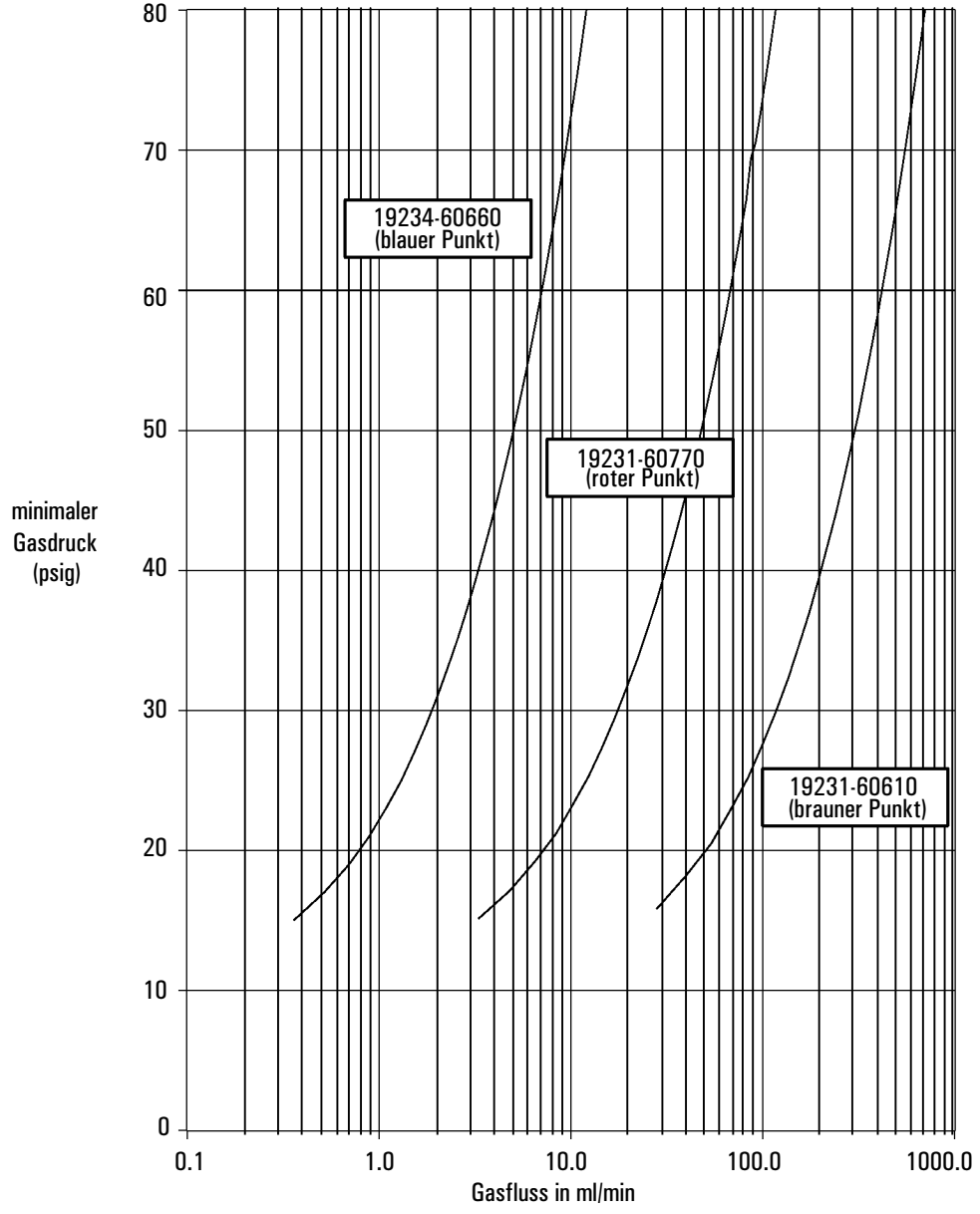
Die beiden folgenden Abbildungen veranschaulichen die ungefähren Druck-/Fluss-Verhältnisse für jede der drei markierten Fritten. Dabei wird davon ausgegangen, dass jenseits der Fritten kein signifikanter zusätzlicher Widerstand mehr auftritt.

Wenn die widerstandslose Fritte installiert ist, muss der Anwender einen Widerstand aufbauen und die Druck-/Fluss-Verhältnisse erzeugen.

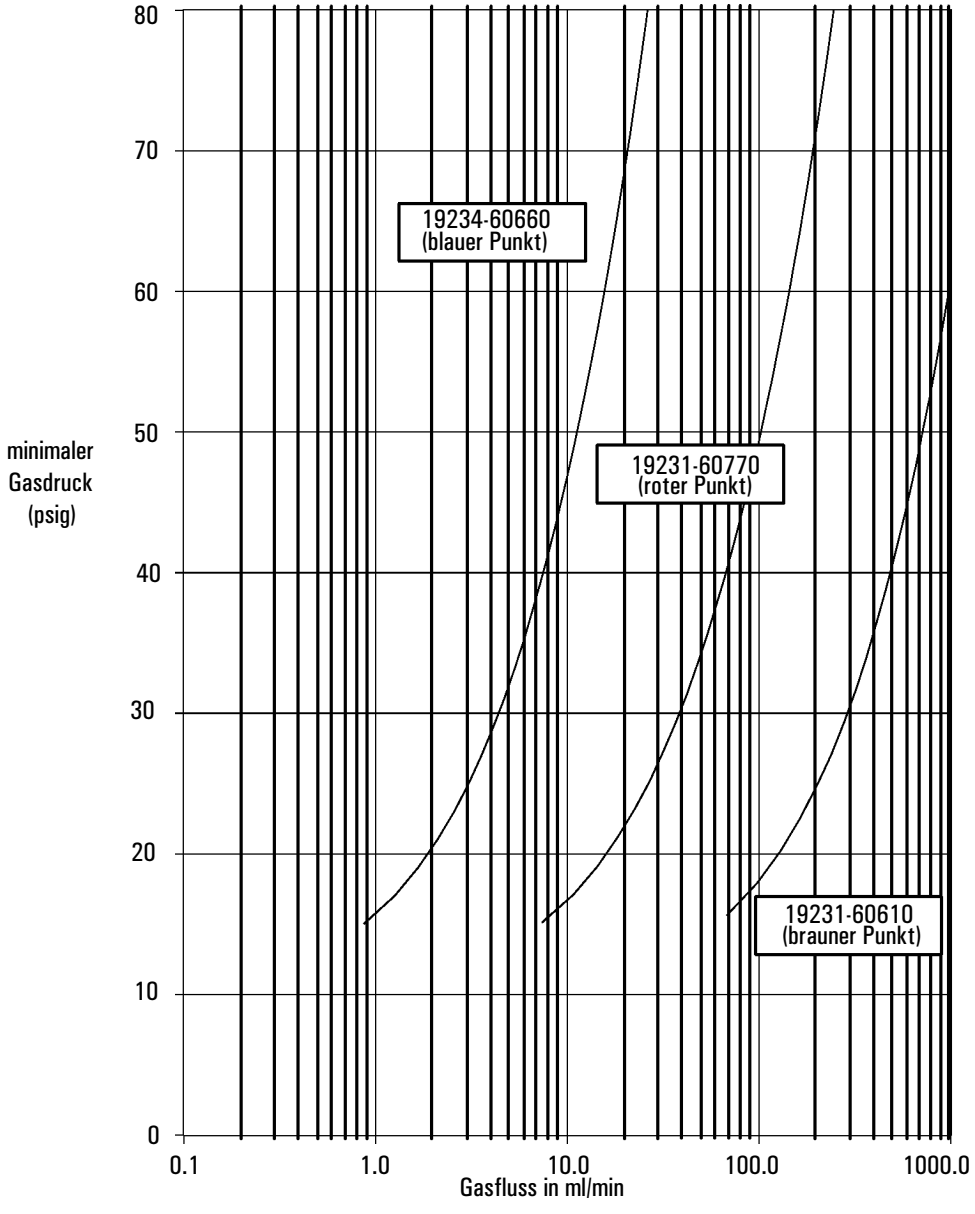
WARNUNG

Beim Einsatz von Wasserstoff können gefährlich hohe Flüsse auftreten, wenn der Flusswiderstand nach der Gasversorgung zu gering ist. Daher sollte bei Wasserstoff immer eine blaue oder eine rote Fritte verwendet werden.

Druckanforderungen für die AUX EPC-Flussrestriktoren
mit Luft, Stickstoff oder Helium
(Normalbedingungen: 25°C, 1 atm)

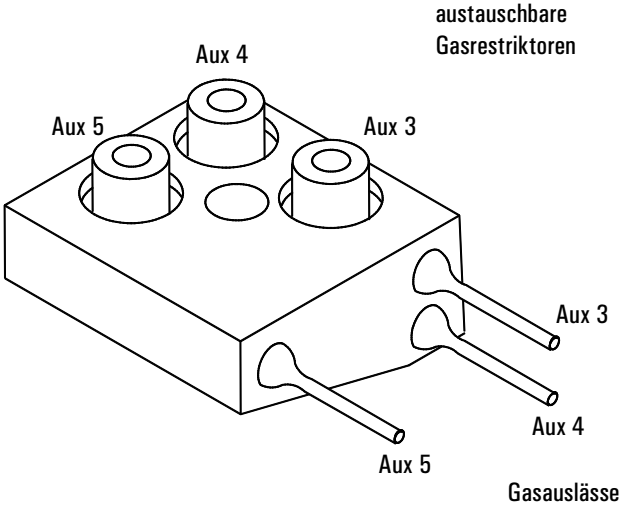


Druckanforderungen für die AUX EPC-Flussrestriktoren
mit Wasserstoff
(Normalbedingungen: 25°C, 1 atm)



Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zum Auswechseln einer Fritte in der Zusatzvesorgung

1. Lokalisieren Sie den Block, über den die Ausgänge der drei zusätzlichen Gasversorgungen an das Pneumatikmodul angeschlossen sind.
2. Entfernen Sie die Schrauben, mit denen der Block am Pneumatikmodul befestigt ist. Ziehen Sie den Block heraus und drehen Sie ihn so, dass die Fritten nach oben weisen.



3. Ziehen Sie die Fritte, die ausgetauscht werden soll, aus dem Block heraus. Entfernen Sie auch den O-Ring, der sie abdichtet.
4. Schieben Sie einen O-Ring über die neue Fritte. Setzen Sie beides in den Block ein.
5. Verbinden Sie den Block wieder mit dem Pneumatikmodul. Ziehen Sie die Schrauben fest an.

Beibehalten der EPC-Kalibrierung

Die EPC-Steuermodule enthalten Fluss- und Steuersensoren, die werkseitig kalibriert sind. Die Empfindlichkeit (Steigung der Kurve) ist sehr stabil, aber der Nullpunkt muss ab und zu abgeglichen werden.

Flusssensoren

Die Module für den Split/Splitless und den Purged Packed-Einlass sind mit Flusssensoren ausgestattet. Wenn die Funktion Auto flow zero eingeschaltet ist (siehe Seite 55), können sie nach jedem Lauf automatisch auf ihren Nullpunkt eingestellt werden. Dieser Weg ist zu empfehlen. Allerdings können sie auch manuell auf Null eingestellt werden, was auf der nächsten Seite beschrieben wird.

Drucksensoren

Alle EPC-Steuermodule sind mit Drucksensoren ausgestattet. Sie können einzeln oder als Gruppe auf ihren Nullpunkt eingestellt werden. Es gibt keine automatische Nullpunkteinstellung für Drucksensoren.

Nullabgleich

WICHTIG Zur Einstellung der Flusssensoren auf ihren Nullpunkt muss das Trägergas angeschlossen und aufgedreht sein. Für den Nullabgleich der Drucksensoren muss das Gassteuermodul von der Gasversorgung getrennt sein.

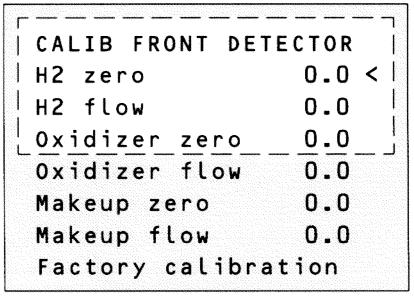
Tabelle 9 Nullintervalle für Fluss- und Drucksensoren

Sensorart	Modulart	Nullintervall
Fluss	beliebig	verwenden Sie Auto flow zero
Druck-	Einlass	
	gepackte Säulen	alle 12 Monate
	kleine Kapillarsäulen (ID 320 µm oder weniger)	alle 12 Monate
	große Kapillarsäulen (ID > 320 µm)	im 3. Monat, im 6. Monat, dann alle 12 Monate
	Zusatzversorgungen	alle 12 Monate
	Detektorgase	alle 12 Monate

Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Nullpunkteinstellung von Fluss- und Drucksensoren

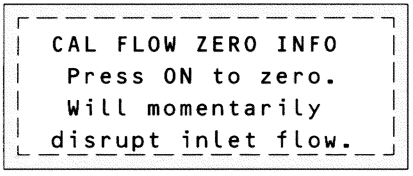
Nullabgleich von Fluss- oder Drucksensoren auf einem bestimmten Modul

1. Drücken Sie [Options], wählen Sie Calibration an und drücken Sie [Enter].
2. Fahren Sie mit dem Cursor auf das gewünschte Modul und drücken Sie [Enter].

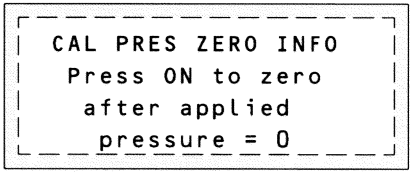


Achtung: Nach der Flusskalibrierung wird die Factory Calibration durch die Zeit und das Datum der Rekalibrierung ersetzt.
Um die werkseitige Kalibrierung wiederherzustellen, wählen Sie die Zeile mit der Zeit und dem Datum an und drücken [Delete]. Dies löscht die Benutzerkalibration.

3. Fahren Sie mit dem Cursor eine Null-



oder

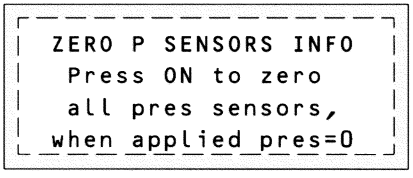


4. Drücken Sie [Clear] zum Abbrechen.
5. Sorgen Sie für den Nullabgleich für die Trägergaszufuhr.
6. Drücken Sie [On] für den Abgleich.

4. Drücken Sie [Clear] zum Abbrechen.
5. Sorgen Sie vor dem Nullabgleich für die Trennung von der Gasversorgung.
6. Drücken Sie [On] für den Abgleich.

Nullabgleich der Drucksensoren aller Module

1. Drücken Sie [Options], fahren Sie Diagnostics an und drücken Sie [Enter].
2. Blättern Sie zu Obere Elektronik- und drücken Sie [Enter].
3. Fahren Sie mit dem Cursor auf Pneumatics Board und drücken Sie [Enter].
4. Fahren Sie mit dem Cursor auf Zero all p sensors und drücken Sie [Info].



5. Drücken Sie [Clear], um abzubrechen.
6. Sorgen Sie vor dem Nullabgleich für die Trennung aller Module von der Gasversorgung.
7. Drücken Sie auf [On] für den Abgleich oder [Clear], um abzubrechen.

Nicht-EPC-Steuerung

Steuerungstabellen für die Gase von Nicht-EPC-Einlässen können den Ein/Aus-Status regeln, aber keine Flussraten oder Drücke steuern. Diese müssen manuell eingestellt und mit Hilfe eines Blasen-Flussmeters oder eines anderen Flussmessgerätes überprüft werden. Zur Bedienung des Blasen-Flussmeters schlagen Sie bitte auf Seite 97 nach.

Einlässe

Druckregler, Flusssteuerungen und andere Steuerungen für EPC-Probeneinlässe befinden sich auf der linken Seite des GC. Hinweise zu deren Bedienung finden Sie unter „*Grundlagen zu Einlasssystemen*“.

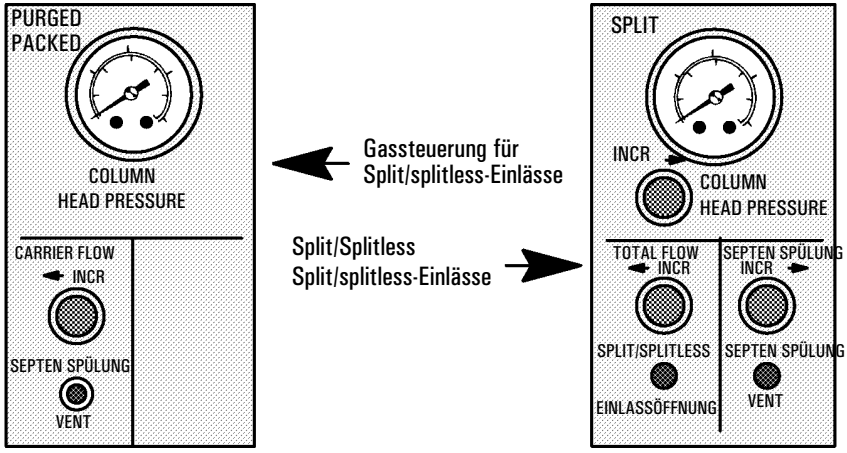


Abbildung 11 Gassteuerungen von Nicht-EPC-Einlässen

Septenspülungs

Die Septenspülung wird für nicht EPC-gesteuerte Purged Packed-Einlässe automatisch eingestellt; sie kann über eine Ablassöffnung auf der Vorderseite des Gerätes gemessen werden. Beim nicht EPC-gesteuerten Split/Splitless-Einlass wird die Septenspülung vom Anwender eingestellt.

Bestimmung der Flussraten

In diesem Abschnitt wird beschrieben, wie Flussraten im GC gemessen werden können und wie diese Messergebnisse für die GC-Bedingungen angewendet werden können. Wenn Sie einen GC mit EPC verwenden, werden Sie feststellen, dass die Gasfluss- und Drucksensoren im GC oft genauer messen als die Standard-Durchflussmesser. Wenn der GC einen **kalibrierten** Fluss oder Druck aufgebaut hat, zeigt Ihnen eine Messung mit einer Abweichung von wenigen Prozent, dass die GC-Leitungen ordnungsgemäß funktionieren und nicht ausgetauscht werden müssen (Umrechnung auf NPT; siehe Seite 100).

Bestimmung der Flussraten mit dem Blasen-Flussmeter

Ein Blasen-Flussmeter ist ein einfaches aber zuverlässiges Gerät zur Bestimmung von Flussraten. In einem Glasrohr wird eine Seifenblase durch den Fluss nach oben getrieben. Da sie als Barriere wirkt, entspricht ihre Bewegung der Flussgeschwindigkeit des Gases durch das Rohr. Die meisten Blasen-Flussmeter haben Bereiche mit unterschiedlichen Durchmessern, sodass unterschiedliche Flussraten bequem gemessen werden können.

Ein Blasen-Flussmeter mit Bereichen von 1, 10 und 100 ml/min ist sowohl für niedrige (z.B. Trägegas) als auch für hohe Flussraten (z.B. Luft für einen FID) geeignet.

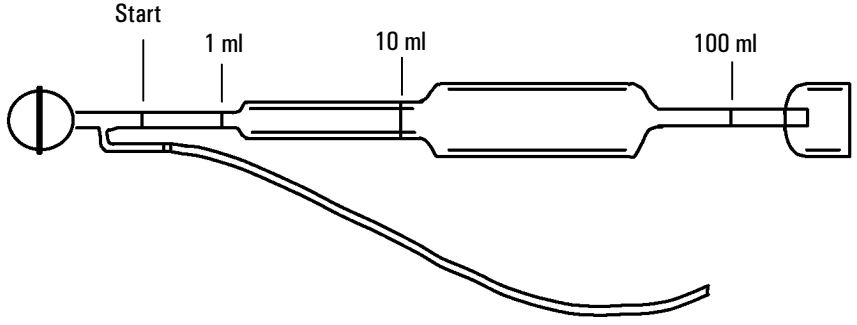
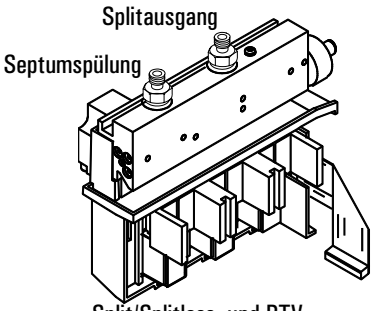


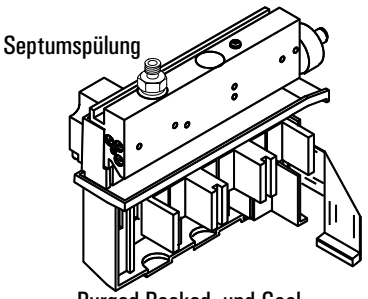
Abbildung 12 Blasen-Flussmeter mit drei Bereichen

Wo Flüsse gemessen werden

EPC-Einlässe – die Flüsse für die Septenspülung und den Split werden über das Pneumatikmodul im oberen Bereich der GC-Rückseite abgelassen.



Split/Splitless- und PTV-Pneumatikmodule



Purged-Packed- und Cool On-Column-Pneumatikmodule

Detektoren – Messen Sie alle Flüsse einschließlich des Trägergasflusses am Detektorausgang. Mithilfe der Steuerungstabelle können Sie jeweils ein Gas auswählen.

Nicht-EPC-Einlässe – Die Ausgangsöffnungen befinden sich auf der Geräte-vorderseite. Siehe Abbildung 11.

Adapter für Flussmessungen

Ein Gummi-Adapterschlauch passt direkt auf die Ausgangsöffnung eines NPD, ECD oder WLD.

Für den FID und ähnliche Detektoren gibt es einen speziellen Adapter zur Flussmessung. Schieben Sie den Adapter so weit wie möglich in die Ausgangsöffnung des Detektors. Wenn der O-Ring in die Auslassöffnung gedrückt wird, ist anfangs

ein Widerstand zu spüren. Drehen und drücken Sie den Adapter während des Einführens, um sicherzustellen, dass der O-Ring gut abdichtet.

Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Flussratenbestimmung mit einem Blasen-Flussmeter

Benötigtes Material:

- Blasen-Flussmeter mit Einteilungen für 1, 10 und 100 ml. Der Gummibalg muss halb mit Seifenlauge gefüllt sein.
- Adapter für den Detektor oder die Auslassöffnung
- interne Stoppuhr des GC

WARNUNG Messen Sie Wasserstoff niemals zusammen mit Luft oder Sauerstoff. Dabei können explosive Gemische entstehen, die sich an der automatischen Zündung entflammen können.

Um diese Gefahren zu vermeiden, sollten Sie Folgendes tun:
Schalten Sie die automatische Zündung aus, bevor Sie anfangen.
Messen Sie die Gase immer getrennt voneinander.

1. Schließen Sie den Einlassschlauch des Blasen-Flussmeters an den Anschluss an, an dem der Fluss gemessen werden soll. Verwenden Sie, wenn nötig, den entsprechenden Adapter.
2. Halten Sie den Blasen-Flussmeter aufrecht – erzeugen Sie durch Drücken des Gummibalgs Seifenblasen. Das sollte vor der Messung einige Male wiederholt werden, um die Innenseite des Blasen-Flussmeters zu befeuchten.
3. Drücken Sie auf [Time], um die Stoppuhr aufzurufen. Erzeugen Sie eine Seifenblase.
4. Sobald der Meniskus der Blase die Startlinie passiert, starten Sie die Stoppuhr über [Enter].
5. Sobald der Meniskus der Blase die 1 ml-, 10 ml- oder 100 ml-Markierung passiert, wird die Stoppuhr durch [Enter] angehalten.

6. Berechnen Sie aus dem Wert von 1/t die Flussrate in ml/min:
   - Wenn Sie die 1 ml-Linie benutzt haben, entspricht die Flussrate in ml pro min = 1/t.
   - Wenn Sie die 10 ml-Linie benutzt haben, entspricht die Flussrate in ml pro min = 10× 1/t.
   - Wenn Sie die 100 ml-Linie benutzt haben, entspricht die Flussrate in ml pro min = 100× 1/t.
7. Drücken Sie auf [Clear], um die Stoppuhr zurückzusetzen. Wiederholen Sie die Flussmessung zur Bestätigung mindestens einmal.

Auslegung der Flussmessung

Mit Blasen-Flussmetern lassen sich Flussraten bezogen auf die gegebene Temperatur und den gegebenen Atmosphärendruck bestimmen. Elektronische Flussmessgeräte können auf andere Temperaturen als 25°C oder andere Drücke als 1 atm kalibriert sein. Im GC-Display werden jedoch die Werte auf Normalbedingungen (NTP) korrigiert angezeigt. Wenn Sie die Flussraten an Ihrem Flussmesser nicht auf NTP einstellen, wird die Anzeige nicht mit dem GC übereinstimmen.

Um die Flussrate auf NPT umzurechnen (25°C und 1 Atmosphere), müssen Sie folgende Werte kennen:

- den gegebenen Atmosphärendruck oder den kalibrierten Druck des elektronischen Messgerätes,
- die Temperatur des Blasen-Flussmessers zurzeit der Messung oder die Kalibriertemperatur des elektronischen Messgerätes.

Die Umrechnung erfolgt über:

$$\textbf{Flussrate bei NTP} = \frac{\textbf{Flussrate}_{\textbf{örtl.}} \textbf{ x 298 x Druck}_{\textbf{örtl.}}}{\textbf{Temperatur}_{\textbf{örtl.}}}$$

Wobei:

Flussrate bei NTP	der Flussrate in ml/min auf Normaltemperatur (25°) und -druck (1 atm) korrigiert entspricht
$\text{Flussrate}_{\text{örtl.}}$	der mit dem Blasen-Flussmeter bestimmten Flussrate in ml/min entspricht
$\text{Temperatur}_{\text{örtl.}}$	der Temperatur des Blasen-Flussmessers zurzeit der Messung oder der Kalibriertemperatur des elektronischen Messgerätes entspricht. Sie muss in Kelvin angegeben werden (Kelvin = °Celsius + 273).
$\text{Druck}_{\text{örtl.}}$	dem gegebenen Atmosphärendruck zurzeit der Messung oder der Kalibriertemperatur des Messgerätes entspricht. Er muss in Atmosphären angegeben sein (1 atm = 1,01325 bar = 760 Torr = 760 mm Hg (bei 0°C) = 101,325 kPa = 14,7 psi).

Fluss- und Druckprobleme

Ein Gas erreicht seinen Fluss- oder Drucksollwert nicht

Es kann vorkommen, dass ein Gas den über die Tastatur eingegebenen Drucksollwert nicht erreicht. Wenn dies bei einem EPC-Einlass der Fall ist, erfolgt nach einer gewissen Zeit, abhängig von der Einlassart, eine automatische Abschaltung:

Art des Einlasses	Zeit bis zur Abschaltung
Purged Packed, Cool On-Column	2 Minuten
Split/splitless, PTV, Volatiles Interface	5,5 Minuten
Auxiliary	4 Minuten

- Der Vordruck durch die Gasversorgung ist für den Sollwert zu niedrig. Der Druck der Gasversorgung sollte um mindestens 10 psi höher liegen als der gewünschte Sollwert.
- Das System weist eine große Undichtigkeit auf. Suchen Sie die Undichtigkeit mit einem elektronischen Lecksensor und beseitigen Sie diese. Vergessen Sie nicht, die Säule zu überprüfen. Eine zerbrochene Säule stellt ein ziemlich großes Leck dar.
- Wenn Sie die Gasspar-Option verwenden, müssen Sie darauf achten, dass die Flussrate durch die Gas-Sparung hoch genug ist, um den höchsten Säulenvordruck zu halten, der im Lauf einer Analyse auftritt.
- Der Fluss ist für die eingesetzte Säule zu niedrig.
- Die Säule ist verstopft oder falsch eingebaut.
- Der Drucksensor für den Einlass oder den Detektor funktioniert nicht richtig. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.

Wenn Sie einen Split/Splitless- oder PTV-Injektor oder ein Volatiles Interface verwenden:

- kann das Split-Verhältnis zu gering sein. Erhöhen Sie den Splitfluss,
- kann das Proportionalventil zur Einlasssteuerung verstopft oder defekt sein. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.

Wenn Sie einen Purged Packed- oder Cool On-Column-Injektor verwenden:

- Das Proportionalventil zur Einlasssteuerung kann verstopft oder defekt sein. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.

Ein Gas überschreitet seinen Fluss- oder Drucksollwert

- Der Drucksensor der Gerätekomponente kann defekt sein. Das Proportionalventil zur Einlasssteuerung kann verstopft oder defekt sein. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.

Wenn Sie einen Split/Splitless- oder PTV-Injektor oder ein Volatiles Interface verwenden:

- Das Split-Verhältnis ist zu hoch. Verringern Sie das Split-Verhältnis.
- Das Proportionalsteuerventil öffnet sich nicht mehr. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.
- Der Filter der Split-Leitung ist verstopft. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.

Wenn Sie einen Purged Packed- oder Cool On-Column-Injektor verwenden:

- Das Proportionalsteuerventil schließt sich nicht mehr. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.

Der Einlassdruck oder -fluss schwankt

Druckschwankungen am Systemeinlass führen zu Veränderungen der Flussrate und der Retentionszeiten innerhalb eines Laufes.

- Im Flusssystem befindet sich eine kleine Undichtigkeit. Suchen Sie die Undichtigkeit mit einem elektronischen Lecksensor und beseitigen Sie diese. Sie sollten auch nach Leckagen in den Leitungen der Gasversorgung suchen.
- Im Split/Splitless- oder PTV-Injektor treten Restriktionen auf, wie eine Verstopfung des Liners oder des Split-Auslassfilters. Vergewissern Sie sich, dass

Sie den richtige Liner verwenden. Ersetzen Sie die Liner, die aufgrund ihrer Bauweise oder der dichten Packung zu großen Druckabsenkungen führen können. Wenn der Liner keine Probleme zu verursachen scheint, kann der Split-Auslassfilter verstopft sein. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.

- Extreme Veränderungen der Raumtemperatur während des Laufes: Beseitigen Sie das Temperaturproblem im Labor oder bringen Sie das Gerät in einem ausgeglicheneren Raum unter.
- In das System sind große Volumina eingebracht worden (was z.B. bei einem Probenaufgabevenil der Fall ist). Verringern Sie das Probenvolumen. Verwenden Sie EPC-Einlässe, die Druck- und Temperaturschwankungen ausgleichen.

Der gemessene Fluss entspricht nicht dem dargestellten Fluss

Wenn Sie die Flüsse am Einlass mit einem Blasen-Flussmeter prüfen und auf NTP-Bedingungen umrechnen, kann es vorkommen, dass dieser Wert nicht mit dem Wert auf dem GC-Display übereinstimmt.

- Die Einträge für die Säulenlänge, den Innendurchmesser oder die Gasart sind inkorrekt. Geben Sie die richtige Konfigurierung ein. Drücken Sie für die Säulenangaben auf [Config] [Column 1] oder [Config] [Column 2]. Drücken Sie auf [Config] [Front Inlet] oder [Config] [Back Inlet], um die Gasart einzugeben. Wenn ein beträchtliches Stück der Kapillarsäule abgeschnitten wird, entspricht die aktuelle Länge nicht mehr dem ursprünglichen Wert. Folglich muss die Säule mit einer neuen Länge definiert werden.
- Nach der Auswahl des konstanten Flussmodus wurde kein neuer Drucksollwert eingegeben. Geben Sie jedes Mal, wenn Sie den konstanten Flussmodus ein- oder ausstellen, einen neuen Drucksollwert ein.
- Es wurde eine kurze (<15 m) 0,58 bis 0,75 mm ID WCOT-Säule mit dem Split/Splitless-Kapillareinlass verwendet. Die Steuerung für den Gesamtfluss ist auf hohe Flussraten eingestellt, was zu Drucksteigerungen am Einlass und zu einem Säulenfluss führt, selbst wenn diese mit Null vorgegeben wurden. (In solchen Situationen kann ein tatsächlicher Druck im Display angezeigt

werden, selbst wenn als Sollwert Null vorgegeben ist.) Bei kurzen 530 bis 750 mm-Säulen sollte der Gesamtfluss so niedrig wie möglich gehalten werden (z.B. auf 20 bis 30 ml/min). Installieren Sie eine längere Säule mit höherem Widerstand (z.B. 15 bis 30 m).

- Der Splitauslass kann teilweise verstopft sein, wodurch ein höherer tatsächlicher Einlassdruck entsteht, als durch den Sollwert vorgegeben ist. Ersetzen Sie die Leitung des Splitauslasses.
- Es wird ein massenselektiver Detektor verwendet und die Vakuumkompensation ist nicht angewählt.

4 Der Säulenofen

Funktionalität des Ofens

Ofensicherheit

Konfigurierung des Ofens
Verfahren zum Einstellen eines isothermischen Laufes

Durchführen eines Laufes mit Temperatur-Programmierung
Sollwerte für Ofentemperatur-Programme
Raten für Ofentemperaturstufen
Verfahren zur Programmierung einer einzelnen Rampe
Verfahren zur Programmierung mehrerer Rampen in einem Lauf

Schnelle Chromatographie
Ofen mit Schnellaufheizung
Konfigurierung des Ofens

Verwendung des Ofeneinsatzes für schnelle Chromatographie
Installation des Ofeneinsatzes
Entfernen des Einsatzes

Kryobetrieb
Sollwerte für die Kryosteuerung

Der Säulenofen

Funktionalität des Ofens

Funktionen	Bereich
Zulässiger Bereich	–80°C (flüssiges N_2) oder –60°C (CO_2) bis zum konfigurierten Grenzwert
Maximale Temperatur	450°C
Temperaturprogrammierung	Bis zu sechs Rampen
Maximale Laufzeit	999.99 Minuten
Temperaturrraten für die Rampen	0 bis 120°C/min, je nach Gerätekonfigurierung

Der Ofen ist mit zwei Einlässen und zwei Detektoren und entweder einer gepackten oder einer Kapillarsäule ausgestattet. Er besitzt vier Ventile in einer beheizten Box an seiner Oberseite und zwei Ventile innerhalb des Ofenraumes.

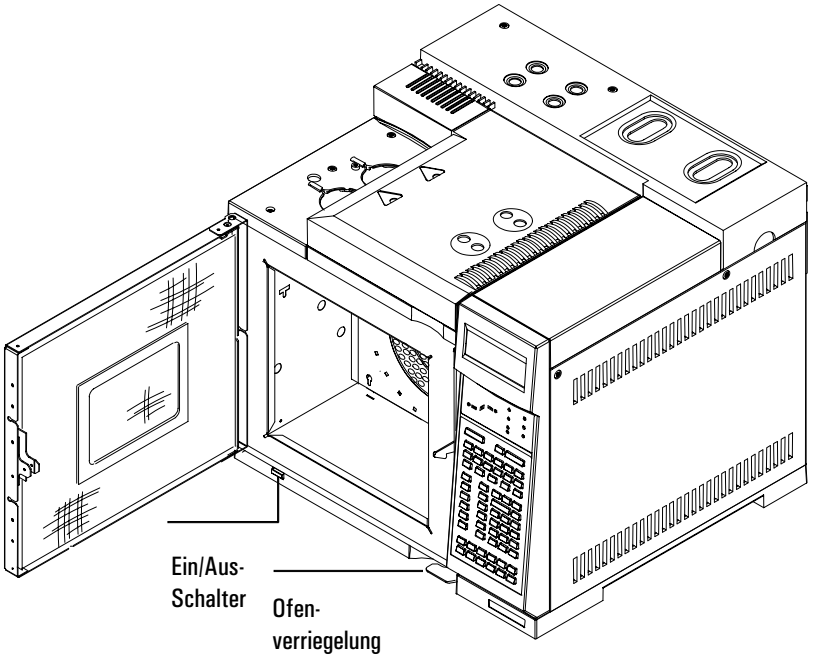


Abbildung 13 Säulenofen

Ofensicherheit

Aus Sicherheitsgründen wird beim Öffnen der Ofentür die Ofenheizung, der Lüfter und das Kryoventil (so vorhanden) abgeschaltet, wobei deren Sollwerte jedoch im Speicher bleiben.

Beim Schließen der Tür nimmt der Ofen wieder seinen normalen Betrieb auf.

Wenn der Ofen einen bestimmten Sollwert über der Umgebungstemperatur nicht erreichen oder halten kann, wird eine Störung detektiert und der Ofen abgeschaltet.

Folgende Probleme sind denkbar:

- die Lüftungsklappen des Ofens funktionieren nicht
- der Lüfter, der Heizer oder der Temperatursensor funktionieren nicht richtig
- Auftreten eines elektronischen Problems

Wenn es zu einer Abschaltung kommt, beginnt die Off-Zeile der Ofensteuerungstabelle zu blinken und der Ofen bleibt aus, bis er über [Oven] [On] oder Aufrufen des Temp-Sollwertes in der Ofensteuerungstabelle wieder eingeschaltet wird.

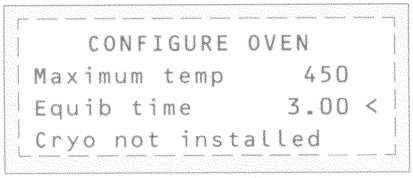
Wenn sich der Ofen selbst abschaltet, erscheint folgende Anzeige im Display:

Weitere Informationen zu Abschaltungen finden Sie unter „Shutdown“.

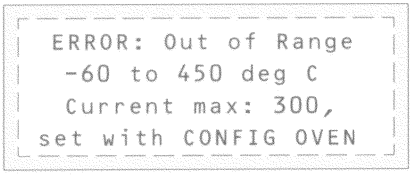
Konfigurierung des Ofens

In der Ofenkonfigurierung werden die maximale Temperatur, die Equilibrierzeit und die Sollwerte für die Kryokühlung (so vorhanden) vorgegeben.

Drücken Sie auf [Config] und [Oven]. Maximaler Sollwertbereich für temp: 70 bis 450°C.



Maximum temp gibt den maximal erlaubten Temperatursollwert wieder. Einige Bestandteile wie die Ventilbox, die Ventile und Säulen besitzen eigene Temperaturgrenzwerte. Wenn Sie Maximum temp konfigurieren, sollten diese Grenzwerte beachtet werden, damit die Ausstattung nicht beschädigt wird. Die Ofensollwerte werden bei ihrer Eingabe überprüft. Bei Überschreitung eines zuvor bestimmten Maximums erscheint eine Meldung im Display.

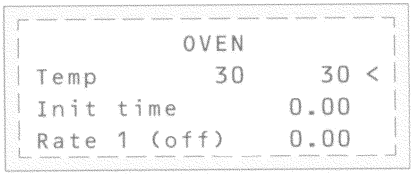


Equib time gibt die Zeit an, die der Ofen benötigt, um sich nach einer Temperaturveränderung zu equilibrieren. Die Equilibrierzeit beginnt, sobald die Ofentemperatur sich bis auf 1°C an die eingestellte Ofentemperatur angenähert hat. Der Sollwert für Equib time kann zwischen 0 und 999,99 Minuten liegen.

Verfahren zum Einstellen eines isothermischen Laufes

Unter einem isothermischen Lauf versteht man eine Analyse, bei der der Ofen auf einer konstanten Temperatur gehalten wird. Um einen isothermischen Lauf einzustellen, müssen Sie Rate 1 auf Null setzen.

1. Drücken Sie auf [Oven], um die Ofensteuerungstabelle aufzurufen.



2. Geben Sie die Ofentemperatur für den isothermischen Lauf ein. Beachten Sie, dass sich die aktuelle Temperatur und der Sollwert auf Ihrer Anzeige wahrscheinlich von denen des Beispiels unterscheiden.

3. Geben Sie die Zeit in Minuten ein (Init time), die der Ofen diese Temperatur halten soll. Diese Zeit entspricht der Laufzeit der Analyse.

4. Wenn Rate 1 nicht auf 0 steht, müssen Sie sie für einen isothermischen Lauf auf Null setzen.

Durchführen eines Laufes mit Temperatur-Programmierung

Sie können den Temperaturverlauf von einer Anfangstemperatur auf eine Endtemperatur in bis zu sechs Rampen programmieren.

Bei einem Temperatur-Programm mit einer einzelnen Rampe erhöht sich die Temperatur mit einer bestimmten Rate von einem Eingangswert auf einen Endwert, der über eine gewisse Zeit gehalten wird.

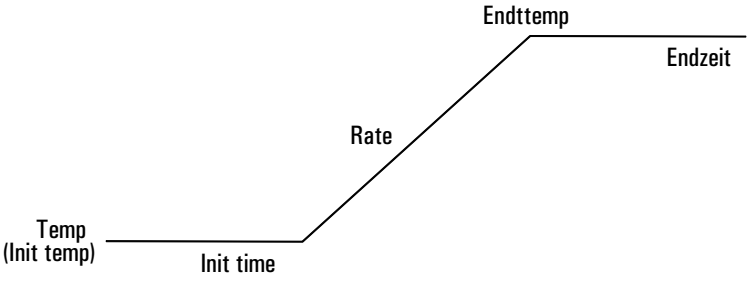


Abbildung 14 Einzelne Rampe

Ein Temperatur-Programm mit mehreren Rampen verläuft ähnlich. Sie können den Ofen von einer Eingangstemperatur auf eine Endtemperatur heizen, wobei mehrere Raten, Haltezeiten und Temperaturen dazwischen möglich sind. Der Temperaturverlauf kann auch für *Temperaturabsenkungen* in mehreren Rampen programmiert werden.

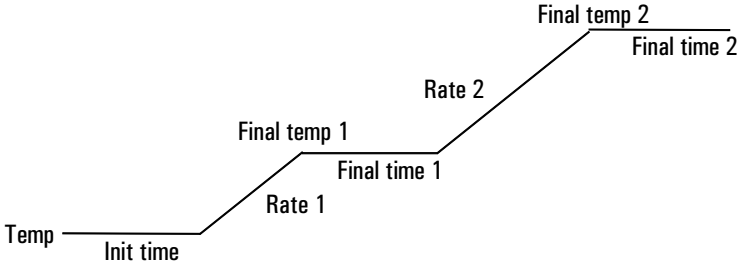


Abbildung 15 Mehrere Rampen

Sollwerte für Ofentemperatur-Programme

Temp – Starttemperatur des programmierten Temperaturverlaufs. Wenn das Programm startet, wird dieser Wert in den temporären Sollwert Init temp kopiert. Am Ende des Laufes wird Temp wieder auf den Wert, der in Init temp steht, gesetzt und der Ofen fährt auf seine Starttemperatur zurück.

Init temp – entspricht Temp außer bei programmierten Läufen (Init temp bleibt konstant; Temp verändert sich programmgemäß). Wird für Init temp ein anderer Wert eingegeben, ändert sich die Starttemperatur für den nächsten Lauf. Wird für Temp ein neuer Wert eingegeben, verändert sich die Temperatur sofort, aber der Wert wird nicht für den nächsten Lauf gespeichert.

Init time – Zeitdauer in Minuten, die der Ofen auf der Eingangstemperatur bleibt, nachdem ein programmierter Lauf gestartet wurde

Rate – die Rate in °C/min mit der der Ofen aufgeheizt oder abgekühlt wird

Final temp – Temperatur des Ofens am Ende der Heiz- oder Kühlrate

Final time – Zeitdauer in Minuten, die der Ofen auf der Endtemperatur einer programmierten Temperaturrate bleibt

Die Gesamtdauer eines Laufes hängt vom Ofentemperatur-Programm ab. Die maximale Laufzeit beträgt 999,99 Minuten. Wenn das Programm nach dieser Zeitspanne noch nicht abgeschlossen ist, wird der Lauf abgebrochen.

Raten für Ofentemperaturstufen

Für steile Ofenrampen (erfordern eine 240 V Spannungsversorgung), benötigen Sie Spannungen von ≥ 200 V bei Stromstärken von ≥ 15 Amp.

Die höchste Rate, die Sie erreichen können, hängt von vielen Faktoren ab: der Raumtemperatur, den Einlass- und Detektortemperaturen, der Anzahl von Komponenten im Ofen (Säulen, Ventilen, etc.) und davon, ob es sich um den ersten Lauf des Tages handelt oder nicht. Der zusätzlich erhältliche Ofeneinsatz für schnelle Chromatographie (siehe Seite 117), erhöht die Ofentemperaturraten für die hintere Säule. Tabelle 10 führt typische Werte auf.

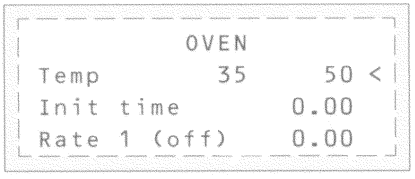
Tabelle 10 Raten für Ofenrampen

	100/120 V Ofentemperaturstufen (°C/ Minute)		200/220/230/240 V Ofentemperaturstufen (°C/ Minute)	
Temperatur-bereich (°C)	**Ohne Einsatz**	**Mit optionalem Einsatz**	**Ohne Einsatz**	**Mit optionalem Einsatz**
50 Um den 70	75	120	120	120
70 Um den1 15	45	95	95	120
115 Um den 175	40	65	65	110
175 Um den 300	30	45	45	80
300 Um den 450	20	35	35	65

Verfahren zur Programmierung einer einzelnen Rampe

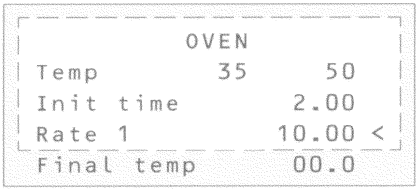
In diesem Beispiel wird die Ofentemperatur von 50°C auf 150°C mit einer Rate von 10°C/Minute erhöht.

1. Drücken Sie auf [Oven], um die Ofensteuerungstabelle aufzurufen.
2. Geben Sie eine Anfangstemperatur (Temp) ein.



3. Geben Sie die Zeit ein (Init time), die der Ofen auf Temp bleiben soll.

4. Geben Sie die Rate (Rate 1) ein, mit der die Ofentemperatur ansteigen soll.



5. Geben Sie die Endtemparatur (Final temp 1) ein.
6. Geben Sie eine Zeitdauer an (Final time 1), über die der Ofen diese Temperatur halten soll.

7. Um das Temperaturprogramm nach der ersten Rampe zu beenden, muss Rate 2 auf Null eingestellt werden.

Verfahren zur Programmierung mehrerer Rampen in einem Lauf

Stellen Sie die erste Ofenrampe entsprechend der Beschreibung auf der vorherigen Seite ein.

In einem Temperaturprogramm mit mehreren Rampen entspricht die Einstellung für Final time der ersten Rampe der Init time - Einstellung für die nächste Rampe. Somit gibt es nur eine Einstellung für Init time (vor Ramp 1).

1. Geben Sie die Rate (Rate 2) ein, mit der die Ofentemperatur für die zweite Rampe ansteigen soll.
2. Geben Sie die Endtemperatur (Final temp 2) ein.

3. Geben Sie eine Dauer in Minuten ein (Final time 2), die der Ofen die Endtemperatur halten soll.

4. Um das Temperaturprogramm nach Ramp 2 abzuschließen, setzen Sie den Wert für Rate 3 auf Null.

Für weitere Rampen werden die oben beschriebenen Schritte wiederholt.

Schnelle Chromatographie

Der GC 6890 verfügt über mehrere Optionen, mit denen Sie Durchsatz und Laufzeiten verbessern können. Dazu gehören der Ofen mit Schnellaufheizung (in einigen Ländern als Option erhältlich), der Ofeneinsatz für schnelle Chromatographie (siehe Seite 117) und die Kryokühlung (siehe Seite 120).

Ofen mit Schnellaufheizung

Für den Betrieb des Ofens mit Schnellaufheizung ist Folgendes erforderlich:

- Ein GC mit Ofen mit Schnellaufheizung. Die meisten GCs mit 200–240 V Spannung sind mit einem Ofen mit Schnellaufheizung ausgestattet. Für GCs mit US-amerikanischer, kanadischer, Schweizer, chinesischer oder australischer Spannungsoption muss der Ofen mit Schnellaufheizung zusätzlich bestellt werden, oder der vorhandene Ofen muss umgerüstet werden (dazu nehmen Sie bitte Kontakt mit dem Kundendienst von Agilent auf).
- Eine Netzspannung von ≥ 200 V bei ≥ 15 Ampere ist notwendig.
- In den USA ist eine Netzspannung von 240 V erforderlich.

Konfigurierung des Ofens

GCs, die mit Ofen mit Schnellaufheizung bestellt wurden, werden schon vor der Auslieferung von Agilent ordnungsgemäß konfiguriert. Wenn Sie einen Standard-Ofen auf einen Ofen mit Schnellaufheizung umrüsten wollen und die korrekte Netzspannung und Netzanschlüsse vorhanden sind, müssen Sie den GC neu konfigurieren.

WARNUNG

Führen Sie die folgenden Schritte auf keinen Fall durch, wenn Sie nicht sichergestellt haben, dass Ihr GC **alle** zuvor unter „Ofen mit Schnellaufheizung“ aufgeführten Kriterien erfüllt. Die Umrüstung eines Standard-Ofens auf einen Ofen mit Schnellaufheizung erfordert den Austausch der Ofenheizung, interner Sicherungen und der Schaltkreise. Dies muss vom Kundendienst von Agilent durchgeführt werden. Wenn Sie die Ofenkonfiguration über die Tastatur ändern, ohne dass zuvor die erforderlichen Hardwareänderungen durchgeführt worden sind, können Sie Ihr Gerät beschädigen und riskieren zusätzlich noch, dass das Gerät einen Brand verursacht.

1. Drücken Sie auf [Config], gehen Sie mit dem Cursor auf [Instrument] und drücken Sie [Enter].
2. Um den Ofentyp zu ändern, drücken Sie auf [.][.] und dann [Mode/Type].
3. Wählen Sie den entsprechenden Ofentyp (mit Schnellaufheizung (fast) oder Standard (regular)) und drücken Sie auf [Enter].

Verwendung des Ofeneinsatzes für schnelle Chromatographie

Der Ofeneinsatz zur Beschleunigung der Chromatographie für den 6890 reduziert das Ofenvolumen. Dadurch heizt die Säule schneller auf, was zu einer schnelleren Chromatographie führt. Außerdem kühlt der Ofen bei geringerem Volumen schneller ab, was zu einer Verkürzung der benötigten Analysenzykluszeit führt.

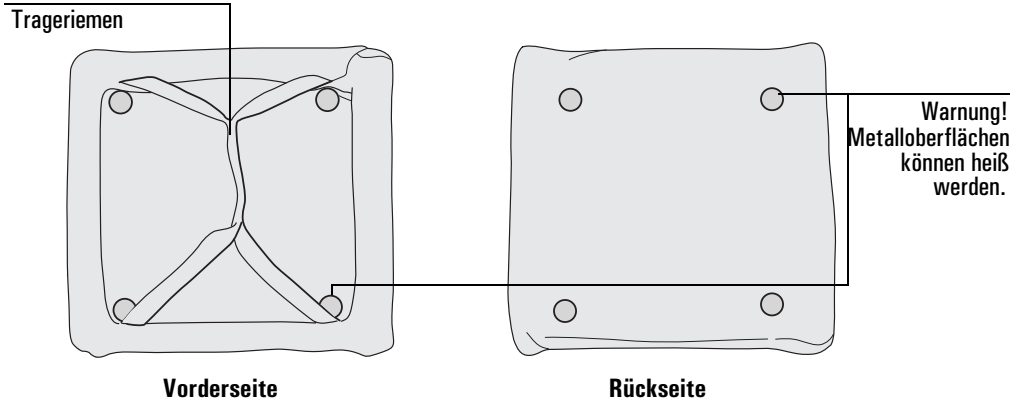


Abbildung 16 Ofeneinsatz

Der Ofeneinsatz kann mit jedem Einlass, jeder Säule und jedem Detektor, die in der **hinteren** Position eingebaut wurden, eingesetzt werden. Er ist jedoch nicht kompatibel mit Zubehörteilen, die den Zugriff auf die Ofenrückseite blockieren oder die die Verwendung des vorderen Einlasses bzw. der vorderen Ofenteile erfordern.

Installation des Ofeneinsatzes

1. Stellen Sie den GC-Ofen ab und lassen Sie ihn abkühlen.

VORSICHT Die Ausschnitte innerhalb der Ofenwände können scharfe Kanten haben und den Ofeneinsatz beschädigen.

2. Halten Sie den Ofeneinsatz so wie in Abbildung 17 dargestellt. Drehen Sie das obere Ende von sich weg und setzen Sie es zwischen die Säulenfittings für den vorderen Einlass/Detekor und die hintere Säulenaufhängung.

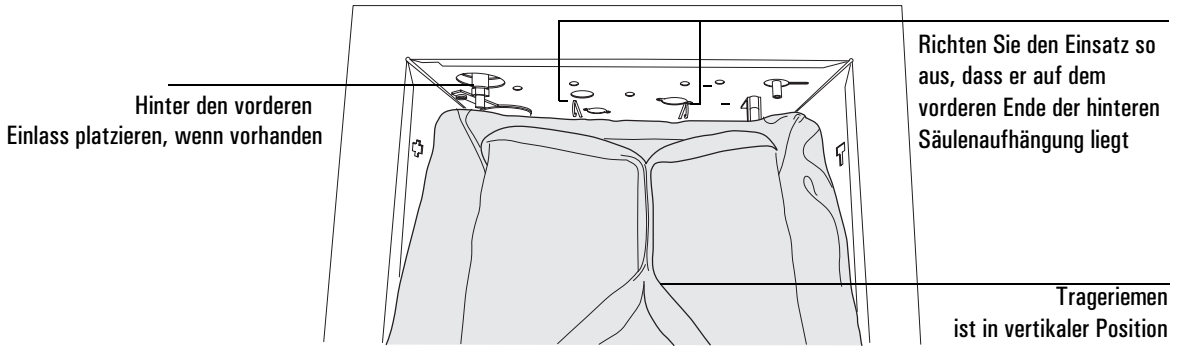


Abbildung 17 Installieren des Einsatzes vor der hinteren Säulenaufhängung

3. Schieben Sie den unteren Teil des Einsatzes in die richtige Position, wie in Abbildung 18 gezeigt. Halten Sie den Einsatz dabei aufrecht.

4. Wenn Sich in der vorderen Detektorposition ein TCD, µ-ECD oder NPD befindet, verschließen Sie den Makeup-Adapter und stellen Sie Purge-flow ein.

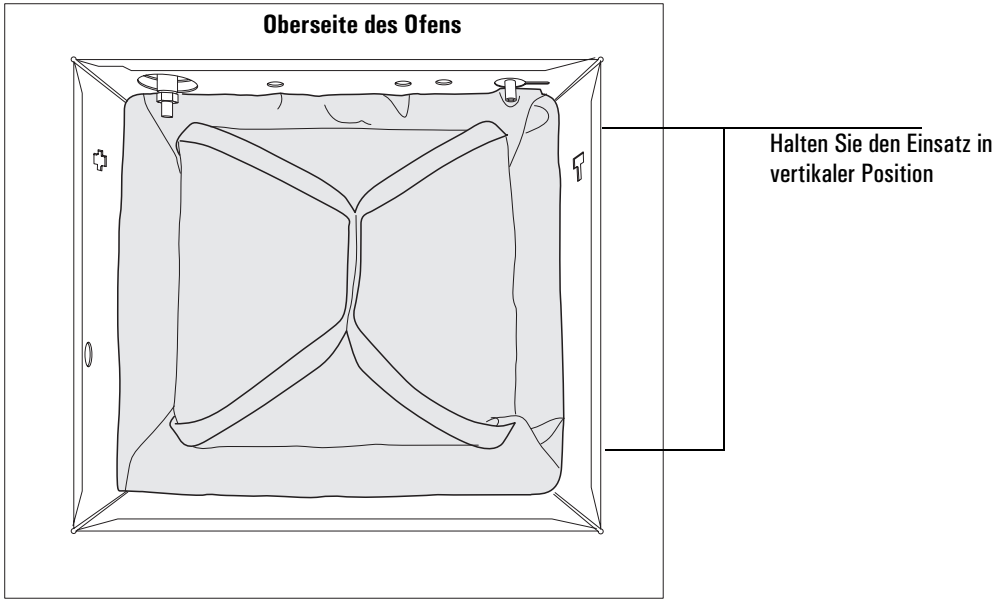


Abbildung 18 Installierter Ofeneinsatz

Entfernen des Einsatzes

1. Um den Einsatz wieder zu entfernen, stellen Sie zuerst den Ofen, den Einlass und die beheizten Zonen des Detektors ab und lassen Sie sie abkühlen.

WARNUNG Die Metallhalterungen am Ofeneinsatz können noch immer heiß sein, auch wenn der Ofen schon abgekühlt ist. Fassen Sie den Ofeneinsatz nur an den Trageriemen an oder ziehen Sie sich wärmeabweisende Handschuhe an.

2. Um den Einsatz herauszuziehen, fassen Sie die Trageriemen an und ziehen Sie die untere Kante zuerst heraus.

Kryobetrieb

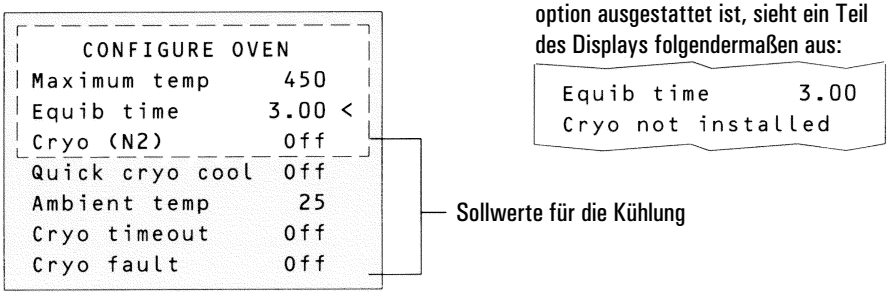
Das Kryoventil ermöglicht es Ihnen, den Ofen unterhalb der Umgebungstemperatur zu betreiben. Die minimal erreichbare Ofentemperatur hängt vom Typ des installierten Ventils ab.

Der GC erkennt, ob ein Kryoventil installiert ist und um welchen Typ es sich handelt. Wenn kein Ventil vorhanden ist, lässt er den Zugriff auf dessen Sollwerte nicht zu. Wenn eine Kühlung nicht notwendig ist oder kein Kühlmittel mehr zur Verfügung steht, sollte der Kryobetrieb abgeschaltet werden. Wenn dies nicht geschieht, ist eine korrekte Steuerung der Ofentemperatur vor allem im Bereich der Umgebungstemperatur oft nicht möglich.

Weitere Informationen zur Installation und zu den Kühlmitteln finden Sie unter „Anforderungen an die Kryokühlung“.

Sollwerte für die Kryosteuerung

Alle Einstellungen für den Kryobetrieb befinden sich in der Steuerungstabelle [Config] [Oven].



Über Cryo [ON] schalten Sie die Kühlung ein, über [OFF] schalten Sie sie aus.

Quick cryo cool (schnelle Kryokühlung) – Diese Funktion ist unabhängig von Cryo. Durch die schnelle Kryokühlung lässt sich der Ofen schneller abkühlen als im normalen Betrieb. Diese Funktion ist vor allem bei hohem Probendurchsatz von Nutzen; allerdings erhöht sie den Kühlmittelverbrauch. Die schnelle Kryokühl-

lung schaltet sich ab, sobald der Ofen den Sollwert erreicht hat und wenn nötig schaltet sich dann die normale Kühlung ein.

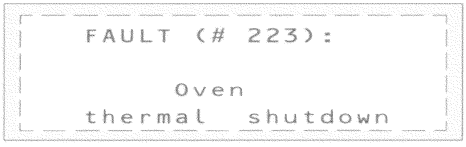
Ambient temp – entspricht der Umgebungstemperatur im Labor. Dieser Sollwert legt die Temperatur fest, ab der die Kühlung einsetzen soll:

- Ambient temp + 25°C, bei normalem Kryobetrieb
- Ambient temp + 45°C, bei schneller Kryokühlung

Cryo timeout – Dieser Hinweis erscheint, wenn ein Lauf, nachdem sich der Ofen equilibriert hat, nicht innerhalb einer bestimmten Zeit (10 bis 120 Minuten) startet. Ein Einstellwert in der Zeile cryo timeout auf OFF verhindert diese Möglichkeit. Wir empfehlen das Cryo timeout auf ON gestellt wird, weil damit Kühlmittel am Ende einer Analysensequenz oder bei einer Störung gespart wird.

Cryo fault – führt dazu, dass der Ofen abgeschaltet wird, wenn er bei ununterbrochenem Kryobetrieb seinen Sollwert innerhalb von 16 Minuten nicht erreicht hat. Beachten Sie, dass damit nicht die Zeit zur Stabilisierung des Einstellwertes und zur Betriebsbereitschaft, sondern die Zeit zum *Erreichen* des Einstellwertes gemeint ist. So kann es z.B. bei einem Cool On-Column-Injektor mit Kryosteuerung im Oven-Track-Modus 20 bis 30 Minuten dauern, bis der Ofen seinen Bereitstatus erreicht.

Wenn die Temperatur auf Werte unter dem erlaubten Minimum (–90°C für flüssigen Stickstoff, –70°C für flüssiges CO_2) absinkt, schaltet sich der Ofen ab und es erscheint folgendes Display:



5 Säulen und Filter

Kapillarsäulen

Säulenaufhängung

Verfahren zur Vorbereitung von Kapillarsäulen

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in Split/Splitless-Injektoren

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in Cool-On-Column-Injektoren

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in gespülte Gepacktsäulen-Einlässe

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den PTV-Einlass und das Volatiles Interface

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in NPD und FID

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den WLD

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den μ-ECD

Installation von Kapillarsäulen im FPD

Dichtungen für Kapillarsäulen

Graphit- und Graphit-Vespel-Dichtungen

Vespel-Dichtungen

Gepackte Metallsäulen

Überblick über die Installation von gepackten Metallsäulen

Verschraubungen

Vorbereiten von gepackten Metallsäulen

Verfahren zum Einbau von Teflonleitung als Spacer

Verfahren zur Installation von Dichtungen an eine Metallsäule

Verfahren zur Installation eines Adapters in einen Detektoranschluss

Verfahren zur Installation von gepackten Metallsäulen

Dichtungen für gepackte Metallsäulen

Gepackte Glassäulen

Überblick über die Installation von gepackten Glassäulen

Verfahren zur Installation von gepackten Glassäulen

Dichtungen und O-Ringe für gepackte Glassäulen

Konditionieren von Säulen

Durchführung von ersten Konditionierungsschritten für die Säule
Verfahren zur Konditionierung von Kapillarsäulen
Verfahren zur Konditionierung von gepackten Säulen

Konditionieren von chemischen Filtern

Kalibrieren der Kapillarsäule (optional)

Arten der Kalibrierung

Verfahren zur Säulenkalibrierung

Verfahren zur Bestimmung der tatsächlichen Säulenlänge und des Durchmessers über die Totzeit
Verfahren zur Bestimmung der tatsächlichen Säulenlänge und des Säulendurchmessers anhand der gemessenen Flussrate
Verfahren zur Ermittlung der tatsächlichen Säulenlänge und des Durchmessers

Säulen und Filter

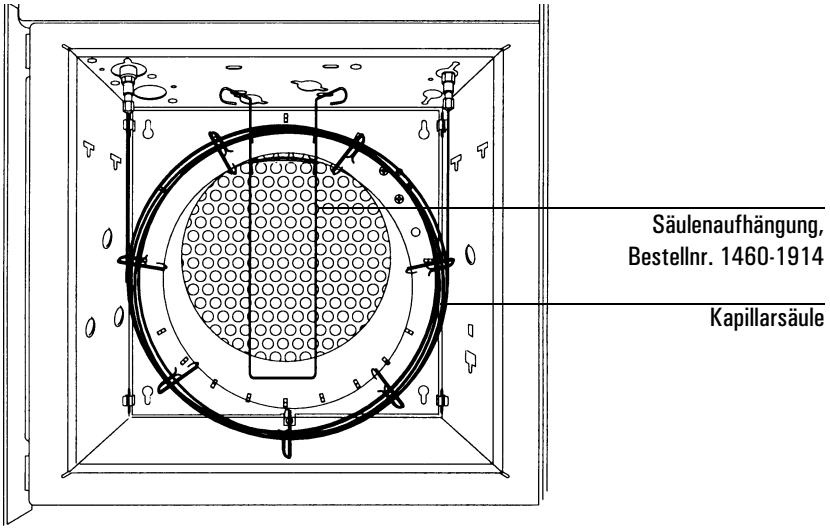
Kapillarsäulen

Dieser Abschnitt enthält Informationen zur Vorbereitung und Installation von Kapillarsäulen in Einlässen und Detektoren. Auf Seite 146 finden Sie Informationen zu gepackten Metallsäulen und auf Seite 157 zu gepackten Glassäulen.

Säulenaufhängung

Kapillarsäulen von Agilent sind auf Drahtrahmen gewickelt, die an einer Aufhängung an der Decke des Ofeninnenraumes befestigt werden.

Sie können die Säulenaufhängung in zwei Positionen anbringen. Verwenden Sie die Position, an der die Säule möglichst genau im Ofen zentriert wird. Die Säulenenden sollten in Bögen zu den Einlass- und Detektoranschlüssen geführt werden. Verhindern Sie, dass die Säule mit der Ofenoberfläche in Berührung kommt.



Verfahren zur Vorbereitung von Kapillarsäulen

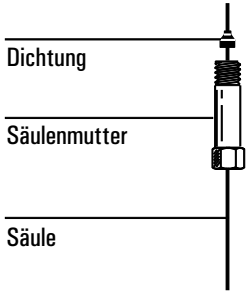
Kapillarsäulen müssen vor ihrer Installation vorbereitet werden. Eine geeignete Vorbereitung stellt sicher, dass die Säulenenden keinen Grat und keine zackigen Kanten aufweisen und dass sie nicht mit Graphit oder einem anderen Material verschmutzt sind.

WARNUNG Tragen Sie beim Schneiden oder Installieren von Glas- oder vernetzten Silikatsäulen eine Schutzbrille, um Ihre Augen vor herumfliegenden Partikeln zu schützen. Gehen Sie mit den Säulen vorsichtig um, um Hautverletzungen zu vermeiden.

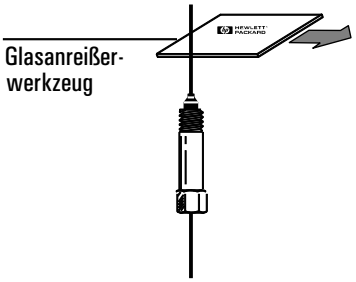
Benötigte Materialien

Säulenmutter und Dichtung
Kapillarsäule
Säulenschneider
Lupe
Isopropanol
Tuch

1. Schieben Sie die Kapillarsäulenmutter und die Dichtung über die Säule.

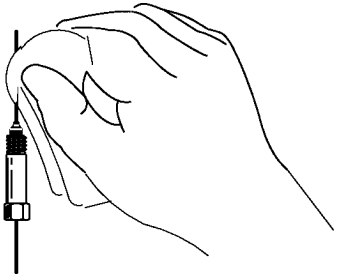


2. Ritzen Sie die Säule mit einem Glasanreißer an. Die Kerbe muss rechtwinklig sein, um einen sauberen Bruch zu gewährleisten.



3. Brechen Sie das Säulenende ab, indem Sie den Glasschneider an der der Kerbe gegenüber liegenden Seite ansetzen. Sehen Sie sich das Ende durch die Lupe genau an und stellen Sie sicher, dass kein Grat und keine zackige Kante entstanden sind.

4. Reiben Sie die Säule außen mit einem mit Isopropanol getränkten Tuch ab, um Fett und Staub zu entfernen.



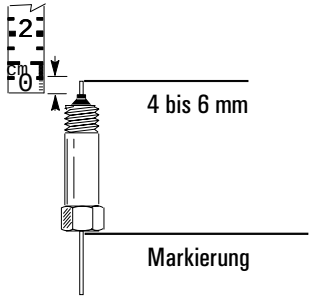
Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in Split/Splitless-Injektoren

Bevor Sie die Säule installieren, sollten Sie sich überzeugen, dass der richtige Liner eingebaut ist. Anweisungen zur Auswahl und Installation von Linern finden Sie unter „Liner“.

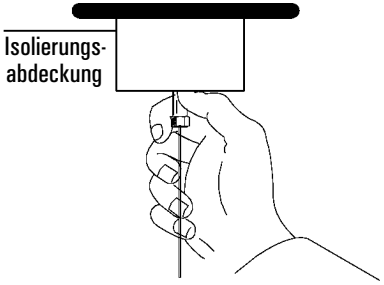
Benötigte Materialien

Säulenmutter und Dichtung
Säulenschneider
Korrekturflüssigkeit
1/4"-Schraubenschlüssel
Lineal

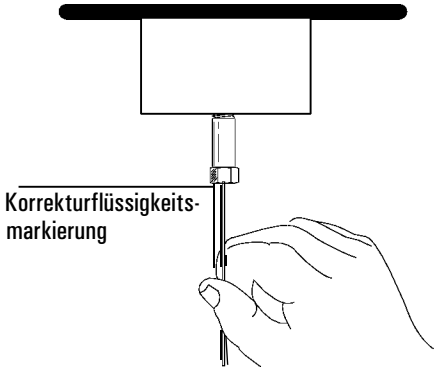
1. Bereiten Sie die Säule vor. Für weitere Anweisungen siehe Seite 125.
2. Positionieren Sie die Säule so, dass sie 4 bis 6 mm über das Ende der Dichtung hinausragt. Markieren Sie die Säule an der Stelle mit Korrekturflüssigkeit, an der sie sich mit der Säulenmutter auf einer Höhe befindet.



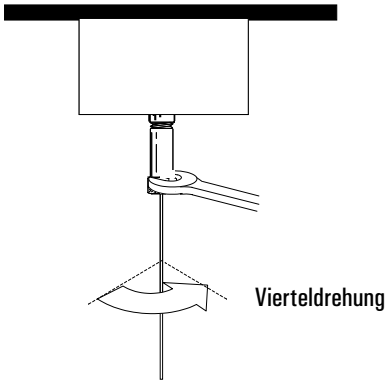
3. Führen Sie die Säule in den Einlass ein und schieben Sie die Mutter und die Dichtung an der Säule bis zur Einlassbasis nach oben. Ziehen Sie die Säulenmutter von Hand an, bis sie die Säule fasst.



4. Positionieren Sie die Säule so, dass die Markierung mit dem unteren Rand der Säulenmutter auf einer Höhe ist.



5. Ziehen Sie die Säulenmutter eine weitere Viertel- bis halbe Drehung an, sodass sich die Säule auch bei Druck nicht aus dem Anschluss ziehen lässt.



6. Nachdem die Säule an Einlass und Detektor angeschlossen wurde, stellen Sie einen Trägergasfluss über den Einlass her. Heizen Sie den Ofen, den Injektor und den Detektor auf Betriebstemperatur auf. Lassen Sie sie abkühlen und ziehen Sie die Anschlüsse nach.

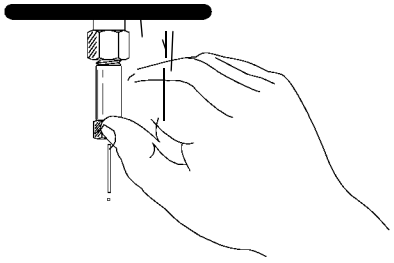
Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in Cool-On-Column-Injektoren

Bevor Sie die Säule installieren, sollten Sie sich überzeugen, dass Sie die richtige Hardware für die Säule und die Injektionsart installiert haben. Genaue Informationen hierzu finden Sie unter „Hardware für den Cool On-Column-Einlass“.

Benötigte Materialien

Säulenmutter und Dichtung
Säulenschneider
1/4"-Schraubenschlüssel

1. Bereiten Sie die Säule vor. Für weitere Anweisungen siehe Seite 125.
2. Führen Sie die Säule vorsichtig bis zum Anschlag in den Einlass ein. Schieben Sie die Säulenmutter über den Injektoranschluss und ziehen Sie sie handfest an.



3. Ziehen Sie mit einem Schraubenschlüssel eine weitere Vierteldrehung nach oder so weit, bis sich die Säule nicht mehr bewegt.
4. Wenn Sie ein automatisches Injektionssystem mit 250 µm- oder 320 mm-Säulen verwenden, sollten Sie die Installation überprüfen, indem Sie die Spritze manuell in den Einlass einführen.
5. Nachdem die Säule an Einlass und Detektor angeschlossen wurde, stellen Sie einen Trägergasfluss über den Einlass her. Heizen Sie den Ofen, Einlass und Detektor auf ihre Betriebstemperaturen. Lassen Sie sie abkühlen und ziehen Sie die Anschlüsse nach.

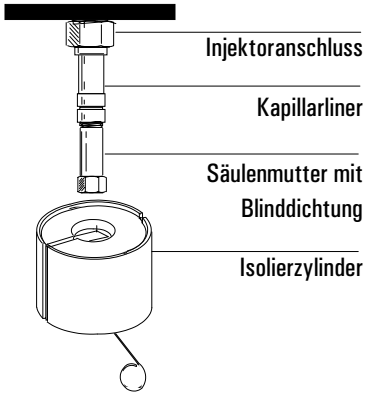
Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in gespülte Gepacktsäulen-Einlässe

Bevor Sie die Säule installieren, sollten Sie sich überzeugen, dass Sie einen Kapillarliner und einen Glaseinsatz installiert haben. Anweisungen zur Auswahl und Installation dieser Hardware finden Sie unter „Liner und Glaseinsätze“. Wenn der Isolierzylinder nicht installiert ist, beginnen Sie mit Schritt 1. Sonst beginnen Sie mit Schritt 4.

Benötigte Materialien

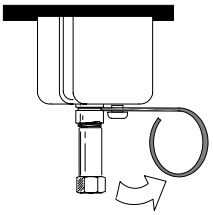
Säulenmutter und Dichtung
Säulenschneider
Korrekturflüssigkeit
1/4"-Schraubenschlüssel
Lineal
Isolierzylinder
Blinddichtung als Verschluss, wenn der Isolierzylinder installiert wird

1. Verschließen Sie den Injektoranschluss mit einer Blinddichtung.

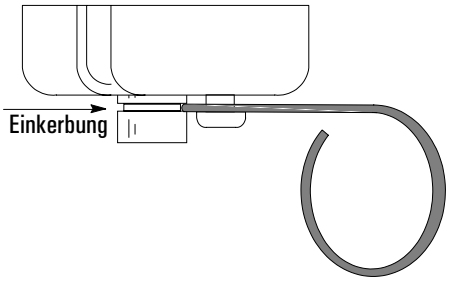


2. Installieren Sie, wenn erforderlich, den Isolierzylinder. Drücken Sie die Klammer des Zylinders zur rechten Seite. Schieben Sie den Zylinder über den

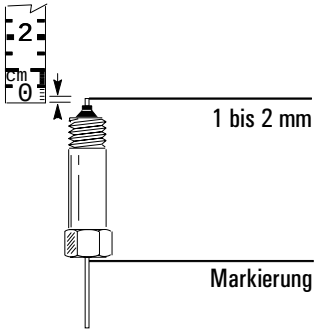
Injektoranschluss, sodass die Isolierung an der Oberseite des Zylinders gegen die Ofendecke gepresst wird.



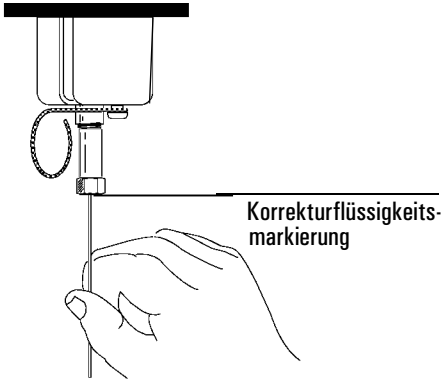
3. Schieben Sie die Feder in die Einkerbung im Einlassliner. Entfernen Sie die Säulenmutter und nehmen Sie die Blinddichtung heraus.



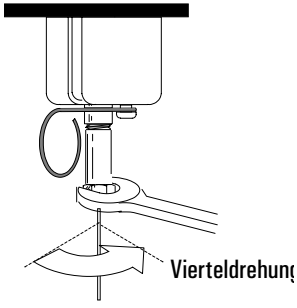
4. Bereiten Sie die Säule vor. Für weitere Anweisungen siehe Seite 125.
5. Positionieren Sie die Säule so, dass sie 1 bis 2 mm über das Ende der Säulenmutter hinausragt. Markieren Sie die Säule an der Stelle mit Korrekturflüssigkeit, an der sie sich mit der Säulenmutter auf einer Höhe befindet.



6. Bewegen Sie die Säule 1 cm nach oben und führen Sie sie in den Einlassliner ein. Schieben Sie die Mutter und die Dichtung die Säule hinauf bis zum Einlassliner. Positionieren Sie die Säule so, dass die Markierung mit dem unteren Rand der Säulenmutter auf einer Höhe ist. Ziehen Sie die Säulenmutter von Hand an, bis sie die Säule fasst.



7. Ziehen Sie die Säulenmutter eine weitere Viertel- bis halbe Drehung an, sodass sich die Säule auch bei Druck nicht aus dem Anschluss ziehen lässt.



8. Nachdem die Säule an Einlass und Detektor angeschlossen wurde, stellen Sie einen Trägergasfluss über den Einlass her. Heizen Sie den Ofen, Einlass und Detektor auf ihre Betriebstemperaturen. Lassen Sie sie wieder abkühlen und ziehen Sie die Anschlüsse nach.

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den PTV-Einlass und das Volatiles Interface

Die Verfahren zum Säuleneinbau in diese beiden Einlässe sind genau auf sie abgestimmt. Weitere Informationen finden Sie unter „Anleitung: Einbau von Säulen“ und „Anleitung: Installation von Säulen“.

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in NPD und FID

Vor dem Säuleneinbau sollten Sie sicherstellen, dass die richtige Düse in Ihrem Detektor eingebaut ist. Genaue Informationen zum Auswählen und Installieren von Detektordüsen finden Sie später in diesem Kapitel.

Es gibt zwei Arten von NPD/FID-Anschlüssen:

- *adaptierbare* – für gepackte Säulen und für Kapillarsäulen zu verwenden
- *für Kapillaren optimierte* – nur für Kapillarsäulen zu verwenden. Wenn ihr adaptierbarer Anschluss gerade nicht mit dem Kapillaradapter ausgestattet ist, müssen Sie mit Schritt 1 beginnen. Wenn dieser bereits installiert ist oder Sie mit dem für Kapillaren optimierten Einlass arbeiten, beginnen Sie mit Schritt 5.

Benötigte Materialien

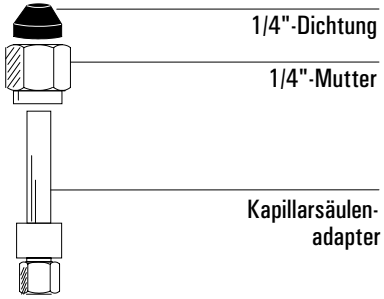
Für beide Anschlussarten:

Säulenmutter und Dichtung
Säulenschneider
1/4"-Schraubenschlüssel
Lineal
Korrekturflüssigkeit

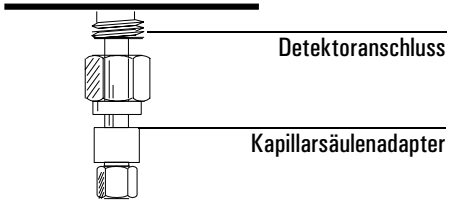
Nur für adaptierbare Anschlüsse:

1/4"-Mutter und Dichtung
Kapillarsäulenadapter
9/16"-Schraubenschlüssel

1. Statten Sie den Adapter mit einer Messingmutter und eine Graphit/Vespel-Dichtung aus.

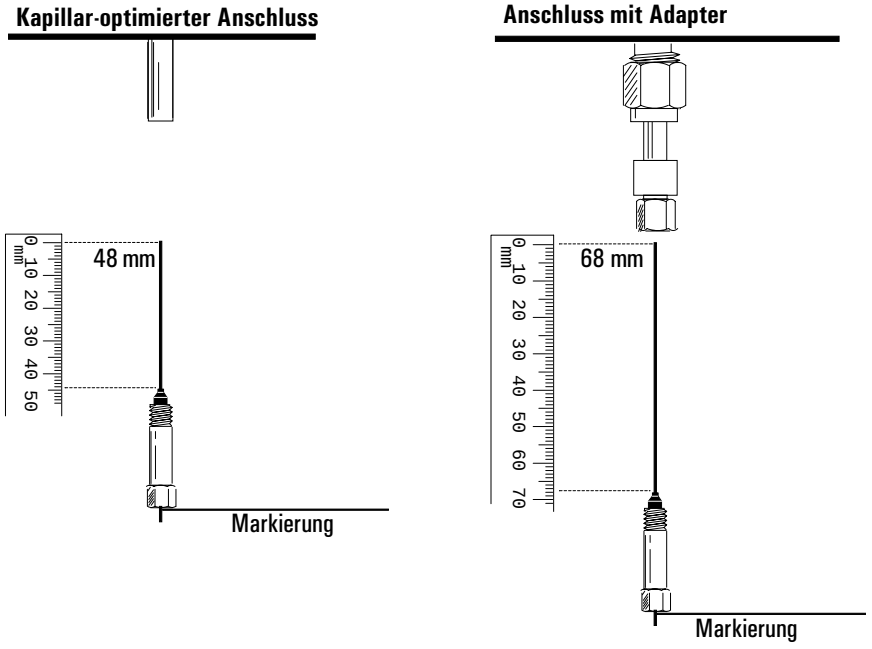


2. Führen Sie den Adapter gerade so weit wie möglich in den Detektorgrundkörper ein. Halten Sie den Adapter in dieser Position und ziehen Sie die Mutter handfest an. Ziehen Sie die Mutter mit einem Schraubenschlüssel eine weitere Vierteldrehung nach.



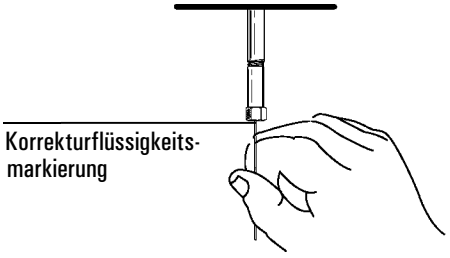
3. Bereiten Sie die Säule vor (Anweisungen hierzu finden Sie auf Seite 125). Wenn der Säuleninnendurchmesser größer als 100 µm ist, fahren Sie mit den Schritten 7 bis 9 fort. Wenn der Säuleninnendurchmesser kleiner als 100 µm ist, fahren Sie mit den Schritten 4 bis 6 fort und anschließend mit den Schritten 8 und 9.

4. Wenn der Säuleninnendurchmesser kleiner als 100 µm ist: positionieren Sie die Säule so, dass sie 48 mm (*für Kapillaren optimierter Anschluss*) oder 68 mm (*adaptierbarer Anschluss*) über die Dichtung hinausragt. Markieren Sie die Säule auf der Höhe der Säulenmutter mit Korrekturflüssigkeit.



5. Führen Sie die Säule in den Detektor ein. Schieben Sie die Mutter und die Dichtung an der Säule bis zur Detektorbasis nach oben. Ziehen Sie die Säulenmutter von Hand an, bis sie die Säule fasst.

6. Positionieren Sie die Säule so, dass die Markierung mit dem unteren Rand der Säulenmutter auf einer Höhe ist. Fahren Sie mit Schritt 8 fort.



7. Führen Sie die Säule vorsichtig bis zum Anschlag in den Detektor ein; versuchen Sie nicht, sie weiterzuschieben.
8. Ziehen Sie die Säulenmutter handfest an und holen Sie die Säule dann etwa 1 mm wieder zurück. Ziehen Sie die Mutter mit einem Schraubenschlüssel eine weitere Vieteldrehung nach.
9. Nachdem die Säule an Einlass und Detektor angeschlossen wurde, stellen Sie einen Trägergasfluss über den Einlass her. Heizen Sie den Ofen, den Einlass und den Detektor auf ihre Betriebstemperaturen. Lassen Sie sie wieder abkühlen und ziehen Sie die Anschlüsse nach.

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den WLD

Benötigte Materialien

Kapillarsäulenadapter
Säulenmutter und Dichtungssatz
Säulenschneider
Schraubenschlüssel

1. Schieben Sie die Dichtungen und die 1/8"-Mutter wie gezeigt über die Säule.

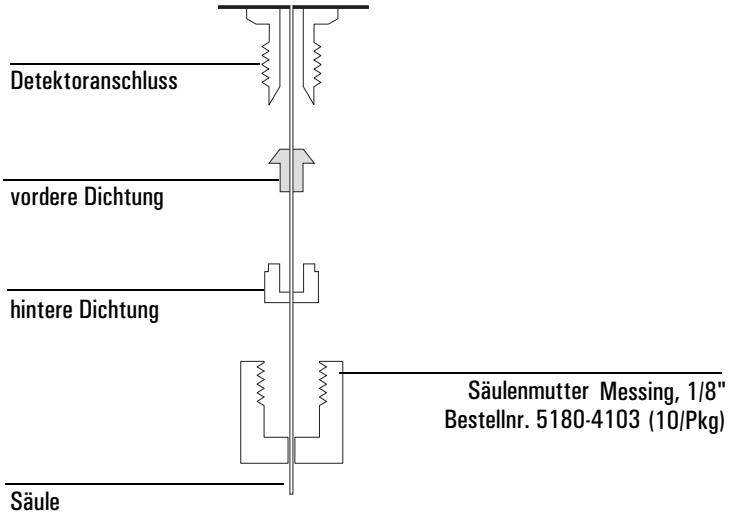


   Tabelle 11 enthält eine Übersicht über geeignete Dichtungen. Schneiden Sie ein Stück der Säule ab, um sicherzustellen, dass sich keine Dichtungsteilchen in der Säule befinden.

2. Führen Sie die Säule vorsichtig bis zum Anschlag in den Detektor ein. Versuchen Sie nicht, sie weiterzuschieben.

3. Schieben Sie die Säulenmutter und die Dichtung an der Säule bis zum Detektor nach oben und ziehen Sie die Mutter handfest an.

4. Holen Sie die Säule 1 mm wieder zurück. Ziehen Sie die Mutter mit einem Schraubenschlüssel eine weitere Vierteldrehung nach. Die Säule sollte sich nicht bewegen.

Tabelle 11 Dichtungen für den WLD-Detektor

Äußerer Säulendurchmesser	hintere Dichtung	vordere Dichtung
0.8 mm	G1530-80400	G1530-80410
0,53 mm	G1530-80400	G1530-80420
0.45 mm	G1530-80400	G1530-80430
Ferrul ohne Loch	G1530-80400	G1530-80440

Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den µ-ECD

Der Detektor wird mit eingebautem Kapillarsäulenadapter geliefert. Wenn dieser entfernt wurde, müssen Sie ihn vor der Installation der Kapillarsäule wieder einbauen.

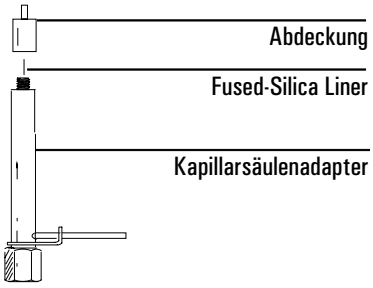
Für den µ-ECD wird der eingekerbte Liner verwendet, der zum einen Ende hin gekrümmt und aus klarem Material ist.

Benötigte Materialien

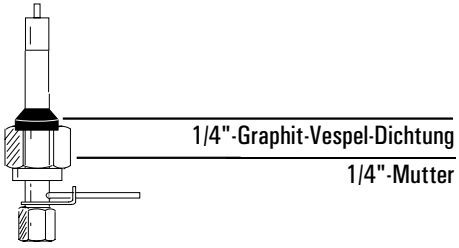
Kapillarsäulenadapter
Fused-Silica-Liner, eingekerbt
1/4"-Mutter und 1/4"-Graphit-Vespel-Dichtung
Säulenmutter und Dichtung
Säulenschneider
1/4"- und 9/16"-Schraubenschlüssel

1. Entfernen Sie die Abdeckung vom Adapter und überprüfen Sie den Liner. Ersetzen Sie den Liner, falls er zerbrochen ist, und bauen Sie die Abdeckung

wieder an. Die Einkerbung muss sich an der Seite der Adapterabdeckung befinden.



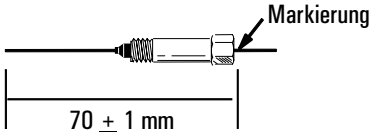
2. Installieren Sie eine 1/4"-Mutter und eine Graphit-Vespel-Dichtung am Adapter.



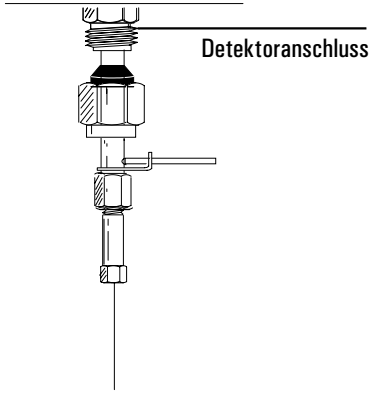
3. Bereiten Sie die Säule vor. Für weitere Anweisungen siehe Seite 125.

4. Wenn der Säuleninnendurchmesser 200 µm oder mehr beträgt, schieben Sie die Säule in den Adapter, bis er durch die Einkerbung gestoppt wird. Holen sie Sie sie 1 bis 2 mm wieder zurück und ziehen Sie die Säulenmutter fest an.

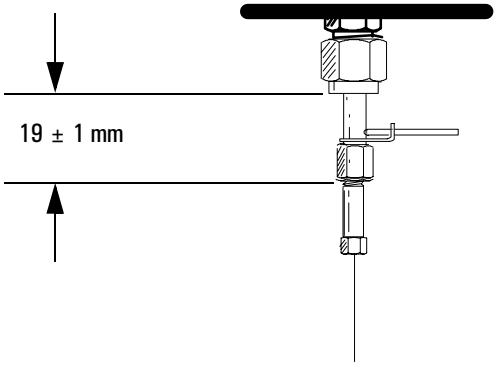
   Wenn der Innendurchmesser weniger als 200 µm beträgt, markieren Sie auf der Säule einen Punkt, der 70±1 mm vom Ende entfernt ist. Führen Sie die Säule in den Adapter ein, wobei sich die Markierung am Ende der Säulenmutter befinden sollte, und ziehen Sie die Säulenmutter fest an.



5. Installieren Sie den Adapter vorsichtig gerade im Detektoranschluss. Achten Sie darauf, dass der Adapter auch wirklich fest sitzt Achten Sie darauf, das Säulenende nicht abzubrechen.



Wenn der Adapter richtig installiert ist, beträgt der Abstand zwischen der 1/4"-Mutter und dem unteren Ende des Adapters 19 ± 1 mm. Wenn Sie einen Abstand von 22–23 mm messen, müssen Sie den Adapter nochmal in den Detekoranschluss einbauen.



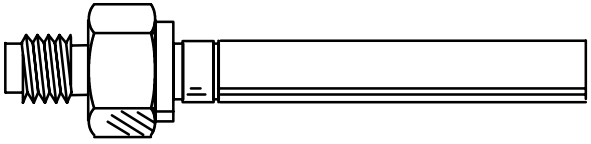
6. Schieben Sie die Mutter und die Dichtung zum Detektoranschluss hinauf und ziehen Sie die Mutter handfest an. Ziehen Sie die Mutter mit einem 9/16"-Schraubenschlüssel eine weitere Vierteldrehung nach.

7. Nachdem die Säule an Einlass und Detektor angeschlossen wurde, stellen Sie einen Trägergasfluss über den Einlass her. Heizen Sie den Ofen, den Einlass und den Detektor auf ihre Betriebstemperaturen. Lassen Sie sie abkühlen und ziehen Sie die Anschlüsse nach.

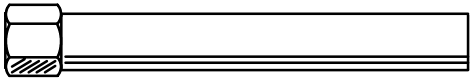
Installation von Kapillarsäulen im FPD

Der FPD verfügt über einen adaptierbaren Detektoranschluss, er kann sowohl für gepackte als auch für Kapillarsäulen eingesetzt werden. Wenn Ihr adaptierbarer Anschluss nicht mit dem Kapillaradapter ausgestattet ist, müssen Sie mit Schritt 1 beginnen. Wenn dieser bereits installiert ist, beginnen Sie mit Schritt 5.

Der FPD verfügt über einen speziellen Adapter für Kapillarsäulen. Mithilfe des Kapillaradapters für den FPD (Bestellnummer 19256-80570) können Fused-Silica-Säulen mit einem Innendurchmesser von 530 µm ID direkt in die FPD-Flamme geführt werden, wodurch die Probenverschleppung verringert und der Verlust durch chemisch aktive Oberflächen vermieden wird.



19256-80590
1/8"-Adapter für FPD

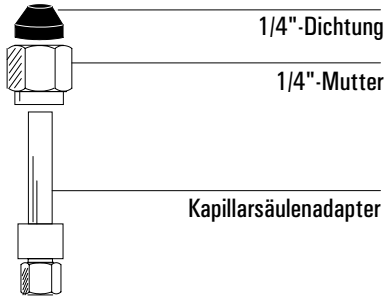


19256-80570
Kapillarsäulenadapter für FPD

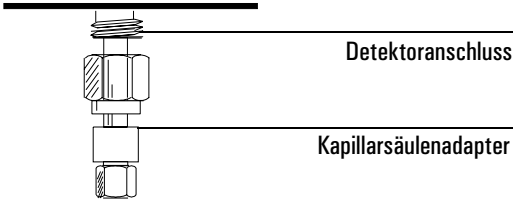
Benötigte Materialien

Säulenmutter und Dichtung
Kapillarsäulenadapter für FPD
1/4"-Mutter und Dichtung
Säulenschneider
1/4"-Schraubenschlüssel
9/16"-Schraubenschlüssel
Lineal
Korrekturflüssigkeit

1. Statten Sie den Adapter mit einer Messingmutter und eine Graphit/Vespel-Dichtung aus.



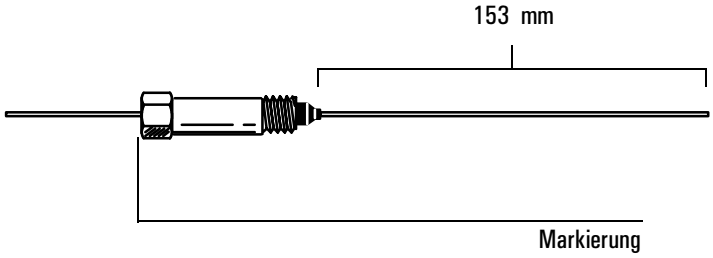
2. Führen Sie den Adapter gerade so weit wie möglich in den Detektorgrundkörper ein. Halten Sie den Adapter in dieser Position und ziehen Sie die Mutter handfest an. Ziehen Sie die Mutter mit einem Schraubenschlüssel eine weitere Vieteldrehung nach.



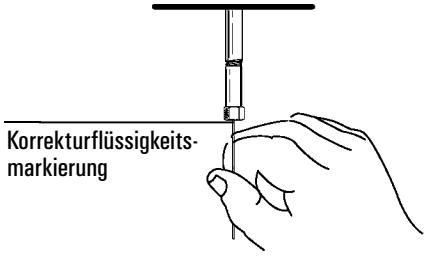
3. Schrauben Sie eine Säulenmutter (Bestellnummer 18740-20870) und eine Graphitdichtung (1,0 mm ID, Bestellnummer 5080-8773 oder 0,5 mm ID, Bestellnummer 5080-8853) auf die Säule.
4. Nach der Installation von Mutter und Dichtung schneiden Sie ein kurzes Stück der Säule ab. Für weitere Anweisungen siehe Seite 125.
5. Positionieren Sie die Dichtung so, dass Sie ungefähr 153 mm vom Säulenende entfernt ist.

   Die optimale Höhe hängt vom Probentyp und den Gasflüssen ab. Zu weit bedeutet, dass das Ende der Säule direkt der Flamme ausgesetzt wird. Zu kurz bedeutet, dass die Probe mit heißem Edelstahl Kontakt bekommt, was zu einer leichten Verschleppung führen kann.

Markieren Sie die Säule an der Stelle, an der sie sich auf einer Höhe mit der Säulenmutter befindet. Dazu ist Korrekturflüssigkeit gut geeignet.



6. Führen Sie die Säule in den Detektor ein. Schieben Sie die Mutter und die Dichtung an der Säule bis zur Detektorbasis nach oben. Ziehen Sie die Säulenmutter von Hand an, bis sie die Säule fasst.
7. Positionieren Sie die Säule so, dass die Markierung mit dem unteren Rand der Säulenmutter auf einer Höhe ist. Fahren Sie mit Schritt 8 fort.



8. Ziehen Sie die Säulenmutter handfest an und holen Sie die Säule dann etwa 1 mm wieder zurück. Ziehen Sie die Mutter mit einem Schraubenschlüssel eine weitere Vierteldrehung nach.
9. Nachdem die Säule an Einlass und Detektor angeschlossen wurde, stellen Sie einen Trägergasfluss über den Einlass her. Heizen Sie den Ofen, den Einlass und den Detektor auf ihre Betriebstemperaturen. Lassen Sie sie wieder abkühlen und ziehen Sie die Anschlüsse nach.

Dichtungen für Kapillarsäulen

In Tabelle 12 sind einige Dichtungen aufgelistet, die mit Kapillarsäulen und Einlass- und Detektorlinern oder -adaptern verwendet werden. Der *Agilent Säulen- und Materialkatalog* enthält eine vollständigere Liste.

Graphit- und Graphit-Vespel-Dichtungen

Stellen Sie einige Dichtungen für 30 Minuten in einer Petrischale bei 250 bis 300°C in den GC-Ofen, um Substanzen zu entfernen, die vom Graphit absorbiert wurden. Lassen Sie eine Schale mit verschiedenen Dichtungen im Ofen, um immer einen sauberen Vorrat zu haben.

Die Dichtung sollte über die Säule gleiten, jedoch nicht durch ihr eigenes Gewicht wieder abfallen. Wenn sie richtig passt, genügt eine Vierteldrehung von Hand, um sie abzudichten. Wenn sie lose sitzt, muss die Säulenmutter die Dichtung um die Säule pressen. Das stellt bei weichen Graphit-Dichtungen kein Problem dar. Harte Dichtungen können jedoch so viel Kraft erfordern, dass es beim Festziehen zu Beschädigungen am Injektoranschluss, der Mutter oder der Dichtung kommen kann. Bei harten Dichtungen empfiehlt es sich, eine Dichtung mit kleinerem Loch zu verwenden und diese für die Säule etwas aufzubohren.

Vespel-Dichtungen

Diese Dichtungen sind in der Regel dichter, besitzen aber ein niedrigeres Temperaturlimit. Ziehen Sie sie möglichst nach einigen Temperaturzyklen nach.

Tabelle 12 Hardware für Kapillarsäulen

Beschreibung*	Verwendung	Bestellnr.
1/4"-Graphit-Vespel-Dichtung, 10 Stk. pro Pkg.	Einlass/Detektor-Liner/Adapter	5080-8774
1,0-mm Graphit-Dichtung, 10 Stk. pro Pkg.	Kapillarsäulen	5080-8773
0,5-mm Graphit-Dichtung, 10 Stk. pro Pkg.	Kapillarsäulen	5080-8853
Säulenmutter	Anschluss der Säule an Einlass oder Detektor	5181-8831
Säulenschneider	Kürzen der Kapillarsäulen	5181-8836

* Innendurchmesser der Dichtung und O-Ringe

Gepackte Metallsäulen

Überblick über die Installation von gepackten Metallsäulen

Allgemein werden zwei Größen von gepackten Metallsäulen verwendet, 1/4" und 1/8". Dieses generelle Verfahren bezieht sich auf beide Säulengrößen sowie auf PTFE-Säulen, die für den FPD verwendet werden.

1. Bereiten Sie Ihre gepackte Säule vor (Seite 149).
2. In Tabelle 13 oder Tabelle 14 finden Sie die erforderlichen Anschlüsse.
3. Installieren Sie bei Bedarf den Adapter (Seite 153).
4. Installieren Sie die Säule (Seite 154).
5. Stellen Sie einen Trägergasfluss duch den Einlass ein. Heizen Sie den Ofen, den Einlass und den Detektor auf ihre Betriebstemperaturen. Lassen Sie sie abkühlen und ziehen Sie die Anschlüsse nach.

Verschraubungen

Tabelle 13 Anschlüsse für 1/4"- und 1/8"-gepackte Metallsäulen

Einlass oder Detektor	1/4"-gepackte Metallsäule		1/8"-gepackte Metallsäule	
	Wo sie installiert wird	Bemerkungen	Wo sie installiert wird	Bemerkungen
gespülter Gepacktsäulen-einlass	1/4"-Liner	Anweisungen zur Installation von Linern finden Sie unter „Anleitung: Installation von Linern“.	1/8"-Liner	Anweisungen zur Installation von Linern finden Sie unter „Anleitung: Installation von Linern“.
Adaptierbarer NPD*, FID oder FPD	1/4"-Adapter (Bestellnr. 19231-80530)	Entfernen oder installieren Sie den Adapter nach Wunsch. Anweisungen zur Installation von Adaptern finden Sie auf Seite 153.	1/8"-Adapter (Bestellnr. 19231-80520)	Anweisungen zur Installation von Adaptern finden Sie auf Seite 153.
ECD	Detektor-anschluss	Entfernen Sie den Adapter, wenn nötig.	1/8"-Adapter (Bestellnr. 19301-80530)	Anweisungen zur Installation von Adaptern finden Sie auf Seite 153.
WLD	1/4"-Adapter (Bestellnr. G1532-20710)	Anweisungen zur Installation von Adaptern finden Sie auf Seite 153.	Detektor-anschluss	Enfernen Sie den Adapter, wenn nötig.

*Entfernen Sie die Stopfen aus dem NPD nicht, bis Sie die Säule installiert haben und den Detektor betreiben. Wenn dies nicht beachtet wird, kann sich die Effektivität des Kollektors oder die Stabilität der Packung mit dem ersten Einsatz des Detektors stark verringern.

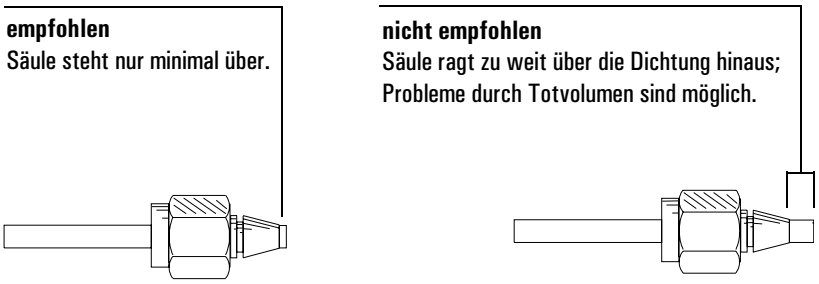
Mit dem 1/8" -OD-Adapter für den FPD, Bestellnummer 19256-80590, können PTFE-Säulen konzentrisch um den Fused-Silica-Liner des FPD installiert werden, wodurch der Kontakt mit heißem Edelstahl vermieden wird.

Tabelle 14 Anschlüsse für den FPD mit PTFE-Säule

1/4"-PTFE-Säule		1/8"-PTFE-Säule	
Wo sie installiert wird	**Bemerkungen**	**Wo sie installiert wird**	**Bemerkungen**
1/4"-Adapter (Bestellnr. 19231-80530)	Entfernen oder installieren Sie den Adapter nach Wunsch. Anweisungen zur Installation von Adaptern finden Sie auf Seite 153.	1/8"-Adapter (Bestellnr. 19256-80590)	Anweisungen zur Installation von Adaptern finden Sie auf Seite 153.

Vorbereiten von gepackten Metallsäulen

Bevor Sie diese Säulen installieren, sollte eine Dichtung an das Säulenende gekoppelt werden, sodass sie mit der Säule durchspült wird. Sie verhindert eventuelle Probleme durch Totvolumen im Anschluss.



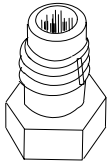
Befolgen Sie zur Installation von neuen SWAGELOK-Muttern und Dichtungen an 1/8"- oder 1/4"-Metallsäulen die folgenden Anweisungen. Wenn an Ihrer Säule bereits Dichtungen installiert sind, fahren Sie mit den Anweisungen zum Einbau von Adaptern (Seite 153) oder von gepackten Metallsäulen (Seite 154) fort.

Verfahren zum Einbau von Teflonleitung als Spacer

Benötigte Materialien

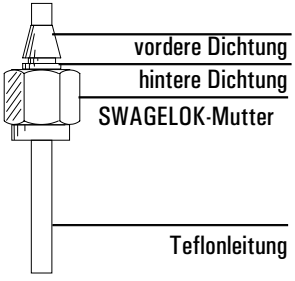
1/4"- oder 1/8"- Teflonleitung
1/4"- oder 1/8"-Mutter und Dichtung
Schraubstock
männlicher SWAGELOK-Anschluss
9/16"- oder 7/16"-Schraubenschlüssel
Rasiermesser oder scharfes Messer

1. Spannen Sie einen neuen männlichen SWAGELOK-Anschluss in den Schraubstock ein.

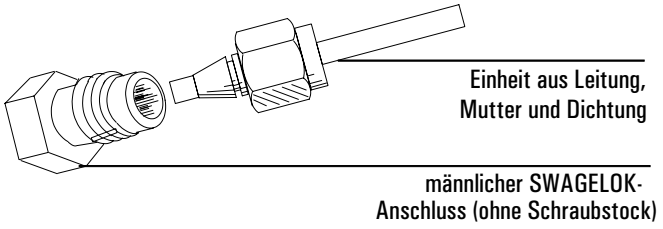


männlicher SWAGELOK-Anschluss

2. Schieben Sie eine SWAGELOK -Mutter, eine hintere und eine vordere Dichtung über ein Stück Teflonleitung. Wenn das Ende der Leitung nicht gerade und glatt abgeschnitten ist, sollten Sie dies mit einer Rasierklinge oder einem scharfen Messer nachholen.

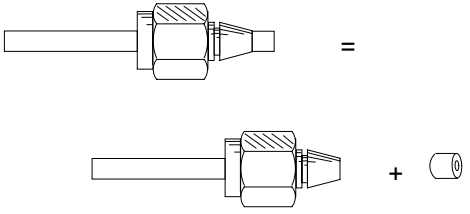


3. Führen Sie die Teflonleitung mit den Dichtungen in den im Schraubstock eingespannten Anschluss ein. Ziehen Sie dann die Mutter eine Dreiviertel-drehung über handfest an, um die Dichtungen auf der Leitung zu fixieren.

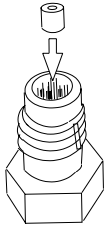


4. Lösen Sie die Mutter und entfernen Sie die Leitung wieder vom SWAGELOK-Anschluss.

5. Schneiden Sie das Ende, das über die Dichtung hinausragt, mit einer Rasierklinge oder einem scharfen Messer ab. Die Leitung kann nun als Spacer verwendet werden.



6. Führen Sie den Spacer in den eingespannten SWAGELOK-Anschluss ein.



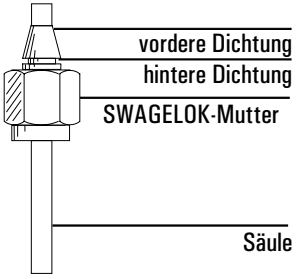
Ein männlicher SWAGELOK-Anschluss und der Spacer sollten für die Installation von neuen Dichtungen in einer Säule immer bereitgehalten werden.

Verfahren zur Installation von Dichtungen an eine Metallsäule

Benötigte Materialien

männlicher SWAGELOK-Anschluss mit Spacer aus Teflonleitung
SWAGELOK-Mutter und Dichtung
Schraubenschlüssel

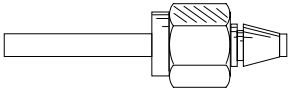
1. Installieren Sie die neue SWAGELOK-Mutter und Dichtungen an der Säule.



2. Installieren Sie den Spacer aus Teflonleitung im männlichen Anschluss. Schieben Sie die Säule mit ihren Muttern und Dichtungen ganz in den eingespannten Anschluss. Ziehen Sie die Mutter handfest an.

   Ziehen Sie die Mutter bei 1/4"-Säulen mit einem Schraubenschlüssel eine weitere 1-1/4-Drehung nach bzw. eine Dreivierteldrehung bei 1/8"-Säulen.

3. Lösen Sie die Säulenmutter von dem eingespannten Anschluss und entfernen Sie die Säule. Bringen Sie die Dichtungen dann an der Säule an, wobei die Säule richtig positionert sein sollte.



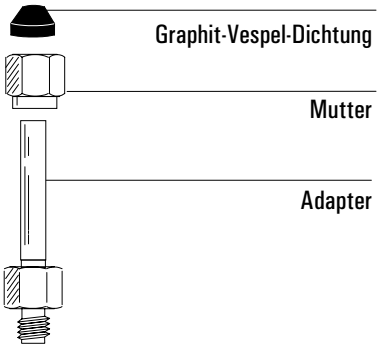
Verfahren zur Installation eines Adapters in einem Detektoranschluss

Hier wird ein allgemeines Verfahren zur Installation vieler Arten von Adaptern in Detektoranschlüssen beschrieben. In Tabelle 13 sind die Bestellnummern für Adapter aufgeführt.

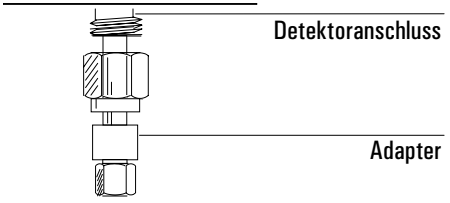
Benötigte Materialien

7/16"- oder 9/16"-Schraubenschlüssel
Graphit-Vespel-Dichtung
Mutter
Adapter

1. Bringen Sie eine Messingmutter und eine Graphit-Vespel-Dichtung am Adapter an.



2. Führen Sie den Adapter gerade so weit wie möglich in den Detektorgrundkörper ein. Halten Sie den Adapter in dieser Position und ziehen Sie die Mutter handfest an.



   1/4"-Säule, ziehen Sie eine weitere Dreiviertelumdrehung mit einem 9/16"-Schraubenschlüssel nach.

1/8"-Säule, ziehen Sie eine weitere Vierteldrehung mit einem 7/16"-Schraubenschlüssel nach.

3. Fahren Sie mit der Installation von gepackten Metallsäulen auf Seite 154 fort.

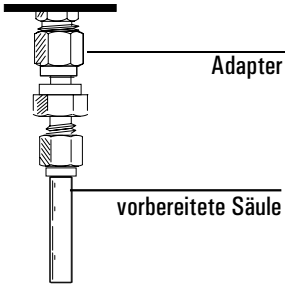
Verfahren zur Installation von gepackten Metallsäulen

Bevor Sie mit diesen Schritten beginnen, sollten Sie sicher sein, dass, wenn nötig, ein Adapter oder Liner installiert sind (Seite 153) und dass die Säule vorbereitet ist (Seite 149.)

Benötigte Materialien

vorbereitete Metallsäule
Säulenadapter, wenn benötigt
Schraubenschlüssel

1. Führen Sie die Säule bis zum Anschlag in den Adapter, Detektor oder Einlassliner ein. Ziehen Sie die Mutter handfest an.



2. Wenn Sie eine Säule direkt in den Detektoranschluss einbauen:
   1/4"-Säule, ziehen Sie eine weitere Dreivierteldrehung mit einem 9/16"-Schraubenschlüssel nach.
   1/8"-Säule, ziehen Sie eine weitere Vierteldrehung mit einem 7/16"-Schraubenschlüssel nach.

3. Wenn Sie eine Säule an den Adapter anbauen:
   Ziehen Sie die Säulenmutter mit zwei Schraubenschlüsseln fest, wobei einer für die Drehung der Säulenmutter und der andere zum Gegenhalten am Liner- oder Adapterkörper greifen sollte. Dies verhindert, dass sich der Liner oder Adapter mitdreht, wenn die Säulenmutter angezogen wird.

1/4"-Säule, ziehen Sie eine weitere Dreivierteldrehung mit einem 9/16"-Schraubenschlüssel nach.
1/8"-Säule, ziehen Sie eine weitere Vierteldrehung mit einem 7/16"-Schraubenschlüssel nach.

4. Stellen Sie einen Trägergasfluss duch den Einlass ein. Heizen Sie den Ofen, den Einlass und den Detektor auf ihre Betriebstemperaturen. Lassen Sie sie abkühlen und ziehen Sie die Anschlüsse nach.

Dichtungen für gepackte Metallsäulen

In Tabelle 15 sind einige Dichtungen aufgelistet, die mit gepackten Metallsäulen verwendet werden. Der *Agilent Säulen- und Materialkatalog* enthält eine vollständigere Liste.

Dichtungen, die nicht richtig vorbereitet wurden, können zu Leckagen und Kontaminationen führen. Hier sind einige Hinweise, wie Sie Probleme verhindern können.

Graphit- und Graphit-Vespel-Dichtungen: Stellen Sie einige Dichtungen für 30 Minuten in einer Petrischale bei 250 bis 300°C in den GC-Ofen, um organische Substanzen zu entfernen, die vom Graphit absorbiert wurden. Lassen Sie eine Schale mit verschiedenen Dichtungen im Ofen, um immer einen sauberen Vorrat zu haben.

Vespel-Dichtungen. Diese Dichtungen sind in der Regel dichter als solche mit Graphit, sie besitzen aber ein niedrigeres Temperaturlimit. Ziehen Sie sie möglichst nach einigen Temperaturzyklen nach. Benutzen Sie immer die der Säule entsprechende Dichtungsgröße, die Sie verwenden wollen.

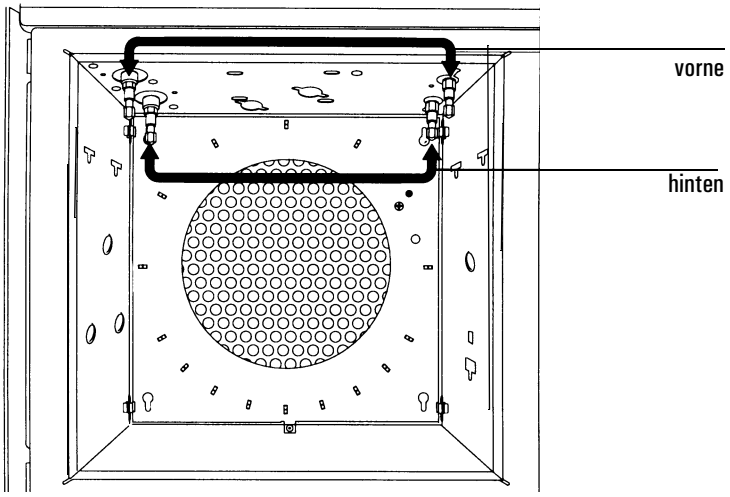
Tabelle 15 Muttern und Dichtungen für gepackte Metallsäulen

Beschreibung*	Verwendung	Bestellnr.
1/4" rostfreier Stahl, 20 Stk. pro Pkg. *(Mutter, vordere Dichtung, hintere Dichtung)*	1/4"	5080-8753
1/8" rostfreier Stahl, 20 Stk. pro Pkg. *(Mutter, vordere Dichtung, hintere Dichtung)*	1/8"	5080-8751
1/4" Messing, je 20 Stk. pro Pkg. *(Mutter, vordere Dichtung, hintere Dichtung)*	1/4"	5080-8752
1/8" Messing, je 20 Stk. pro Pkg. *(Mutter, vordere Dichtung, hintere Dichtung)*	1/8"	5080-8750
1/4"-Graphit-Vespel-Dichtung 10 Stk. pro Pkg	Einlass/Detektorliner bzw. -adapter 1/4" Säulen	5080-8774
1/8"-Graphit-Vespel-Dichtung, 10 Stk. pro Pkg	1/8"-Säulen	0100-1107

* Innendurchmesser für O-Ringe und Dichtungen

Gepackte Glassäulen

Gepackte Glassäulen müssen gleichzeitig am Einlass und am Detektor installiert und immer parallel zur Ofentür eingebaut werden:



In gespülte Gepacktsäuleneinlässe, µ-ECD- und adaptierbare NPD, FID und FPD-Anschlüsse können Sie gepackte Glassäulen direkt installieren. Der WLD erfordert einen Adapter.

Es gibt zwei Arten von gepackten Glassäulen. Stellen Sie sicher, dass Ihre Säule mit dem verwendeten Einlassanschluss und Detektor kompatibel ist. In Tabelle 16 sind die erforderlichen Einlass- und Detektoranschlüsse sowie die geeignete Säulenkonfigurierung zusammengefasst.

Überblick über die Installation von gepackten Glassäulen

1. In Tabelle 16 finden Sie Informationen über die erforderlichen Anschlüsse und Säulenkonfigurierungen.
2. Entfernen oder installieren Sie nach Bedarf einen Adapter (siehe Seite 153).

3. Folgen Sie den allgemeinen Verfahrensschritten zur Installation von Glassäulen auf Seite 159.

Tabelle 16 Installation von gepackten Glassäulen

Einlass oder Detektor	Wo sie installiert wird	Säulenkonfigurierungen	Beschreibung
gespülter Gepacktsäuleneinlass	Einlassfitting (kein Liner installiert) *ode* 1/4"-Liner*	A oder B, je nach Detektor C (ist für alle Detektoren möglich)	Lassen Sie mindestens 50 mm der Säule leer, um zu verhindern, dass die Nadel bei der Injektion mit der Glaswolle oder der Säulenpackung in Berührung kommt.
Adaptierbarer NPD, FID oder FPD Die Verwendung des für *Kapillaren optimierten* Detektors ist nicht möglich.	Detektoranschluss	A	Entfernen Sie, falls installiert, den Adapter. Lassen Sie mindestens 40 mm der Säule leer, um zu verhindern, dass das untere Ende der Düse mit der Glaswolle oder der Säulenpackung in Berührung kommt.
μ-ECD	Detektoranschluss	A	Entfernen Sie, falls installiert, den Kapillarsäulenadapter.
WLD	1/4"-Adapter (Bestellnr. G1532-20710)	B	Anweisungen zur Installation von Adaptern finden Sie auf Seite 153.

* Anweisungen zur Installation von Linern finden Sie unter „Anleitung: Installation von Linern“.

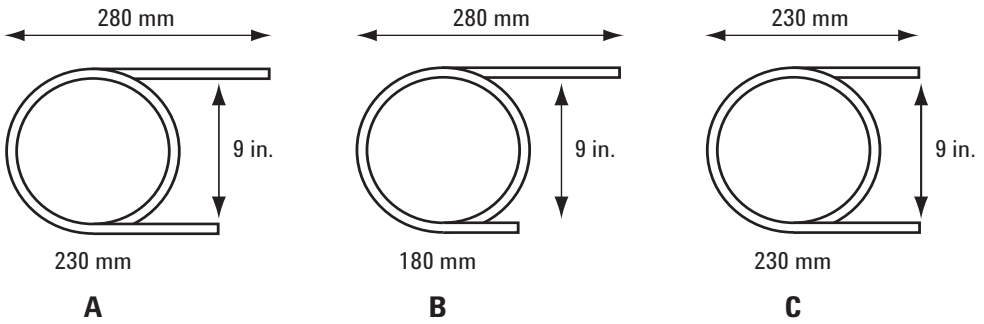


Abbildung 19 Säulenkonfigurationen

Verfahren zur Installation von gepackten Glassäulen

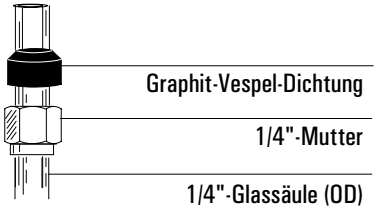
Benötigte Materialien

empfohlen:
zwei 1/4"-Graphit-Vespel-Dichtungen
zwei 1/4"-Muttern
9/16"-Schraubenschlüssel

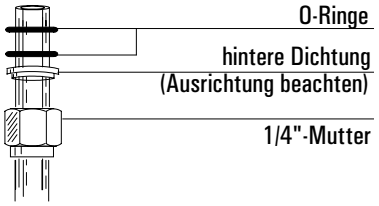
Alternative:
vier O-Ringe
zwei hintere Dichtungen
zwei 1/4"-Muttern
9/16"-Schraubenschlüssel

1. Statten Sie die Säule an beiden Enden mit einer Messingmutter und einer Graphit-Vespel-Dichtung aus. Alternativ können Sie auch eine 1/4"-Mutter, eine hintere Dichtung und zwei O-Ringe an jedem Ende der Säule installieren. Ein weiterer O-Ring unter der Mutter verhindert, dass die Mutter in den geschlängelten Teil der Säule rutscht.

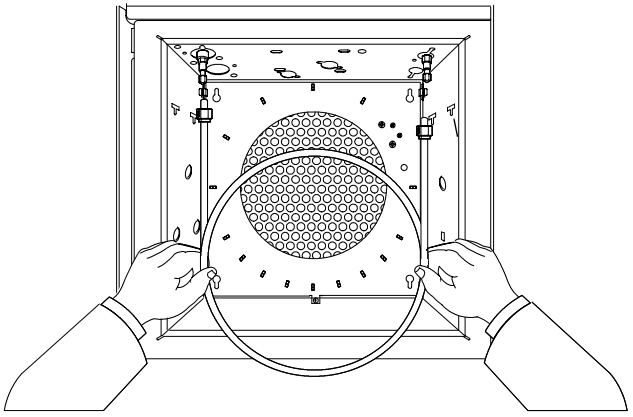
empfohlene



alternative Installationsmethode



2. Führen Sie die Säule bis zum Anschlag in den Einlass ein. Führen Sie die Säule *vorsichtig* in den Detektoranschluss ein. Eventuell muss das lange Ende der Säule zunächst abgewinkelt in den Injektor eingeführt werden.



3. Ziehen Sie die Säule aus dem Einlass und aus dem Detektor jeweils 1 bis 2 mm wieder zurück. Schrauben Sie beide Säulenmuttern handfest an.

4. Ziehen Sie beide Säulenmuttern mit einem Schraubenschlüssel durch eine weitere Vierteldrehung nach. Wenn Sie Graphit-Vespel-Dichtungen verwenden, fahren Sie mit Schritt 5 fort. Wenn Sie O-Ringe verwenden, fahren Sie mit Schritt 6 fort.

VORSICHT Wenn die Säulenmuttern zu fest angezogen oder die Säulenenden mit Gewalt in den Einlass bzw. Detektor eingeführt werden, kann die Säule leicht zerbrechen.

5. Stellen Sie einen Säulenfluss ein und erhöhen Sie die Temperaturen für den Einlass, den Detektor und den Ofen auf ihre Betriebsbedingungen. Stellen Sie den Ofen dann auf Raumtemperatur und lassen Sie ihn abkühlen.

6. Ziehen Sie die Mutter mit dem Schraubenschlüssel eine weitere halbe Drehung nach. Wenn nötig, ziehen Sie die Mutter noch fester, um Undichtigkeiten vorzubeugen.

Dichtungen und O-Ringe für gepackte Glassäulen

In Tabelle 17 sind einige Dichtungen aufgelistet, die mit gepackten Glassäulen verwendet werden. Der *Agilent Säulen- und Materialkatalog* enthält eine vollständigere Liste.

Dichtungen, die nicht richtig vorbereitet wurden, können zu Leckagen und Kontaminationen führen. Um Probleme zu verhindern, sollten Sie Graphit-Vespel-Dichtungen für 30 Minuten in einer Petrischale bei 250 bis 300°C in den GC-Ofen stellen, um organische Substanzen zu entfernen, die vom Graphit absorbiert wurden. Lassen Sie eine Schale mit verschiedenen Dichtungen im Ofen, um immer einen sauberen Vorrat zu haben.

Tabelle 17 Verbrauchsmaterial für gepackte Glassäulen

Beschreibung*	Verwendung	Bestellnr.
1/4"-Graphit-Vespel-Dichtung, 10 Stk. pro Pkg.	Einlass bzw. Detektor-Liner, 1/4" gepackte Glassäulen	5080-8774
Silikon-O-Ring, 6,0 mm	1/4"gepackte Glassäulen	0905-0322

* Innendurchmesser für O-Ringe und Dichtungen

Konditionieren von Säulen

Beim Konditionieren wird durch die Säule ein Trägergasfluss geführt und der Ofen für Kapillarsäulen eine halbe Stunde und für gepackte Säulen über Nacht aufgeheizt. Dadurch werden Störstoffe aus der Säule getrieben, die eine genaue Anaylse behindern würden.

Neue gepackte Säulen sollten konditioniert werden, da sie durch den Beschichtungsprozess oft flüchtige Verunreinigungen enthalten. Manchmal ist es auch nötig, gebrauchte Säulen zu konditionieren, wenn diese eine Zeit lang unverschlossen gelagert wurden.

Das Konditionieren ist bei Kapillarsäulen von geringerer Bedeutung, da sie nur sehr wenig stationäre Phasen enthalten.

Die folgenden Verfahren enthalten Vorbereitungsschritte und tatsächliche Konditionierungsschritte, die sich bei gepackten und Kapillarsäulen unterscheiden.

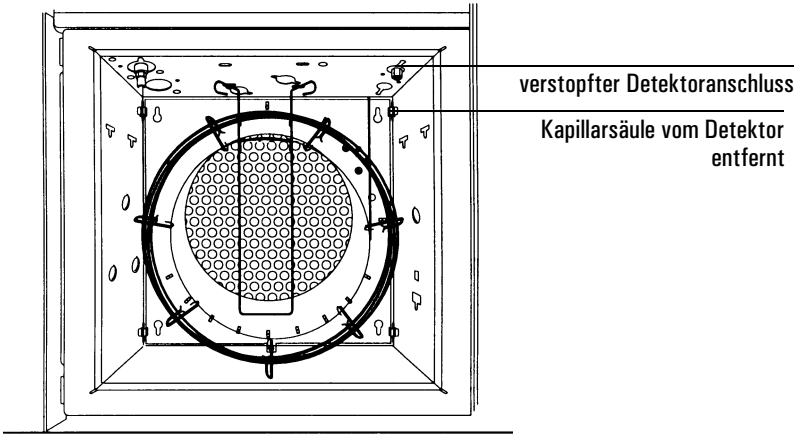
Durchführung von ersten Konditionierungsschritten für die Säule

Benötigte Materialien

Zwei 7/16"-Schraubenschlüssel
Blinddichtung und Kapillarmutter für den Detektoranschluss

1. Schalten Sie den Detektor aus. Drehen Sie alle Detektorgase ab. Dabei ist es besonders wichtig, den Wasserstoff abzudrehen!
2. Wenn die zu konditionierende Säule noch nicht eingebaut ist, sollten Sie sie mit einem Ende an einen Injektor anschließen. Anweisungen zur Installation von Säulen finden Sie weiter vorne in diesem Kapitel. Schließen Sie das andere Ende NICHT an einen Detektor an!
3. Wenn Sie eine Kapillarsäule in einem Split/Splitless-Injektor konditionieren wollen, installieren Sie den passenden Liner und schließen Sie die Säule in herkömmlicher Weise an, wobei die Säule etwa 5 bis 7 mm über die Dichtung herausragt.

4. Verschließen Sie die Detektoranschlüsse mit Blinddichtungen und Säulenmuttern.



Verfahren zur Konditionierung von Kapillarsäulen

WARNUNG Verwenden Sie zum Konditionieren nie Wasserstoff als Trägergas! Es könnte in den Ofen strömen und eine Explosion auslösen.

1. Wählen Sie einen geeigneten Säulenvordruck – in **psi (kPa)** – aus dieser Tabelle aus.

	Innendurchmesser				
Länge, m	**0,10 mm**	**0,20 mm**	**0,25 mm**	**0,32 mm**	**0,53 mm**
10	25 (170)	6 (40)	3,7 (26)	2,3 (16)	0,9 (6,4)
15	39 (270)	9 (61)	5,6 (39)	3,4 (24)	1,4 (9,7)
25	68 (470)	15 (104)	9,5 (65)	5,7 (40)	2,3 (16)
30	83 (570)	18 (126)	12 (80)	7 (48)	2,8 (19)
50		32 (220)	20 (135)	12 (81)	4,7 (32)
60		39 (267)	24 (164)	14 (98)	5,6 (39)

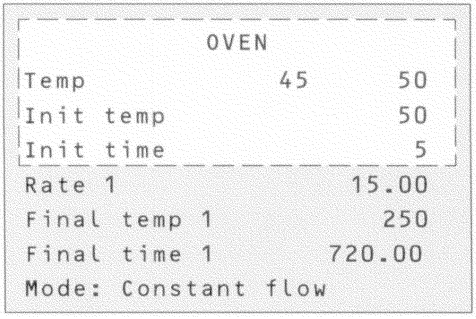
2. Geben Sie den gewählten Druck ein. Lassen Sie die Säule 15 bis 30 Minuten lang mit dem Gas durchströmen, um die Luft aus der Säule zu verdrängen.

3. Fahren Sie den Ofen von Raumtemperatur auf die Maximaltemperatur der Säule. Erhöhen Sie die Temperatur dabei mit einer Rate von 10 bis 15°C/min und halten Sie die Maximaltemperatur 30 Minuten lang.
4. Wenn Sie die konditionierte Säule nicht sofort verwenden wollen, entfernen Sie sie aus dem Ofen. Verschließen Sie beide Enden mit Verschlusskappen, um zu verhindern, dass Luft, Feuchtigkeit oder andere Stoffe in die Säule eindringen.

Verfahren zur Konditionierung von gepackten Säulen

WARNUNG Verwenden Sie zum Konditionieren nie Wasserstoff als Trägergas! Es könnte in den Ofen strömen und eine Explosion auslösen.

1. Drücken Sie auf [Col 1] oder [Col 2], um die Säulensteuerungstabelle zu öffnen.
2. Geben Sie einen geeigneten Säulenfluss ein:
   - 20 bis 30 ml/min für 2-mm-ID-Glas- oder 1/8"-OD-Metallsäulen
   - 50 bis 60 ml/min für 4-mm-ID-Glas- oder 1/4"-OD-Metallsäulen
3. Die Konditioniertemperatur sollte nie über der Maximaltemperatur der Säule liegen; gewöhnlich sind Temperaturen von 30°C unter der Maximaltemperatur ausreichend. Fahren Sie die Ofentemperatur langsam auf die Konditioniertemperatur für die Säule hoch.



4. Lassen Sie die Säule bei dieser Temperatur über Nacht konditionieren. Wenn Sie die konditionierte Säule nicht sofort verwenden wollen, entfernen Sie sie aus dem Ofen. Verschließen Sie beide Enden mit Verschlusskappen, um zu verhindern, dass Luft, Feuchtigkeit oder andere Stoffe in die Säule eindringen.

Konditionieren von chemischen Filtern

Wenn Ihre Filter vorkonditioniert sind, müssen Sie das Konditionierverfahren vor deren Verwendung nicht durchführen. Allerdings benötigen alle Filter eine periodische Regenerierung, die z.B. nach Durchsatz von ein bis vier Gaszylindern erforderlich sein kann oder wenn keine Gase höchster Reinheit verwendet wurden. Die Feuchtigkeits- und Aktivkohlefilter von Agilent lassen sich rekonditionieren. Agilent Sauerstoffilter können nicht rekonditioniert werden; sie müssen bei Verunreinigung ausgetauscht werden. Zur Rekonditionierung von Filtern halten Sie sich bitte an die Anweisungen des Herstellers.

Molsieb- und Aktivkohlefilter können auch wiedergefüllt werden. Mit jeder Lieferung erhalten Sie Anweisungen zur Wiederbefüllung der Filter.

Tabelle 18 Bestellinformationen für Filter von Agilent

Beschreibung	Bestellnr.
Feuchtigkeitsfilter (gepackt mit Molsieb 5A, 45/60 mesh)	5060-9077
konditionierte Feuchtigkeitsfilter (gepackt mit prekonditioniertem Molsieb 5A, 45/60 mesh)	5060-9084
Aktivkohlefilter	5060-9096
Molsieb 5A (100 Gramm, 45/60 mesh)	5080-6759
Aktivkohle (100 Gramm, 30/60 mesh)	5080-6751
Veschlusskappen für Filter, 1/8", 6 Stk. pro Pkg	5180-4124
Reduzierstück für Filteranschlüsse	5062-3502

Kalibrieren der Kapillarsäule (optional)

Vorbereitung

Wenn Sie eine Kapillarsäule verwenden, müssen Sie von Zeit zu Zeit kleine Stücke der Säule abschneiden und so die Länge der Säule verändern. Ist es Ihnen nicht möglich oder zu aufwändig die tatsächliche Länge der Säule zu messen, oder wenn Sie EPC mit einer bestimmten Säule verwenden, können Sie mithilfe eines internen Kalibrierprogramms die tatsächliche Säulenlänge bestimmen. Auch wenn Sie den Innendurchmesser der Säule nicht wissen oder annehmen, der Innendurchmesser sei falsch, können Sie den tatsächlichen Durchmesser mit diesem Verfahren bestimmen.

Bevor Sie die Säule kalibrieren, prüfen Sie nach, ob folgende Punkte eingehalten sind:

- Sie verwenden eine Kapillarsäule.
- Die Säule ist definiert.
- Es gibt keine Ofenstufen.
- Die Gasquelle der Säule (normalerweise der Einlass) steht auf On und „non-zero“.

Bitte beachten Sie auch, dass die Säulenkalibrierung bei einer Veränderung der Säule um ≥ 5 m oder, wenn der berechnete Säulendurchmesser ≥ 20 µm ist, nicht möglich ist.

Arten der Kalibrierung

Es gibt drei Möglichkeiten, um die Säulenlängen bzw. den Säulendurchmesser zu kalibrieren:

- Kalibrierung mit der tatsächlich gemessenen Flussrate
- Kalibrierung mittels der Säulentotzeit
- Kalibrierung von Länge **und** Durchmesser mittels Flussrate **und** Totzeit

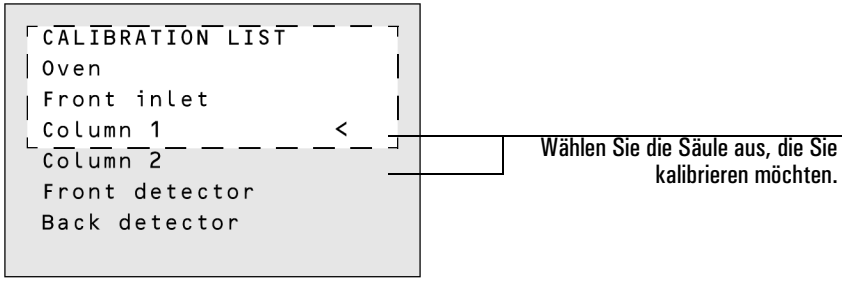
VORSICHT Wenn Sie die Säulenflussrate messen und Ihr Messgerät die Daten nicht auf NTP (Normaltemperatur und -druck) korrigiert, müssen Sie die Messergebnisse noch auf NTP umrechnen. Wenn Sie die unkorrigierten Daten eingeben, ist die Kalibrierung nicht korrekt. Weitere Informationen finden Sie unter „Bestimmung der Flussraten mit dem Blasen-Flussmeter“.

Verfahren zur Säulenkalibrierung

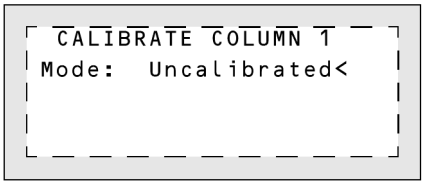
Die Verfahren zur Säulenkalibrierung werden im Folgenden beschrieben, wobei Säule 1 als Beispiel genommen wird.

Verfahren zur Bestimmung der tatsächlichen Säulenlänge und des Durchmessers über die Totzeit

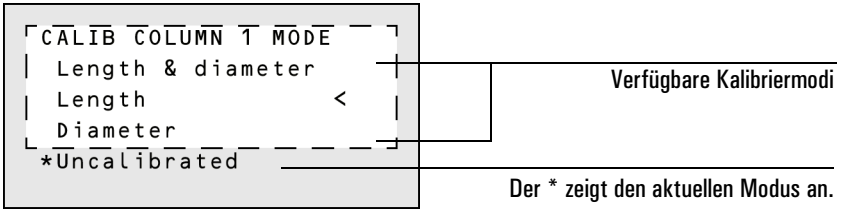
1. Stellen Sie Ofenstufe 1 auf 0.00, danach überprüfen Sie, ob die Säule definiert ist. Weitere Informationen finden Sie unter „Verfahren zum Einstellen eines isothermischen Laufes“ oder „Konfigurieren der Säule“.
2. Führen Sie einen Analysenlauf aus und benutzen Sie dazu eine Substanz, die auf der Säule nicht zurückgehalten wird.
3. Wählen Sie [Options], dann Calibration an und drücken Sie [Enter].
4. Aus „Calibration List“ wählen Sie Column 1 oder Column 2 und drücken Sie dann auf [Enter].



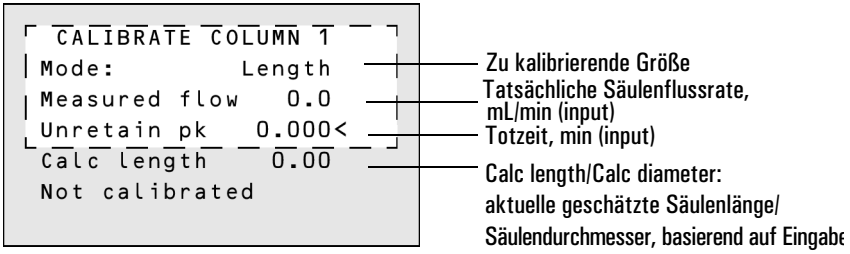
5. Der GC zeigt den aktuellen Kalibriermodus für die Säule an. In diesem Beispiel ist die Säule nicht kalibriert.



6. Um den Kalibriermodus zu wechseln oder neu zu kalibrieren, drücken Sie auf [Mode/Type]. Sie erhalten dann das Menü zur Einstellung des Kalibriermodus.



7. Gehen Sie auf Length oder Diameter und drücken Sie auf [Enter]. Das folgende Menü erscheint:



8. Gehen Sie auf Unretain pk und geben Sie die tatsächliche Totzeit ein, die Sie im zuvor beschriebenen Analysenlauf erhalten haben.

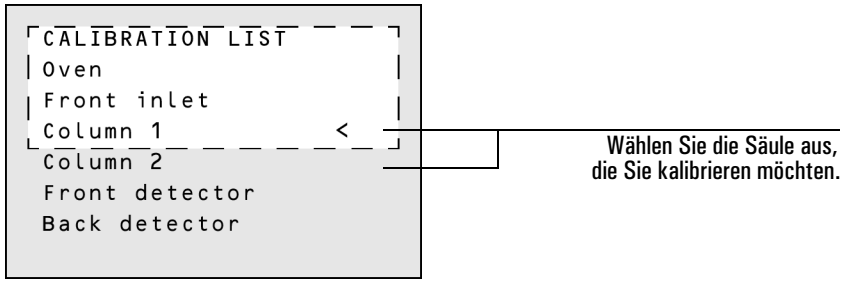
9. Wenn Sie auf [Enter] drücken, wird der GC die Säulenlänge oder den Durchmesser anhand der Totzeiteingabe ermitteln und dann diese Daten für alle weiteren Berechnungen verwenden.

Verfahren zur Bestimmung der tatsächlichen Säulenlänge und des Säulendurchmessers anhand der gemessenen Flussrate

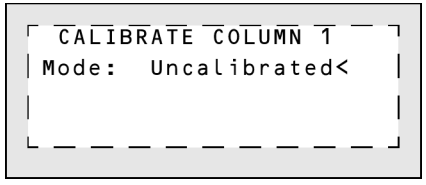
1. Stellen Sie Ofenstufe 1 auf 0.00, danach überprüfen Sie, ob die Säule definiert ist. Weitere Informationen finden Sie unter „Verfahren zum Einstellen eines isothermischen Laufes“ oder „Konfigurieren der Säule“.
2. Stellen Sie Ofen-, Einlass- und Detektortemperaturen auf 35°C und lassen Sie sie auf Raumtemperatur abkühlen.
3. Bauen Sie die Säule aus dem Detektor aus.

VORSICHT Wenn Sie die Säulenflussrate messen und Ihr Messgerät die Daten nicht auf NTP (Normaltemperatur und -druck) korrigiert, müssen Sie die Messergebnisse noch auf NTP umrechnen. Wenn Sie die unkorrigierten Daten eingeben, ist die Kalibrierung nicht korrekt. Siehe „Bestimmung der Flussraten mit dem Blasen-Flussmeter“.

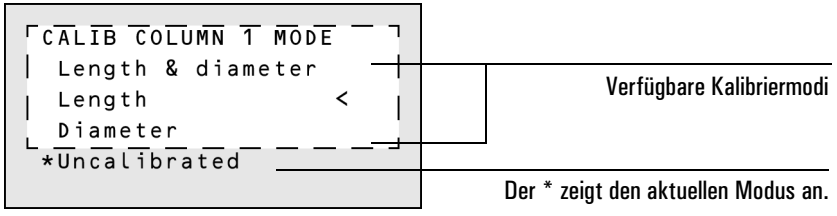
4. Messen Sie die tatsächliche Flussrate in der Säule mittels Blasen-Flussmeter. Schreiben Sie den Wert auf. Bauen Sie die Säule wieder ein.
5. Wählen Sie [Options], dann Calibration und drücken Sie [Enter].
6. Aus Calibration List wählen Sie Column 1 oder Column 2 und drücken Sie dann auf [Enter].



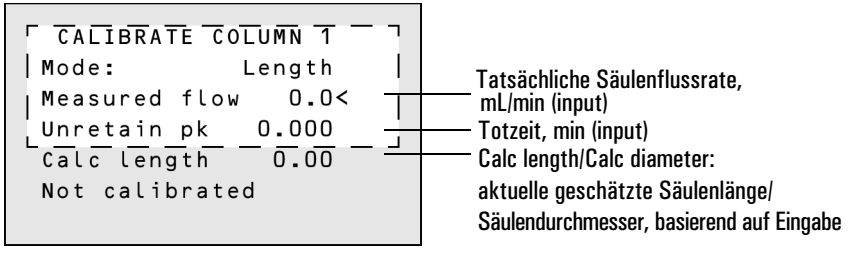
7. Der GC zeigt den aktuellen Kalibriermodus für die Säule an. In diesem Beispiel ist die Säule nicht kalibriert.



8. Um den Kalibriermodus zu wechseln oder neu zu kalibrieren, drücken Sie auf [Mode/Type]. Sie erhalten dann das Menü zur Einstellung des Kalibriermodus.



9. Gehen Sie auf Length oder Diameter und drücken Sie auf [Enter]. Das folgende Menü erscheint:



10. Gehen Sie auf Measured flow und geben Sie die tatsächliche Säulenflussrate, die Sie aus dem zuvor durchgeführten Analysenlauf ermittelt haben (in ml /min), ein.

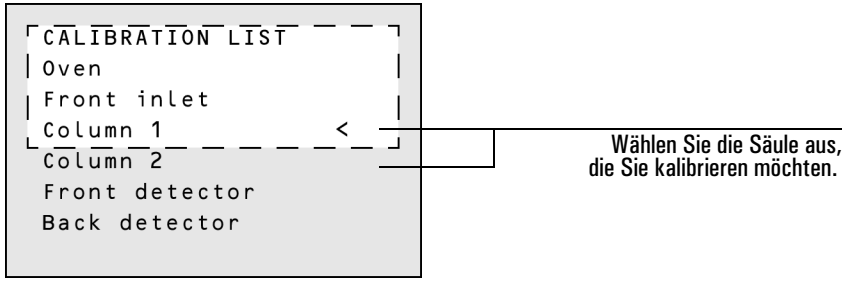
11. Wenn Sie auf [Enter] drücken, wird der GC die Säulenlänge oder den Durchmesser anhand der Totzeiteingabe ermitteln und dann diese Daten für alle weiteren Berechnungen verwenden.

Verfahren zur Ermittlung der tatsächlichen Säulenlänge und des Durchmessers

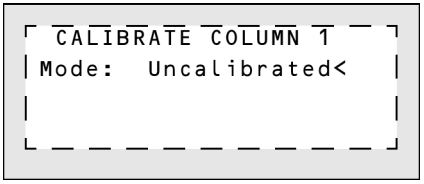
1. Stellen Sie Ofenstufe 1 auf 0.00, danach überprüfen Sie, ob die Säule definiert ist. Weitere Informationen finden Sie unter „Verfahren zum Einstellen eines isothermischen Laufes“ oder „Konfigurieren der Säule“.
2. Führen Sie einen Analysenlauf aus und benutzen Sie dazu eine Substanz, die auf der Säule nicht zurückgehalten wird.
3. Stellen Sie Ofen-, Einlass- und Detektortemperaturen auf 35°C und lassen Sie sie auf Raumtemperatur abkühlen.
4. Bauen Sie die Säule aus dem Detektor aus.

VORSICHT Wenn Sie die Säulenflussrate messen und Ihr Messgerät die Daten nicht auf NTP (Normaltemperatur und -druck) korrigiert, müssen Sie die Messergebnisse noch auf NTP umrechnen. Wenn Sie die unkorrigierten Daten eingeben, ist die Kalibrierung nicht korrekt. Siehe „Bestimmung der Flussraten mit dem Blasen-Flussmeter“.

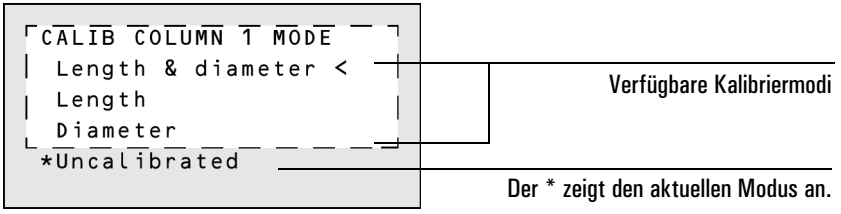
5. Messen Sie die tatsächliche Flussrate in der Säule mittels Blasen-Flussmeter. Schreiben Sie den Wert auf. Bauen Sie die Säule wieder ein.
6. Wählen Sie [Options], dann Calibration und drücken Sie [Enter].
7. Aus Calibration List wählen Sie Column 1 oder Column 2 und drücken Sie dann auf [Enter].



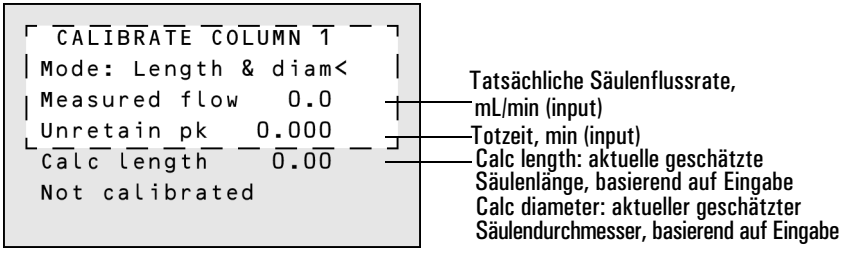
8. Der GC zeigt den aktuellen Kalibriermodus für die Säule an. In diesem Beispiel ist die Säule nicht kalibriert.



9. Um den Kalibriermodus zu wechseln oder neu zu kalibrieren, drücken Sie auf [Mode/Type]. Sie erhalten dann das Menü zur Einstellung des Kalibriermodus.



10. Gehen Sie auf Length oder Diameter und drücken Sie auf [Enter]. Das folgende Menü erscheint:



11. Gehen Sie auf Measured flow und geben Sie die tatsächliche Säulenflussrate, die Sie aus dem zuvor durchgeführten Analysenlauf ermittelt haben (in ml /min), ein.

12. Gehen Sie auf Unretain pk und geben Sie die tatsächliche Totzeit ein, die Sie im zuvor beschriebenen Analysenlauf erhalten haben.

13. Wenn Sie auf [Enter] drücken, wird der GC die Säulenlänge oder den Durchmesser anhand der Totzeiteingabe ermitteln und dann diese Daten für alle weiteren Berechnungen verwenden.

6 Signalverarbeitung

Verwenden der Signalsteuerungstabellen
- Signal Type
- Value (Wert)

Einstellungen für den Analogausgang – Nullpunkt, Bereich und Abschwächung
- Analognull
- Verfahren zur Nullpunkteinstellung des Signalausganges
- Bereich – nur für Analogausgänge
- Abschwächung – nur für Analogausgänge
- Datenübertragungsraten
- Verfahren zur Auswahl von Fast Peaks

Digitale Datenverarbeitung
- Digitalnull
- Verschiebungen der Basislinie
- Cerity\ChemStation

Säulenkompensation
- Verfahren zum Erstellen eines Säulenkompensationsprofils
- Verfahren zur Durchführung eines Analysenlaufes mit Säulenkompensation
- Verfahren zur Ausgabe eines gespeicherten Säulenkompensationsprofils

Testplot

Signalverarbeitung

Als Signal werden alle Daten bezeichnet, die der GC digital oder analog an ein Signalverarbeitungssystem ausgibt. Es kann sich dabei um Detektorsignale, Temperaturen, Flussraten oder Drücke handeln. Es gibt zwei Ausgangskanäle.

Die Signalausgabe kann analog oder digital erfolgen, je nach Signalverarbeitungssystem. Analogausgänge gibt es in zwei verschiedenen Geschwindigkeiten, die sich entweder für Signalpeaks mit einer Mindestbreite von 0,004 Minuten (hohe Datenübertragungsrate) oder von 0,01 Minuten (normale Rate) eignen. Die Analog-Ausgangspegel liegen bei 0 bis 1 V, 0 bis 10 V und 0 bis 1 mV.

Die Digitalausgabe für die Cerity- und ChemStation-Software ist mit elf verschiedenen Geschwindigkeiten von 0,1 Hz bis 200 Hz verfügbar. Es können damit Peaks zwischen einer Breite von 0,001 und 2 Minuten erfasst werden. Stellen Sie die Geschwindigkeit von der Cerity- oder ChemStation-Software aus ein.

Verwenden der Signalsteuerungstabellen

Signal Type

Zur Zuordnung der Detektorsignale können Sie die [Mode/Type]-Taste verwenden und aus der Steuerungstabelle die Signalart auswählen oder auf eine Taste oder eine Tastenkombination drücken. [Front], [Back], [–], [Col Comp 1] und [Col Comp 2] sind nur in einer Kombination einsetzbar. Drücken Sie zum Beispiel auf [Back] für den hinteren Detektor oder [Back] [–][Front] für die Subtraktion des hinteren Detektorsignals vom vorderen Detektorsignal.

Zu den Nicht-Detektorsignalen gehören Testplots, thermische Signale, pneumatische Signale und Diagnoseergebnisse. Sie lassen sich über [Mode/Type] aufrufen. Diagnoseergebnisse sind vor allem für den Kundendienst und sollen hier nicht genauer beschrieben werden.

Die Signalart kann als Laufzeitevent verwendet werden. Weitere Informationen dazu finden Sie unter „Programmierung der Laufzeit“

Value (Wert)

Der Eintrag für Value in der Signalsteuerungstabelle entspricht dem Eintrag Output der Detektorsteuerungstabelle, wenn als Signalart Front oder Back gewählt wurde. Wenn Sie ein Signal von einem anderen abziehen (wie z.B. Front (vorderes

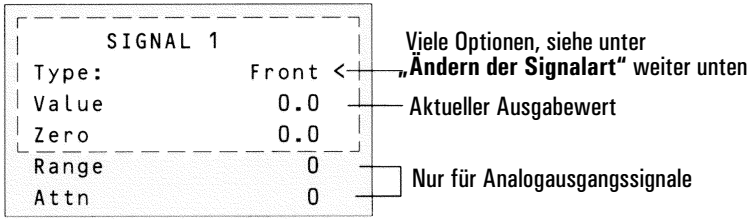
Signal) – Back (hinteres Signal)), ergibt sich der Signalwert Value aus der Differenz. Sie können für Value keine Sollwerte eingeben.

Zur Bewertung des Value-Eintrags kann ein Umrechnungsfaktor herangezogen werden, wie z.B.: eine FID-Einheit entspricht einem Pikoampere oder eine ECD-Einheit entspricht 1 Hz. Die Einheiten für Detektoren und andere Signale sind im Folgenden aufgeführt.

Tabelle 19 Signalumrechnung

Signalart	eine dargestellte Einheit entspricht:
Detektor:	
FID, NPD	1.0 pA (1.0×10^{-12} A)
FPD	150 pA (150×10^{-12} A)
WLD	25 mV (2.5×10^{-5} V)
µ-ECD	1 Hz
Platine für Analogeingänge (zur Verwendung von Nicht-Agilent-Detektoren)	15 µV
andere als Detektoren:	
Wärme-	1°C
pneumatisch:	
Fluss	1 ml/Min.
Druck	1 Druckeinheit (psi, bar oder kPa)
Diagnose	unterschiedlich, manche ohne Skalierung

Drücken Sie [Signal 1] oder [Signal 2].



Für das **„Ändern der Signalart“** drücken Sie auf [Mode/Type]:

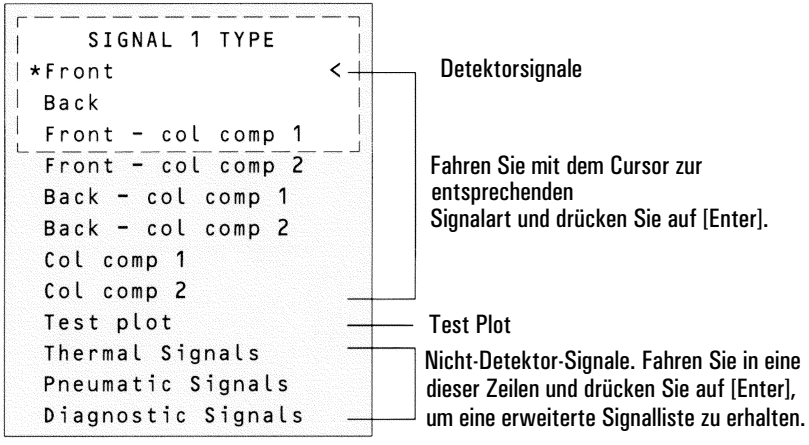


Abbildung 20 Signalsteuerungstabelle

Thermische Signale:

```
SIGNAL 1 TYPE
Oven temp              <
Front inlet temp
Front det temp
Aux 1 temp
```

Pneumatische Signale:

```
SIGNAL 1 TYPE
Column 1 flow          <
Column 2 flow
Column 1 pres
Column 2 pres
F inlet flow
F inlet pres
F det H2 pres
F det air pres
F det makeup pres
F det air flow
F det makeup flow
```

In den Untermenüs sind nur installierte Komponenten enthalten.

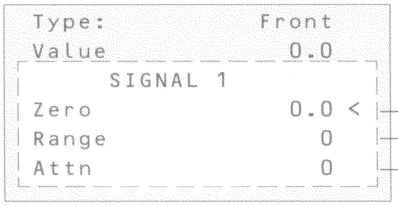
Diagnosesignale:

```
SIGNAL 1 TYPE
Test signal            <
Atm pressure
+5V monitor
+24V monitor
+15V monitor
-15V monitor
Line sense
F det ignitor V
Raw ADC reading
ADC reading noise
Mux ADC noise
Mux ADC offset
Pneu 10 volts
Pneu adc offset
Attn out 1
Attn out 2
DAC out 1
DAC out 2
F det 1st order
F det 2nd order
B det 1st order
B det 2nd order
B TCD bridge V
B TCD valve V
F det data
B det data
F det offset
B det offset
Finl module temp
B inl module temp
F det module temp
B det module temp
Aux module temp
F inl gas voltage
Oven rtd reading
F det rtd reading
B det rtd reading
F inl rtd reading
B inl rtd reading
Aux 1 rtd reading
Aux 2 rtd reading
```

Einstellungen für den Analogausgang – Nullpunkt, Bereich und Abschwächung

Wenn Sie einen Analogaufzeichner betreiben, müssen Sie die Signale möglicherweise anpassen. Dies kann über Zero (Nullpunkt), Range (Bereich) und Attn (Abschwächung) in der Signalsteuerungstabelle erfolgen.

Drücken Sie auf [Signal 1] oder [Signal 2].



Subtrahiert den eingegebenen Wert von der Basislinie (drücken Sie auf [On], um den aktuellen Wert oder auf [Off], um die Einstellung aufzuheben)

Skaliert die Detektordaten (möglich sind Einstellungen von 0 bis 13, je nach Detektorart)

Skaliert die Detektordaten für den Bandschreiber (es lassen sich Werte zwischen 0 und 10 einstellen)

Analognull

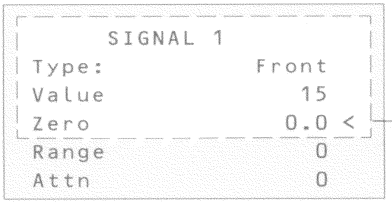
Damit werden Anhebungen der Basislinie oder der Offsets korrigiert. Oft findet diese Funktion Anwendung zur Korrektur von Basislinienverschiebungen bei Ventiloperationen. Nach der Nullpunkteinstellung entspricht der Analogausgang dem Eintrag in der Value-Zeile der Steuerungstabelle abzüglich des Wertes für Zero.

Zero kann als Laufzeitevent programmiert werden. Weitere Informationen dazu finden Sie unter „Verfahren zur Programmierung von Laufzeitevents“.

Verfahren zur Nullpunkteinstellung des Signalausganges

1. Überprüfen Sie, ob der Detektor eingeschaltet ist und sich im Bereitzustand befindet.

2. Drücken Sie auf [Signal 1] oder [Signal 2], um die Signalsteuerungstabelle aufzurufen.



3. Fahren Sie Zero an.

4. Drücken Sie auf [On], um Zero auf den aktuellen Wert des Signals zu setzen, *oder*
   geben Sie eine Zahl zwischen -500 000 und +500 000 ein. Ein Wert unter dem aktuellen Eintrag für Zero schiebt die Basislinie nach oben.

Bereich – nur für Analogausgänge

Der Bereich (Range) wird auch als Skalierung oder Größenordnung bezeichnet. Er begrenzt die Daten, die vom Detektor auf die analogen Signalschaltkreise übertragen werden, um eine Überladung der Schaltkreise zu vemeiden (Blockierung).Über Range erhalten alle analogen Signale eine Größenzuordnung (1 mV, 1 V, etc.).

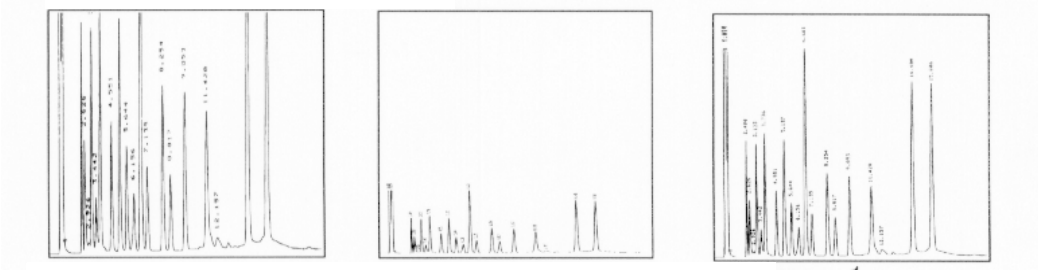
Wenn ein Chromatogramm wie unter A oder B in Abbildung 21 dargestellt wird, sollten die Daten so skaliert werden, dass alle Peaks auf dem Papier sichtbar werden (wie unter C).

Es lassen sich Werte zwischen 0 und 13 einstellen, was 2^0 (1) bis 2^{13} (8192) entspricht. Wenn man den Sollwert um 1 verändert, wirkt sich dies auf die Peakbreite mit einem Faktor von 2 aus. Dieser Effekt wird durch die Chromatogramme in Abbildung 21 verdeutlicht. Dabei sollte der niedrigste Wert eingesetzt werden, der möglich ist, um Integrationsfehler zu minimieren.

In Tabelle 20 sind Ausgangssaklierungen aufgeführt.

Tabelle 20 Ausgangspegel

Analog	eine dargestellte Einheit =	Digital	eine dargestellte Einheit =
0 bis 1 mV	$1mV/2^{Bereich} * 2^{Attn}$	Cerity- und ChemStation-Software	1 Höheneinheit



A: Range = 0 **B: Range = 3** **C: Range = 1**

Abbildung 21 Auswirkung der Bereichseinstellung auf das Chromatogramm

Für manche Detektoren sind die Einstellungen für den Bereich begrenzt. In der folgenden Tabelle sind die für die jeweiligen Detektoren gültigen Sollwerte aufgeführt.

Detektor	Mögliche Bereichseinstellungen (2^x)
FID	0 Um den13
NPD	0 Um den13
FPD	0 Um den13
WLD	0 Um den6
µ–ECD	0 Um den6
Analogeingang	0 Um den7

Range kann als Laufzeitevent programmiert werden. Weitere Informationen dazu finden Sie unter „Verfahren zur Programmierung von Laufzeitevents“.

Abschwächung – nur für Analogausgänge

Die Abschwächung (Attn) bestimmt die Skalierung für die Ausgabe auf Bandschreiber mit einem Bereich von 0 bis 1 mV. Es lassen sich Werte zwischen 0 und 10 einstellen, was 2^0 bis 2^{10} entspricht. Wie beim Bereich wird durch eine Erhöhung des Wertes um 1 die Chromatogrammgröße halbiert, während eine Verringerung um 1 zu einer Verdopplung führt.

Die Abschwächung wird zusätzlich zum Bereich eingestellt. Folglich entspricht der Skalierungsfaktor:

$$2^{\text{Range}} \times \text{x}\ 2^{\text{Attenuation}}$$

Attenuation kann als Laufzeitevent programmiert werden. Weitere Informationen dazu finden Sie unter „Verfahren zur Programmierung von Laufzeitevents“.

Datenübertragungsraten

Ihr Integrator oder Aufzeichner muss schnell genug sein, um die Daten vom GC verarbeiten zu können. Wenn dies nicht der Fall ist, können die Daten beschädigt werden. Dies macht sich gewöhnlich in einer Peakverbreiterung oder einer schlechteren Auflösung bemerkbar.

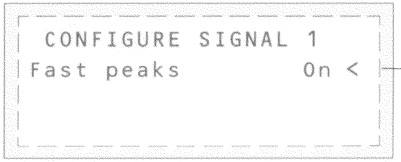
Die Geschwindigkeit wird in Bandbreiten gemessen. Ihr Aufzeichner oder Integrator sollte die doppelte Bandbreite des zu messenden Signals besitzen.

Der GC lässt sich in zwei Geschwindigkeiten betreiben. Die höhere Geschwindigkeit – sie sollte nur für FID, FPD und NPD verwendet werden – ermöglicht Mindestpeakbreiten von 0,004 Minuten (8 Hz Bandbreite), während die Standardgeschwindigkeit – sie lässt sich für alle Detektoren einsetzen – Mindestpeakbreiten von 0,01 Minuten (1.6 Hz Bandbreite) zulässt.

Wenn Sie die Funktion *fast peaks* verwenden wollen, sollte Ihr Integrator mit ca. 15 Hz arbeiten.

Verfahren zur Auswahl von Fast Peaks

1. Drücken Sie auf [Config][Signal 1] oder [Config][Signal2].



2. Drücken Sie auf [ON].

Digitale Datenverarbeitung

Digitalnull

Digitale Signalausgänge reagieren auf den Befehl Zero, indem sie das aktuelle Signal von allen folgenden Werten abziehen.

Verschiebungen der Basislinie

Einige Funktionen innerhalb eines Laufes wie das Ändern der Signalzuordnung oder das Schalten von Ventilen können dazu führen, dass die Basislinie stark von ihrer Grundposition abweicht. Solche Signale lassen sich mit externen Systemen nicht gut bearbeiten. Der GC bietet zwei Laufzeitbefehle, die dieses Problem minimieren – genaue Informationen zur Laufzeittabelle finden Sie unter „Programmierung der Laufzeit“.

Über Store signal value lässt sich der derzeitige Wert des Signals speichern.

Sig zero - value legt einen neuen Nullpunkt fest, indem der gespeicherte Wert vom aktuellen Signal abgezogen wird und bezieht alle weiteren Werte auf diesen Nullpunkt.

Wenn diese Befehle den Befehl zur Basislinienkorrektur umschließen, wird die neue Basislinie auf das vorherige Level zurückgesetzt, wie in Abbildung 22 gezeigt wird.

Das Ereignis Store muss vor der Basislinienverschiebung definiert werden und das Ereignis Zero - value muss nach der Stabilisierung der Basislinie auf dem neuen Level erfolgen.

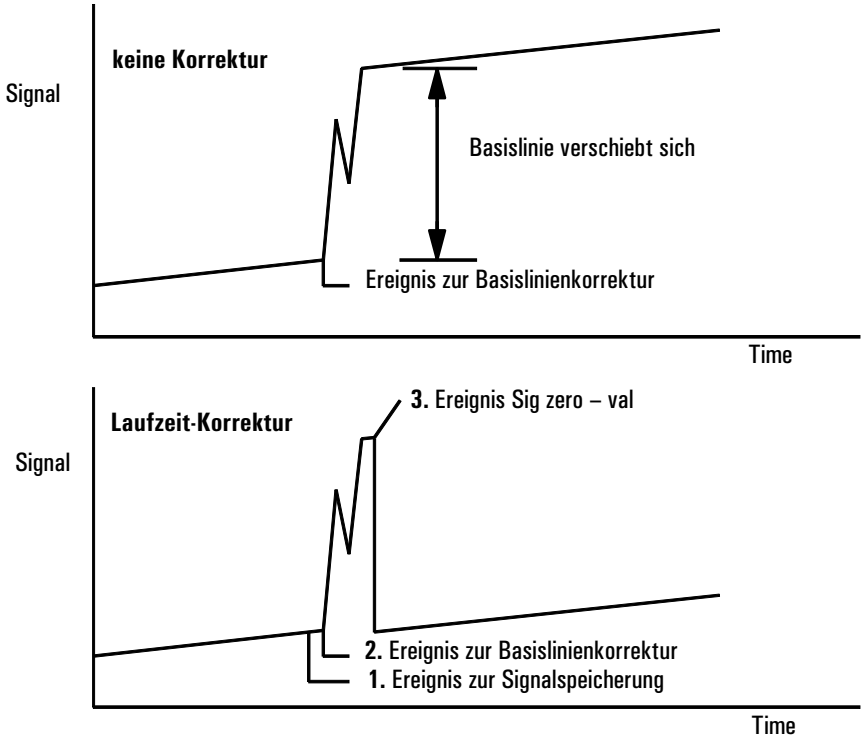


Abbildung 22 Korrektur der Basislinienverschiebung bei digitalen Signalen

Cerity/ChemStation

Der GC kann Daten in elf verschiedenen Datenübertragungsraten verarbeiten, denen jeweils eine unterschiedliche Mindestpeakweite zu Grunde legt. In der Tabelle werden die Auswirkungen durch die Auswahl der Datenübertragungsrate dargestellt.

Tabelle 21 Cerity/ChemStation-Signalverarbeitung

Datenrate (Hz)	Mindestpeak-breite (Minuten)	Relatives Rauschen	Detektor	Säulentyp
200	0.001	3.1		Narrow-bore (50 µm)
100	0.002	2.2	nur FID/FPD/NPD	Kapillare
50	0.004	1.6		
20	0.01	1		
10	0.02	0.7		
5	0.04	0.5		Um den
2	0.1	0.3	Alle Arten	
1	0.2	0.22		
0.5	0.4	0.16		
0.2	1.0	0.10		
0.1	2.0	0.07		langsam gepackt

Sie können die Datenübertragungsrate innerhalb eines Laufes nicht verändern.

Bei schnellen Datenübertragungsraten ist das relative Rauschen stärker. Eine Verdopplung der Datenübertragungsrate kann die Peakhöhe verdoppeln, wobei das Rauschen um 40% zunimmt. Obwohl das Rauschen zunimmt, ergeben schnelle Raten ein besseres Signal/Rausch-Verhältnis.

Dieser Vorzug zeigt sich nur dann, wenn die ursprüngliche Übertragungsrate zu niedrig war, was zu Peakverbreiterung und verringerter Auflösung führt. Die Übertragungsraten sollten möglichst so gewählt werden, dass das Produkt aus Datenübertragungsrate und Peakbreite etwa 10 bis 20 Sekunden ergibt.

Abbildung 23 zeigt das Verhältnis zwischen dem relativen Rauschen und den Datenübertragungsraten. Das Rauschen nimmt bis zu einer Übertragungsrate von ca. 5 Hz mit der Datenübertragungsrate ab. Bei niedrigen Datenübertragungsraten wird das Rauschverhalten stärker durch andere Faktoren, wie thermisches Rauschen, beeinflusst .

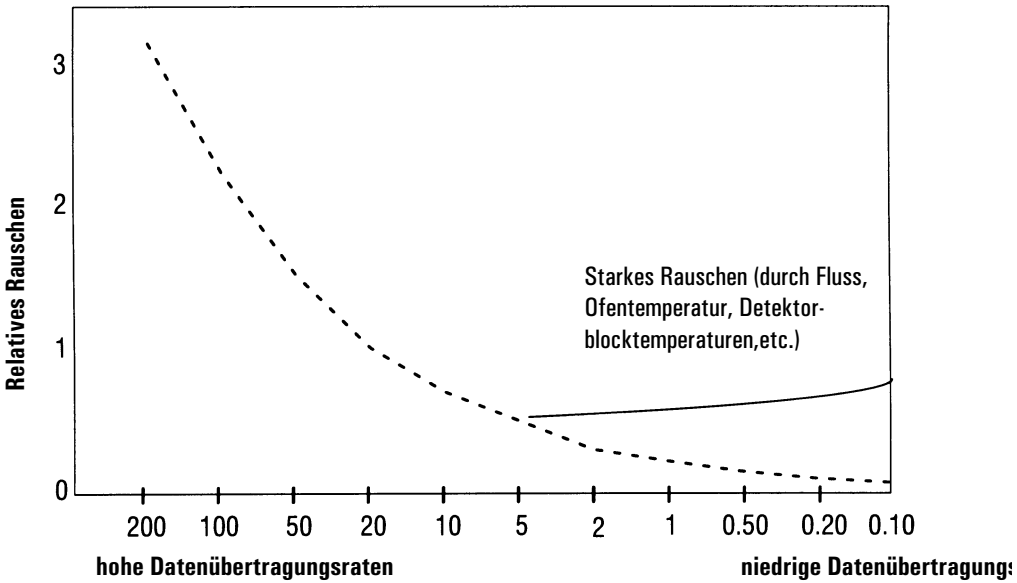


Abbildung 23 Verhältnis zwischen Rauschen und Datenübertragungsraten

Säulenkompensation

Peaks lassen sich auf einer flach verlaufenden Basislinie genauer und besser reproduzierbar integrieren als auf einer steigenden Basislinie. Die Säulenkompensation korrigiert den Anstieg der Basislinie während eines Temperaturprogramms. Man benötigt dazu einen Null-Lauf – einen, bei dem keine Probe injiziert

wird. Dieser Lauf wird gespeichert und vom *echten* Lauf abgezogen, um so eine flache Basislinie zu erzeugen. Abbildung 24 verdeutlicht dieses Konzept.

Die Bedingungen für den Lauf zur Säulenkompensation müssen identisch zu denen des *echten* Analysenlaufes sein. Es müssen derselbe Detektor und dieselbe Säule zum Einsatz kommen sowie dieselben Betriebsbedingungen für Temperatur und Gasfluss. Es können zwei Basislinienprofile gespeichert werden (als [Col Comp 1] und [Col Comp 2]).

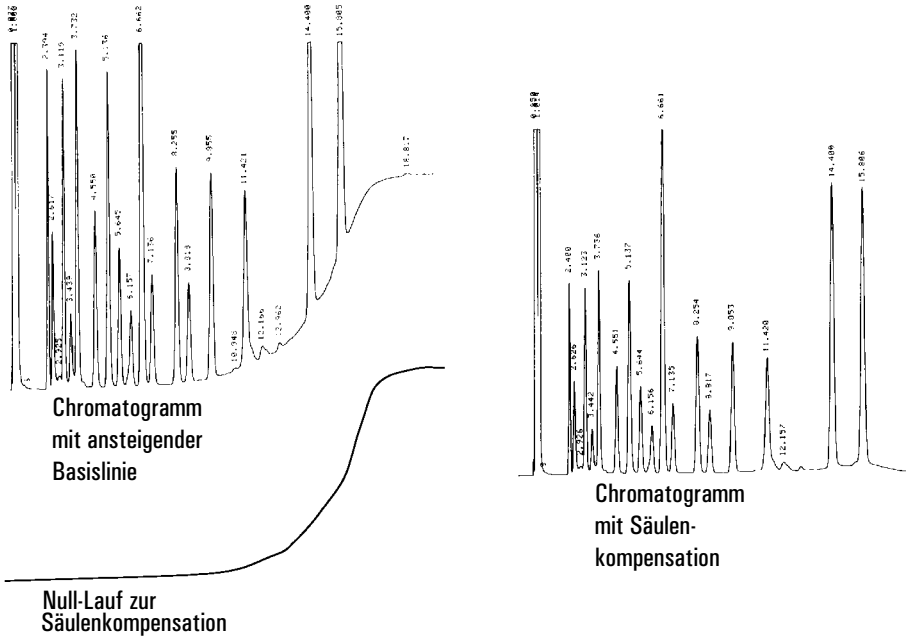
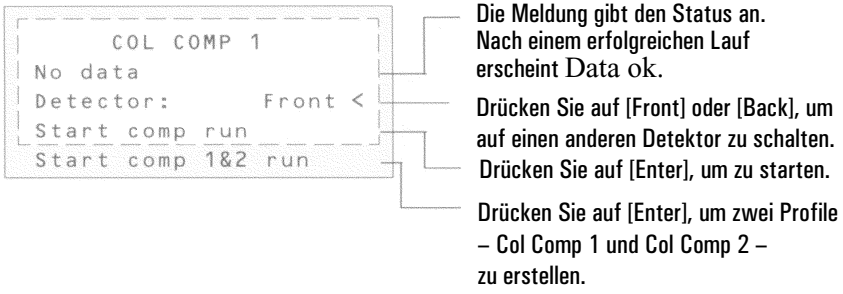


Abbildung 24 Säulenkompensation

Verfahren zum Erstellen eines Säulenkompensationsprofils

1. .Bereiten Sie Ihr Gerät für einen Lauf vor.
2. Führen Sie einen Null-Lauf durch, um die Reinheit der Basislinie zu prüfen. Das ist besonders wichtig bei neuen Bedingungen oder wenn der GC mehrere Stunden nicht verwendet wurde.
3. Drücken Sie auf [Col Comp 1] oder [Col Comp 2], um die Steuerungstabelle zu öffnen.
4. Drücken Sie auf [Front] oder [Back], je nachdem, welchen Detektor Sie verwenden wollen.



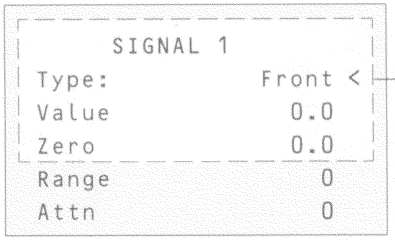
5. Wählen Sie Start comp run oder Start comp 1&2 run. Drücken Sie auf [Enter].
   a. Start comp run erstellt ein Profil.
   b. Start comp 1&2 run erstellt zwei Profile (wobei verschiedene Detektoren und Säulen verwendet werden, aber dasselbe Temperaturprogramm).
6. Wenn der Lauf erfolgreich abgeschlossen wurde, erscheint in der ersten Zeile der Steuerungstabelle Data ok. Am unteren Ende stehen eine Zeit und ein Datum.

Verfahren zur Durchführung eines Analysenlaufes mit Säulenkompensation

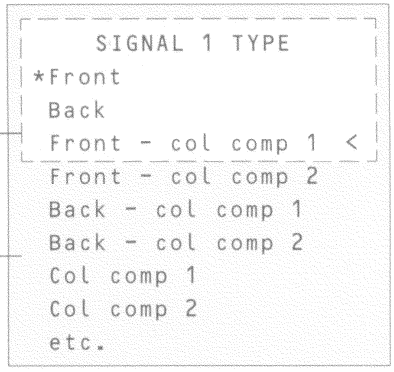
1. Stellen Sie die Chromatographiebedingungen ein. Sie müssen denen des gespeicherten Kompensationslaufes entsprechen, außer in Bezug auf den Wert für Final time der letzten Rampe im Ofenprogramm.
2. Drücken Sie auf [Signal 1] oder [Signal 2], um die Signalsteuerungstabelle aufzurufen.

3. Fahren Sie mit dem Cursor auf Type: und drücken Sie auf [Mode/Type].

Drücken Sie [Signal 1] oder [Signal 2].



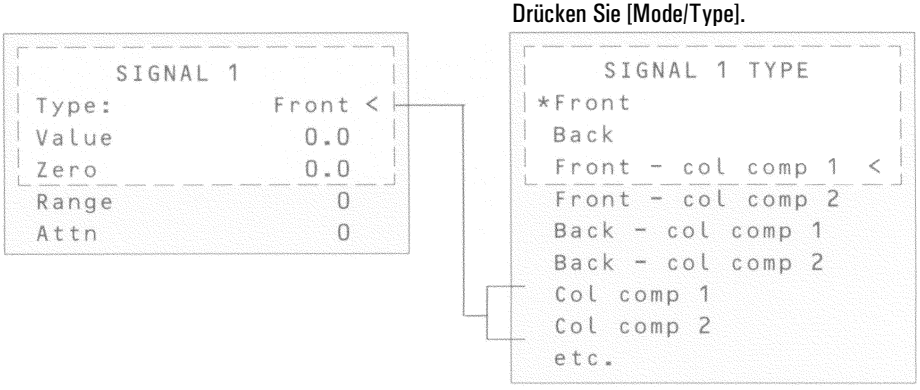
Drücken Sie [Mode/Type].



4. Wählen Sie aus der Liste Front - col comp 1 oder eine der drei anderen Optionen für die Säulenkompensation.
5. Geben Sie, wenn dies möglich ist, Werte für Zero, Range und Attn ein.
6. Starten Sie den Lauf.

Verfahren zur Ausgabe eines gespeicherten Säulenkompensationsprofils

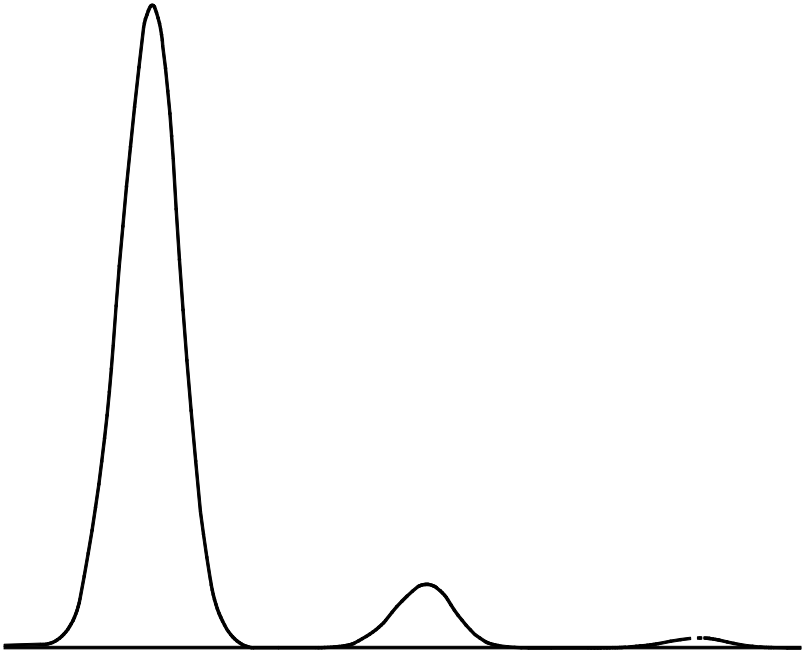
1. Drücken Sie auf [Signal 1] oder [Signal 2], um die Signalsteuerungstabelle aufzurufen.
2. Fahren Sie mit dem Cursor auf Type: und drücken Sie auf [Mode/Type].
3. Wählen Sie Col comp 1 oder Col comp 2.
4. Drücken Sie auf [Start].



Testplot

Test plot ist ein intern erzeugtes „Chromatogramm“, das auf einen Signalausgang gelegt werden kann. Es besteht aus drei Basislinien-getrennten Peaks. Die Fläche

des größten Peaks entspricht etwa 1 Volt-sec, die Fläche des mittleren dem 0,1-Fachen und die des kleinsten dem 0,01-Fachen des größten Peaks.



Mithilfe von Test plot kann die Funktion der externen Datenverarbeitungssysteme überprüft werden, ohne dass man wiederholt Chromatographieläufe durchführen muss. Er kann auch als stabiles Signal verwendet werden, um die Ergebnisse verschiedener Datenverarbeitungssysteme zu vergleichen.

7 Geräteautomatisierung

Ausführen von Ereignissen in einem Lauf

Programmierung der Laufzeit

Verwenden der Laufzeitevents

Verfahren zur Programmierung von Laufzeitevents

Die Ereignistabelle

Verfahren zum Einfügen von Ereignissen in die Tabelle

Verfahren zum Bearbeiten einer Ereignistabelle

Verfahren zum Löschen von Einträgen aus einer Ereignistabelle

Zeitprogrammierung

Verwenden von zeitabhängigen Ereignissen

Verfahren zur Programmierung von zeitabhängigen Ereignissen

Verfahren zum Einfügen von Einträgen in die Zeittabelle

Verfahren zum Bearbeiten von zeitabhängigen Ereignissen

Verfahren zum Löschen von Einträgen aus einer Zeittabelle

Geräteautomatisierung

Ausführen von Ereignissen in einem Lauf

Die Geräteautomatisierung ermöglicht es Ihnen, bestimmte Ereignisse zu definieren. Diese können innerhalb eines Laufes über die Ereignistabelle oder zu einem bestimmten Zeitpunkt über die Zeittabelle programmiert werden. Jede dieser Tabellen erlaubt die Ausführung von bis zu 25 zeitprogrammierten Ereignissen.

Programmierung der Laufzeit

Durch die Programmierung der Laufzeit lassen sich bestimmte Sollwerte in einer Analyse in Abhängigkeit von der chromatographischen Laufzeit verändern. Folglich tritt ein Ereignis, das für einen Zeitpunkt von zwei Minuten programmiert wurde, zwei Minuten nach jeder Injektion auf.

Ein Ereignis kann folgende Funktionen haben:

- Steuerung der Säulenschaltung oder anderer Ventile
- Ändern der Signaldefinition, des Nullpunkts, des Bereichs oder der Abschwächung
- Steuerung einer Zusatzgasversorgung
- Verändern der Polarität des Wärmeleitfähigkeits-Detektors (WLD)
- Ein- bzw. Abschalten des Wasserstoff-Flusses für einen Stickstoff-Phosphor-Detektor (NPD)
- Anhalten (Einfrieren) und Wiederaufnehmen eines Signalwertes

Die Änderungen werden in einer Ereignistabelle eingetragen, die den zu verändernden Sollwert, die entsprechende Zeit und den neuen Wert enthält. Am Ende eines Chromatographielaufes springen die meisten Werte, die innerhalb einer Ereignistabelle verändert wurden, wieder auf ihre ursprünglichen Werte zurück.

Ventile lassen sich zeitprogrammieren, allerdings schalten sie *nicht* am Ende des Laufes auf ihren Ausgangszustand zurück. Wenn dies gewünscht wird, muss der Vorgang in die Ereignistabelle aufgenommen werden. Weitere Informationen finden Sie unter „Ventilsteuerung“.

Verwenden der Laufzeitevents

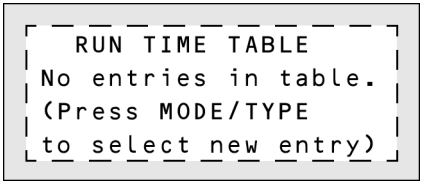
Zeitprogrammierte Ereignisse (Events) lassen sich mithilfe der [Run Table]-Taste einrichten.

In einem Lauf können Sie folgende Ereignisse ansteuern:

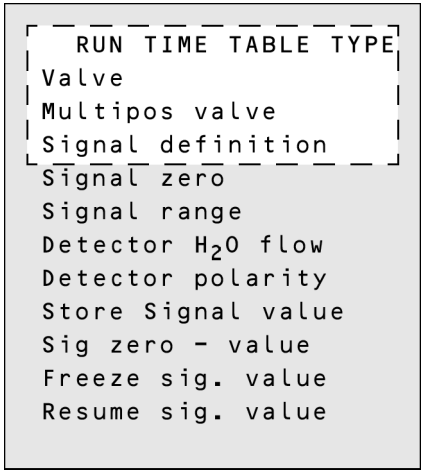
- Ventile (1-8)
- Multipositionsvalve
- Signalart (siehe Seite 175)
- Nullpunkt, Abschwächung und Bereich für das Analogsignal
- Nullpunkt und Basislinienkorrekturen für das digitale Signal (siehe Seite 183)
- Zusatzgasversorgungen (3, 4, 5)
- WLD negative Polarität (ein/aus)
- NPD H_2 -Fluss (ein/aus)
- Anhalten (Einfrieren) und Wiederaufnehmen eines Signalwertes

Verfahren zur Programmierung von Laufzeitevents

1. Drücken Sie auf [Run Table], um die Laufzeittabelle aufzurufen. Folgende Meldung erscheint im Display, wenn sich momentan keine Einträge in der Tabelle befinden.

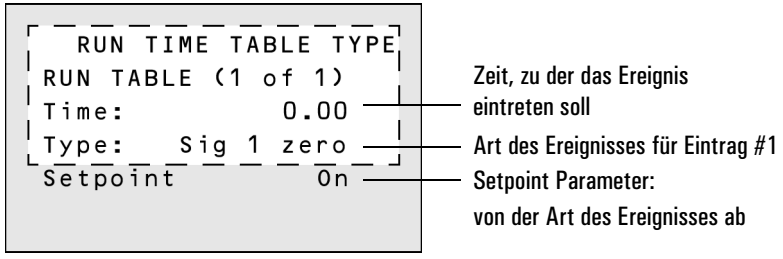


2. Drücken Sie auf [Mode/Type], um die Möglichkeiten für Laufzeitevents einzusehen.



Bemerkung: Es werden nur die Möglichkeiten aufgeführt, die Ihre Gerätekonfigurierung zulässt.

3. Fahren Sie mit dem Cursor das Ereignis an, das Sie verwenden wollen.



4. Geben Sie Werte für Time und Setpoint ein.

Die Ereignistabelle

Die programmierten Ereignisse werden in der Ereignistabelle in der Reihenfolge ihrer Ausführungszeiten angeordnet. Die folgende Tabelle zeigt ein kurzes Beispiel:

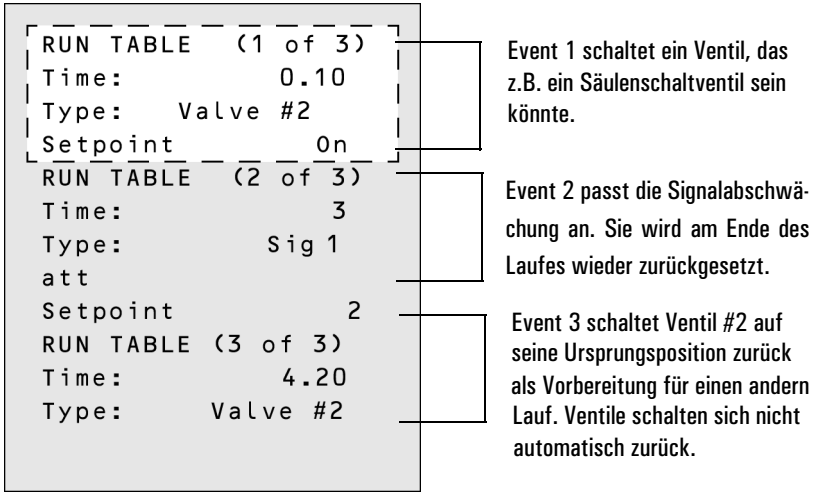


Abbildung 25 Beispiel für eine Ereignistabelle

Verfahren zum Einfügen von Ereignissen in die Tabelle

1. Um einen neuen Eintrag in die Ereignistabelle einzufügen, drücken Sie auf [Mode/Type], während Sie sich auf der Time: oder Type: Zeile eines beliebigen Eintrages befinden.
2. Wählen Sie eine Ereignisart aus.
3. Geben Sie geeignete Werte für Time und Setpoint ein.

Wiederholen Sie das, bis alle Ereignisse eingefügt wurden. Ereignisse werden automatisch in die Reihenfolge ihrer zeitlichen Abfolge gebracht.

Verfahren zum Bearbeiten einer Ereignistabelle

1. Drücken Sie auf [Run Table].
2. Bewegen Sie den Cursor auf das Ereignis, das Sie ändern wollen.
3. Um die Zeit für ein Ereignis zu bearbeiten, gehen Sie mit dem Cursor in die Zeile Time. Geben Sie die gewünschte Zeit ein und drücken Sie auf [Enter].
4. Um einen Sollwert zu bearbeiten, bewegen Sie den Cursor auf den Sollwerteintrag und drücken Sie auf die [On]- bzw. [Off]-Taste oder geben Sie einen numerischen Wert ein. Drücken Sie [Enter].

Verfahren zum Löschen von Einträgen aus einer Ereignistabelle

1. Drücken Sie auf [Run Table], um die Ereignistabelle aufzurufen.
2. Wenn Sie sich in der Tabelle befinden, können Sie über die [Delete]-Taste Ereignisse aus der Tabelle löschen. Beim Drücken von [Delete] in einer vorhandenen Ereignistabelle erscheint folgendes Display.

```
RUN TIME TABLE
Delete this event?
ENTER to delete
CLEAR to cancel
```

3. Drücken Sie auf [Enter], um das aktuelle Ereignis zu löschen; drücken Sie auf [Clear], um die Operation wieder abzubrechen.

```
RUN TIME TABLE
Delete entire table?
ENTER to delete
CLEAR to cancel
```

Zeitprogrammierung

Durch die Zeitprogrammierung lassen sich bestimmte Sollwerte automatisch zu einer festen Zeit, bezogen auf einen 24-Stunden-Tag, verändern. Folglich wird ein Ereignis, das nach 14,35 Stunden auftreten soll, um 2:35 am Nachmittag erfolgen. Eine laufende Analyse oder Sequenz hat gegenüber zeitgleichen Einträgen in der Zeittabelle Vorrang. Diese Ereignisse werden nicht ausgeführt.

Mögliche Einträge in die Zeittabelle sind:

- Ventilsteuerung
- Laden von Methoden und Sequenzen
- Starten von Sequenzen
- Ausführen von Null- und Prep-Läufen
- Veränderung der Säulenkompensation
- Anpassung des Detektoroffsets

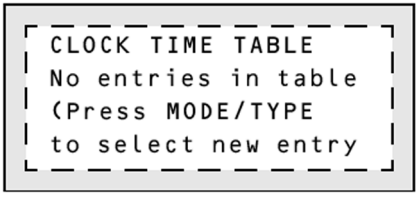
Verwenden von zeitabhängigen Ereignissen

Die Zeittabelle ermöglicht es Ihnen, Ereignisse für einen bestimmten Zeitpunkt bezogen auf einen 24-Stunden-Tag zu programmieren. Einträge der Zeittabelle, die zeitgleich mit Analysen oder Sequenzen sind, werden ignoriert.

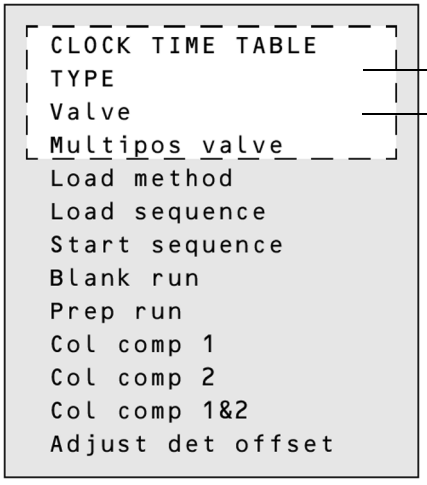
Die Zeittabelle lässt sich z.B. dazu verwenden, Analysen zu starten, bevor man überhaupt zur Arbeit geht.

Verfahren zur Programmierung von zeitabhängigen Ereignissen

1. Drücken Sie auf [Clock Table], um die Zeittabelle aufzurufen. Die folgende Meldung erscheint im Display, wenn sich momentan keine Einträge in der Tabelle befinden:



2. Drücken Sie auf [Mode/Type], um die Arten der Zeitprogrammierung einzusehen.

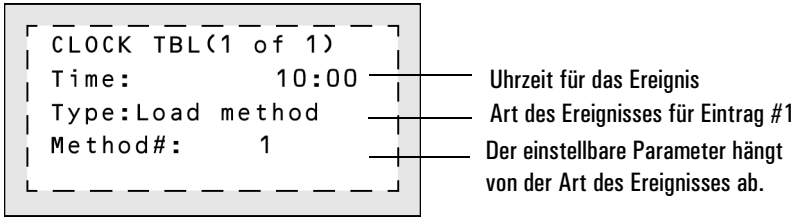


Dieses Display erscheint nur dann, wenn das Gerät mit Ventilen ausgestattet ist.

3. Wählen Sie den Parameter an, der programmiert werden soll.

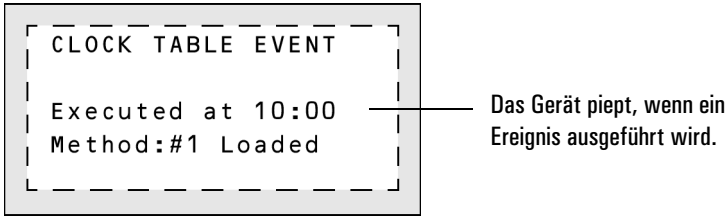
   Wenn z.B. die Option Load Method als erstes zeitabhängiges Ereignis ausgewählt wird, zeigt das Display ungefähr diese Darstellung.

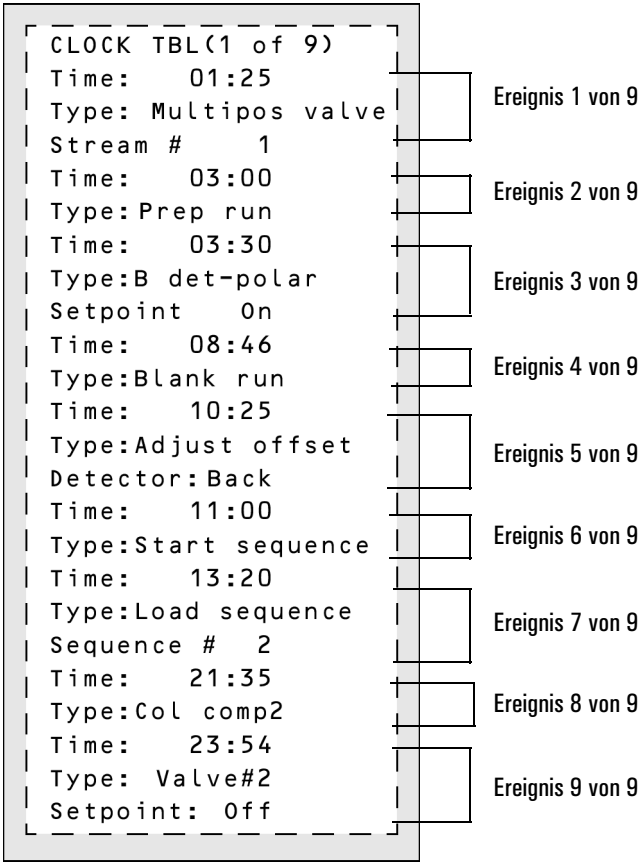
4. Bearbeiten Sie für dieses Ereignis die Sollwerte t Time: und Method#:.



   Somit können Sie eine feste Zeit eingeben, zu der der GC eine bestimmte Methode lädt.

5. Wenn das zeitabhängige Ereignis ausgeführt wird, erscheint folgende Anzeige auf dem Display:





Die Zeittabelle wird am nächsten Morgen um 01:25 Uhr mit dem Schalten des Multipositionsventils beginnen.

Abbildung 26 Beispiel für eine Zeittabelle

Anmerkung: Dies ist *keine* „realistische" Zeittabelle. Sie zielt darauf ab, die Vielseitigkeit der programmierbaren Ereignisse darzustellen. Außerdem soll sie zeigen, dass die Größe eines Eintrags von den Parametern abhängt, die das Ereignis erfordert.

Es lassen sich bis zu 25 zeitabhängige Ereignisse programmieren.

Verfahren zum Einfügen von Einträgen in die Zeittabelle

1. Drücken Sie auf [Clock Table].
2. Um neue Ereignisse in die Zeittabelle einzutragen, drücken Sie auf [Mode/ Type]. Wenn Einträge eingefügt werden, erfolgt automatisch deren chronologische Auflistung.
3. Wählen Sie die nächste Ereignisart.
4. Stellen Sie die entsprechenden Parameter ein.

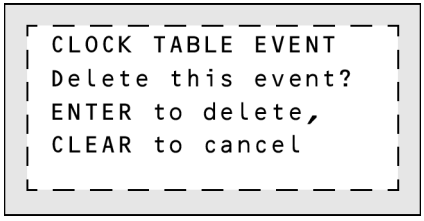
Wiederholen Sie diese Schritte, bis alle Einträge eingefügt sind.

Verfahren zum Bearbeiten von zeitabhängigen Ereignissen

1. Drücken Sie auf [Clock Table], um die programmierten Ereignisse aufzurufen.
2. Fahren Sie mit dem Cursor das Ereignis an, das Sie verändern wollen.
3. Rufen Sie die Zeit für ein Ereignis auf, schieben Sie den Cursor in die Time-Zeile und geben Sie die gewünschte Zeit ein.
4. Rufen Sie einen Sollwert auf, indem Sie mit dem Cursor auf das Sollwertfeld fahren und die [On]- bzw. [Off]-Taste betätigen oder einen numerischen Wert eintragen.

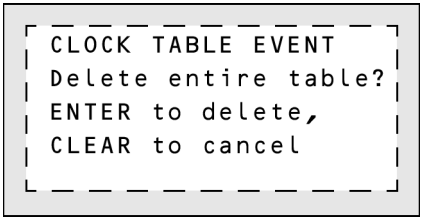
Verfahren zum Löschen von Einträgen aus einer Zeittabelle

1. Drücken Sie auf [Clock Table].
2. Drücken Sie auf die [Delete]-Taste, um Einträge aus der Zeittabelle zu löschen. Beim Drücken von [Delete] in einer vorhandenen Ereignistabelle erscheint folgendes Display.



3. Drücken Sie auf [Enter], um das aktuelle Ereignis zu löschen; drücken Sie auf [Clear], um die Operation wieder abzubrechen.

   Um eine ganze Tabelle zu löschen, müssen Sie auf die Tasten [Delete][Clock Table] drücken. Es erscheint folgende Anzeige:



8 Analytische Methoden

Was ist eine Methode?

Was man damit machen kann

Erstellen einer Methode

Verfahren zum Speichern einer Methode

Verfahren zum Laden einer gespeicherten Methode

Verfahren zum Laden der Standardmethode

Methodenunverträglichkeit (Method Mismatch)

Benutzerdefinierte Veränderungen der Konfigurierung

Veränderungen der Hardware-Konfigurierung

Verfahren zum Ändern einer gespeicherten Methode

Verfahren zum Löschen einer gespeicherten Methode

Methodenauflistung

Analytische Methoden

Was ist eine Methode?

Eine analytische Methode ist eine Sammlung von Parametern, die man für die Analyse einer einzelnen Probe auf dem GC 6890 benötigt. Methoden ermöglichen es, eine gewünschte Einstellung wiederherzustellen, ohne die Sollwerte für alle Parameter neu eingeben zu müssen.

Sie können eine Methode als ein Set ausgefüllter Steuertabellen betrachten, die Informationen zu Ofentemperatur-Programmen, Druck-Programmen, Einlasstemperaturen etc. enthalten. Tatsächlich befindet sich immer eine aktive Methode im GC – sie besteht aus den Betriebsbedingungen, mit denen der GC momentan läuft. Eine Methode wird erstellt, indem man diese Betriebsbedingungen über die [Store]-Taste als nummerierte Methode speichert.

Es gibt drei Arten von Methoden:

- die aktive Methode – die Einstellungen, mit denen der GC gerade läuft
- gespeicherte Methoden – eine von fünf Methoden, die im GC gespeichert werden können
- die Standardmethode – ein Set von Standardparametern für den GC. Sie kann jederzeit wieder geladen werden.

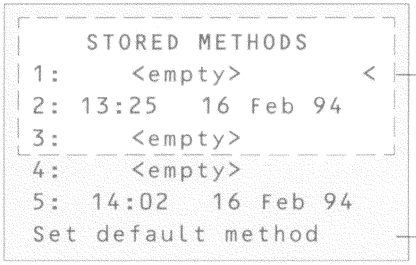
Was man damit machen kann

Methoden können:

- **erstellt** werden, indem man den GC wunschgemäß einstellt. Dies entspricht der aktiven Methode
- **gespeichert** werden, indem man [Store] drückt und der Methode eine Kennnummer zwischen 1 und 5 zuordnet
- **geladen** werden, indem man [Load] drückt und die Nummer der gewünschten Methode eingibt. Beim Laden einer Methode werden die Sollwerte der aktiven Methode überschrieben

- **verändert** werden, indem man Änderungen vornimmt und die Methode unter der ursprünglichen Nummer wieder speichert. Die alte Version wird durch die neue ersetzt.

Methoden lassen sich in einer Methodensteuertabelle darstellen, in der die Zeiten und Daten eingetragen sind, zu denen die Methoden gespeichert wurden. Rufen Sie diese Tabelle auf, indem Sie auf [Method] drücken.



Methode status. <empty>bedeuted, dass keine Methode gespeichert ist. Wenn eine Methode gespeichert ist, werden Zeit und Datum der letzten Speicherung angezeigt

Set default Methode ersetzt die aktive Methode durch die Standardeinstellungen.

Erstellen einer Methode

Da sich eine Methode aus Steuertabellen mit den Sollwerten für die Analyse zusammensetzt, hängen ihre Inhalte von der Gerätekonfigurierung ab. Im Folgenden sind alle Parameter aufgelistet, für die Sie bei der Methodenentwicklung Sollwerte angeben können:

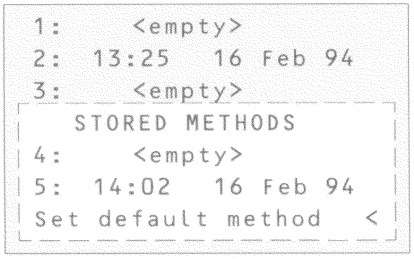
- Ofen
- vorderer/hinterer Einlass
- Säule 1 & 2
- vorderer/hinterer Detektor
- Signale 1 & 2
- Aux #1-5
- Postrun
- Ventile # 1-8
- Ereignistabelle
- vordere und hintere Injektoren
- Probenteller

Diese Parameter werden beim Abschalten des GC gespeichert und beim Wiedereinschalten des Gerätes automatisch neu geladen. Wenn nach dem Abschalten jedoch die Hardware verändert wird, lassen sich möglicherweise nicht alle Sollwerte der Methode wiedereinstellen.

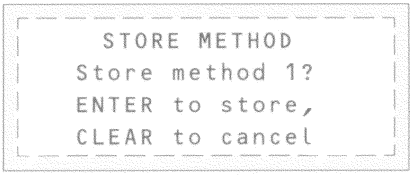
Verfahren zum Speichern einer Methode

Zum Speichern einer Methode gehen Sie folgendermaßen vor:

1. Drücken Sie [Method] und fahren Sie mit dem Cursor die gewünschte Methodennummer an.

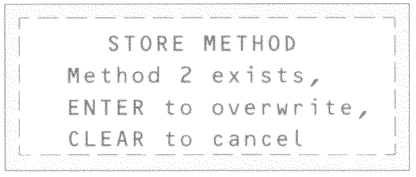


2. Drücken Sie die [Store]-Taste. Sie werden dazu aufgefordert, die Speicherung zu bestätigen.



3. Über [Enter] wird die Methode unter der gewählten Nummer gespeichert. Über [Clear] kehren Sie zur Statustabelle STORED METHODS zurück, ohne die Methode zu speichern.

4. Wenn eine Methode der entsprechenden Nummer bereits existiert, erscheint folgender Bildschirm:

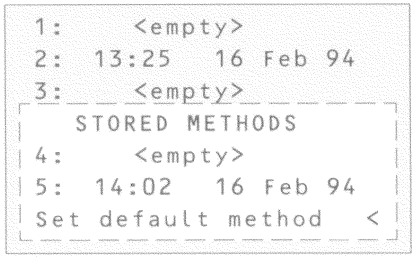


- Drücken Sie [Enter], um die vorhandene Methode mit der neuen Methode zu ersetzen und zur Statustabelle STORED Methods zurückzukehren.
- Drücken Sie [Clear], um in die Statustabelle STORED Methods zurückzukehren, ohne die Methode zu speichern.

Verfahren zum Laden einer gespeicherten Methode

Zum Laden einer gespeicherten Methode gehen Sie folgendermaßen vor:

1. Drücken Sie [Method], um die Steuerungstabelle STORED Methods aufzurufen.
2. Fahren Sie mit dem Cursor die gewünschte Methode an.



3. Drücken Sie die [Load]-Taste.

   Sie werden dazu aufgefordert, die Methode durch Betätigen der [Enter]-Taste zu laden oder die Funktion über [Clear] abzubrechen.

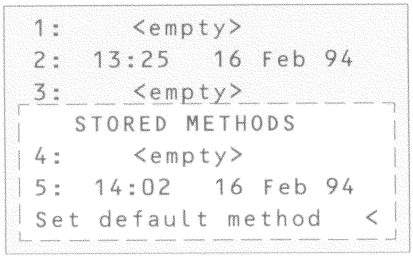
4. Drücken Sie [Enter], um die Methode zu laden. Die gewählte Methode ersetzt die aktive Methode.

   Über [Clear] wird die Funktion beendet und das Gerät kehrt zur Statustabelle STORED Methods zurück.

Verfahren zum Laden der Standardmethode

Die GC-Standardmethode kann jederzeit wieder geladen werden.

1. Drücken Sie [Method].
2. Fahren Sie mit dem Cursor auf Set default Method.



3. Drücken Sie [Enter].

Weitere Informationen finden Sie unter „Tastatur und Display“.

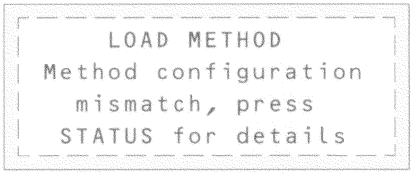
Methodenunverträglichkeit (Method Mismatch)

Die Meldung Method Mismatch erscheint, wenn die geladene Methode Parameter enthält, die nicht mit der aktuellen GC-Konfigurierung übereinstimmen. In diesem Fall werden die unverträglichen Parameter ignoriert.

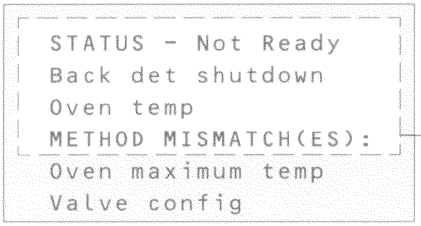
Unverträglichkeiten werden durch Veränderungen der Betriebsweise (anderes Trägergas, etc.) oder der Hardware (Austauschen eines WLD durch einen FID etc.) erzeugt, die nach dem Abspeichern der Methode vorgenommen wurden.

Benutzerdefinierte Veränderungen der Konfigurierung

Wenn zwischen der aktiven und der geladenen Methode Unterschiede in der Konfigurierung auftreten, erscheint ein Warnhinweis. Die aktive Methode überschreibt die veränderten Parameter.



Drücken Sie [Status], um herauszufinden, welche Parameter die Methodenunverträglichkeit hervorrufen.



Method mismatch – Die Meldung tritt auf, wenn sich die Hardware oder die benutzerdefinierte Konfigurierung verändert hat.

Veränderungen der Hardware-Konfigurierung

Wenn die Hardware verändert wurde, können einige Teile der Methode ignoriert werden. In diesem Fall erscheint ein Warnhinweis. Beispielsweise könnte der vordere FID durch einen µ–ECD ersetzt werden. Wenn Sie nun eine Methode aufrufen, die für einen FID ausgelegt ist, können die Sollwerte für den FID nicht geladen werden. Sie werden ignoriert und die aktuellen Einstellungen für den µ–ECD beibehalten. Alle anderen Parameter werden geladen.

Verfahren zum Ändern einer gespeicherten Methode

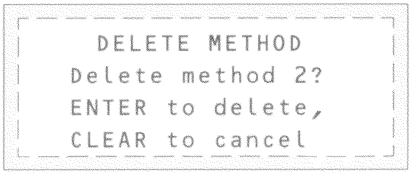
Wenn eine Methode geladen wird, ersetzt sie die aktive Methode.

Sie können eine gespeicherte Methode verändern, indem Sie:

1. die gewünschte Methode laden,
2. die entsprechenden Änderungen vornehmen,
3. die Methode unter derselben Methodennummer abspeichern (dabei wird die ursprüngliche Methode überschrieben) *oder* unter einer anderen Methodennummer abspeichern.

Verfahren zum Löschen einer gespeicherten Methode

1. Fahren Sie mit dem Cursor in der Steuertabelle für den Methodenstatus auf die entsprechende Methode und drücken Sie [Delete]. Im Display erscheint folgende Meldung:



2. Um die Methode zu löschen, drücken Sie [Enter].
3. Wenn Sie die Methode doch nicht löschen wollen, drücken Sie [Clear].

Methodenauflistung

Wenn der 6890 eine formatierte Methodenauflistung an ein externes Gerät ausgibt, werden die pneumatischen Sollwerte darin relativ zur anfänglichen Ofentemperatur (zu Analysenbeginn) aufgeführt, unabhängig von der aktuellen Temperatur.

Das führt zu einer gleich bleibenden Methodenauflistung, die nur vom Inhalt der Methode und nicht vom aktuellen Status des Gerätes abhängt.

Folglich können sich die pneumatischen Sollwerte, die von einem Integrator (oder anderen Geräten, die formatierte Methodenauflistungen verarbeiten) ausgegeben werden, von den Sollwerten unterscheiden, die im Display des 6890 gerade angezeigt werden.

9 Der automatische Flüssigprobengeber

Die Steuerungstabelle für den Injektor

Verfahren zum Aufrufen der Injektoreinstellungen

Konfigurieren des Probengebers

Verfahren zum Konfigurieren eines Injektors mit Karussell für acht Probengefäße

Verfahren zum Konfigurieren eines Injektors mit Karussell für drei Probengefäße

Sollwerte für den Probenteller

Verfahren zum Aufrufen der Funktionen für den Probenteller

Verfahren zum Konfigurieren des Strichcodelesers

Speichern der Sollwerte für den Probengeber

Der automatische Flüssigprobengeber

Dieser Abschnitt beschreibt, wie der automatische Flüssigprobengeber konfiguriert und verwendet wird.

Ein automatisches Flüssigprobenaufgabesystem kann aus einem oder zwei Injektionstürmen, einem Strichcodeleser und einem Probenteller bestehen. Die Sollwerte für den Probengeber und den Probenteller können Sie zur Steuerung einfacher Sequenzen über die GC-Tastatur eingeben. Die Bestandteile des Probengebers sind:

- *Injektionsturm* – Er enthält eine Spritze für die Probenaufgabe. An jedem der beiden Einlässe kann jeweils ein Injektionsturm installiert sein. Der Turm lässt sich vom Einlass abheben und auf einem Ständer dahinter abstellen.
- *Probenteller* – Er bietet Platz für maximal 100 Probengefäße.
- *Injektionskarussell* – Es bietet Platz für Proben-, Abfall- und Waschgefäße.
- *Strichcodeleser* – Er liest und decodiert verschiedene Strichcodes.

Weitere Informationen über den automatischen Flüssigprobengeber finden Sie im entsprechenden *Bedienungshandbuch* (Bestellnummer G2612-90117).

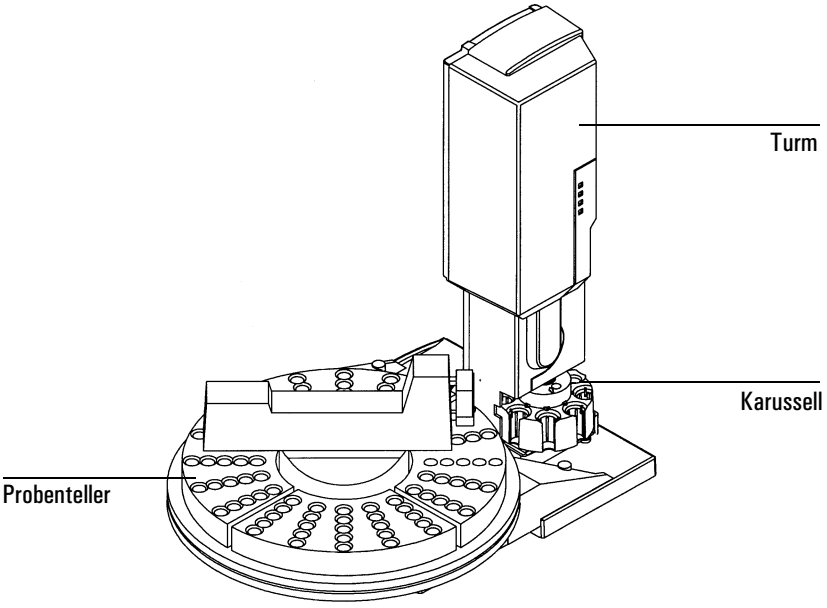
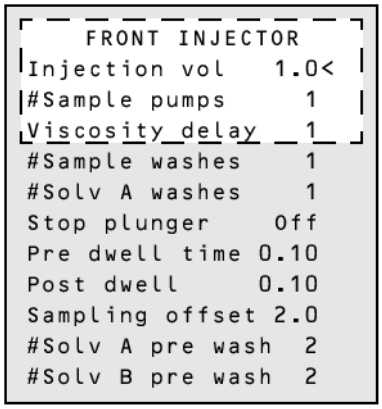


Abbildung 27 Die Bestandteile des automatischen Probengebers

Die Steuerungstabelle für den Injektor

Drücken Sie [Front Injector] oder [Back Injector].



Injection volume – zu injizierendes Probenvolumen. Drücken Sie [Mode/Type], um einen Wert auszuwählen. Welche Volumina zur Wahl stehen, hängt von der zuvor konfigurierten Größe der Spritze ab. Informationen hierzu finden Sie unter „Konfigurieren des Probengebers“ auf Seite 216.

- Die verfügbaren Volumina entsprechen 2%, 10%, 20%, 30%, 40% und 50% der Spritzengröße.
- Setzen Sie das Injektionsvolumen auf Off, um den Injektor zu deaktivieren.

Number of sample pumps – gibt an, wie oft der Kolben nach Eintauchen der Spritze in die Probe auf- und abbewegt wird, um Luftblasen auszuschließen und die Reproduzierbarkeit zu erhöhen.

Viscosity delay – gibt an, wie viele Sekunden der Kolben oben bleibt, bevor die Injektion ausgeführt wird. Bei viskosen Proben garantiert diese Zeit, dass die Probe wirklich in die Spritze gelangt.

Number of sample washes – gibt an, wie oft die Spritze vor der Injektion mit Probe durchspült wird. Der Probengeber führt die Spritze in die Probe ein, füllt sie bis zu acht Zehnteln des Volumens und entleert sie in die Abfallgefäße.

Number of solvent A washes – gibt an, wie oft die Spritze mit dem Lösungsmittel aus Waschgefäß A durchspült wird.

Number of solvent B washes – gibt an, wie oft die Spritze mit dem Lösungsmittel aus Waschgefäß B durchspült wird.

Slow plunger – bestimmt die Geschwindigkeit des Spritzenkolbens bei der Injektion. Sie können darüber die durchschnittliche Geschwindigkeit des Kolbens herabsetzen und die Spritze bis zu vier Sekunden nach der Injektion im Einlass halten. Wenn man den Sollwert einschaltet, wird die Kolbenrate auf ca. 5 µl/sec (mit einer 10–µl-Spritze) gestellt – Im ausgeschalteten Zustand, liegt die Rate um das 20-Fache höher. Die Kolbengeschwindigkeit für das Aufziehen und die Abfallabgabe ändert sich nicht.

Dwell times – bestimmt, wie lange (in Minuten) die Nadel vor oder nach der Injektion im Einlass verbleibt, z.B. Hot Needle Injection.

Sampling offset – ermöglicht verschiedene Tiefen für die Probenaufgabe.

Verfahren zum Aufrufen der Injektoreinstellungen

Wenn Sie eine der Probengeber-Tasten aufrufen, können Sie die Sollwerte für die Steuerung des Probengebers bearbeiten. Dazu gehören die Injektionsvolumina, Waschschritte mit Probe und Lösungsmittel etc.

Um die Sollwerte für den Probengeber zu bearbeiten, gehen Sie folgendermaßen vor:

1. Drücken Sie [Front Injector] oder [Back Injector].
2. Fahren Sie mit dem Cursor auf den gewünschten Sollwert.
3. Geben Sie einen Sollwert ein bzw. schalten Sie den Sollwert ein oder aus.
    - Drücken Sie [Mode/Type], um eine Größe für die Spritze auszuwählen.

Konfigurieren des Probengebers

Position des Turms

Die Kabel des Probengebers sind entweder am INJ1- oder INJ2-Anschluss an der Steuerkarte hinten am GC angeschlossen. Somit legt dieser Sollwert fest, welcher Turm welchem Einlass

zugeordnet ist. Wenn Sie nur einen Turm haben, müssen Sie nicht die Kabel umlegen, wenn Sie den Turm umsetzen; Sie müssen nur die Turmposition umkonfigurieren.

Modus der Abfallflasche

Die Positionen der Abfallflaschen im Karussell werden über [Mode/Type] festgelegt:

- Bei Use both A and B werden die beiden Abfallflaschen abwechselnd verwendet.
- Bei Use only A bottle wird ausschließlich die Abfallflasche A verwendet.
- Bei Use only B bottle wird ausschließlich die Abfallflasche B verwendet.

Verwendung von „B2 wash“

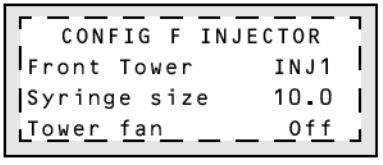
Mittels dieser Option können Sie zwei 4-ml-Flaschen mit Lösungsmittel B verwenden und somit die Anzahl der Läufe, die Sie fahren können, ohne die Lösungsmittelflaschen nachfüllen zu müssen, erhöhen.

- Verwenden Sie in Position B und in Position B2 das gleiche Lösungsmittel. (Bei dieser Option kann kein drittes Lösungsmittel verwendet werden.)
- Verwenden Sie das Karussel mit drei Probenpositionen.
- Da Sie jetzt über eine Lösungsmittelkapazität von 6 ml (je 2 ml für Probenflasche A, B und B2) verfügen, **müssen** Sie zwei Abfallflaschen verwenden. Siehe oben unter *Modus der Abfallflasche*.
- Konfigurieren Sie jeden Injektor einzeln.

Beachten Sie, dass sich die Anzahl der Spülungen mit Lösungsmittel B nicht ändert. Der Injektor wechselt zwischen den beiden Flaschen mit Lösungsmittel B ab.

Verfahren zum Konfigurieren eines Injektors mit Karussell für acht Probengefäße

1. Drücken Sie [Config][Front Injector] oder [Config][Back Injector].

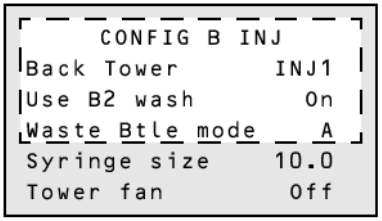


2. Legen Sie, während sich der Cursor in einer Turmzeile befindet, über die [On]- oder [Off]-Taste die Turmposition entweder für INJ1 oder INJ fest.
3. Geben Sie für Syringe size einen Wert in µL ein.

4. Setzen Sie den Cursor auf den Eintrag Tower fan, und steuern Sie über [On] bzw. [Off] den Betrieb des Ventilators.
   - Lassen Sie den Ventilator im Allgemeinen laufen (On).

Verfahren zum Konfigurieren eines Injektors mit Karussell für drei Probengefäße

1. Drücken Sie [Config] [Front Injector] oder [Config] [Back Injector].].



2. Setzen Sie Use B2 wash On oder Off, je nachdem, ob Sie die Flasche verwenden möchten oder nicht.
3. Zum Aktivieren des Abfallflaschenmodus drücken Sie [Mode/Type].
4. Geben Sie für Syringe size die Größe der installierten Spritze an, in µl.
5. Setzen Sie den Cursor auf den Eintrag Tower fan, und steuern Sie über [On] bzw. [Off] den Betrieb des Ventilators.
   - Lassen Sie den Ventilator im Allgemeinen laufen (On).

Sollwerte für den Probenteller

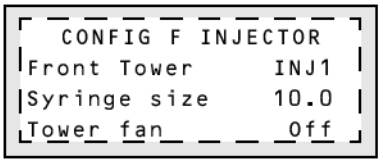
Der Probenteller liefert entsprechend der Sequenzparameter Probengefäße zum vorderen und hinteren Probengeber. Für jeden Probengeber gibt es verschiedene Sätze von Sequenzparametern. Der Probenteller führt die Probengefäße erst dem vorderen Probengeber und dann dem hinteren Probengeber zu. Gespeicherte Sequenzen und Strichcode-Konfigurierungen können dazu verwendet werden, dem Probenteller die Zielpositionen der Probengefäße anzugeben.

Enable tray in der Stellung On kann der Probenteller für eine Sequenz verwendet werden, in der Stellung Off müssen die Probengefäße ins Probenkarussell gestellt werden.

Enable bar code schaltet den Strichcodeleser ein oder aus.

Verfahren zum Aufrufen der Funktionen für den Probenteller

1. Drücken Sie [Sample tray], um die Funktionen für den Probenteller und den Strichcodeleser aufzurufen.

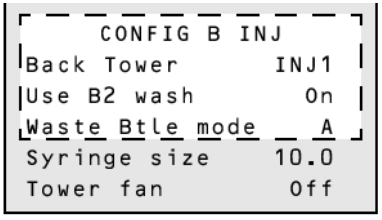


2. Drücken Sie [On] oder [Off], um den Probenteller zu aktivieren bzw. zu deaktivieren.
3. Drücken Sie [On] oder [Off], um den Strichcodeleser zu aktivieren bzw. zu deaktivieren.

Verfahren zum Konfigurieren des Strichcodelesers

Der Strichcodeleser lässt sich so konfigurieren, dass er bestimmte Codierungen auf dem Strichcodeschild ablesen kann.

1. Um die Sollwerte für den Strichcodeleser zu bearbeiten, drücken Sie [Config][Sample Tray].



2. Drücken Sie [On] oder [Off], um die folgenden Sollwerte für den Strichcode zu bestimmen.

   Enable 3 of 9 – die Codierung aus 3 von 9 Codierungsstrichen bietet für die Verwendung im Labor die größte Vielseitigkeit. Sie kann sowohl aus Buchstaben als auch aus Zahlen bestehen und auch einige Zeichen sind möglich. Die Länge der Codierung kann unterschiedlich sein, was die Bearbeitung großer Probenmengen bei beschränktem Speicherplatz ermöglicht.

   Enable 2 of 5 – die Codierung aus 2 von 5 Kodierungsstrichen ist auf Zahlen beschränkt, unterschiedliche Längen sind nicht möglich.

Enable UPC code – der Universal Product Code (UPC) ist heutzutage wahrscheinlich die weitestverbreitete Codierung. UPC-Codierungen bestehen nur aus Zahlen und besitzen eine feste Länge.

3. Geben Sie für die Position des Strichcodelesers 3 ein, wenn er vorne im Probenteller installiert ist.

Weitere Informationen über den Strichcodeleser finden Sie in seinem Bedienungs- oder Installationshandbuch.

Speichern der Sollwerte für den Probengeber

Nachdem Sie die Sollwerte für den Probengeber und den Probenteller sowie die Konfigurierung des Strichcodelesers festgelegt haben, können Sie sie als Teil der Methode abspeichern. Folgen Sie dazu dem Verfahren, das unter „Verfahren zum Speichern einer Methode“ beschrieben wurde. Die Methode wird Bestandteil der Sequenz, mit der die Proben abgearbeitet werden.

Weitere Informationen zu Injektorsequenzen und die Steuerung von Sequenzen finden Sie unter „Analytische Methoden“.

10 Ventilsteuerung

Die Ventilbox
- Heizen der Ventile
- Programmieren der Ventiltemperatur
- Konfigurieren einer zusätzlichen Temperaturzone (Aux thermal zone)

Ventilsteuerung
- Die Ventiltreiber

Die internen Ventiltreiber

Die externen Ventiltreiber

Konfigurierung der Ventile
- Verfahren zur Konfigurierung eines Ventils

Ventilsteuerung
- Verfahren zur Steuerung von Ventilen über die Tastatur
- Verfahren zur Steuerung von Ventilen über Ereignis- oder Zeittabellen

Beispiel für Ventilsteuerungen
- Einfaches Ventil – Säulenauswahl
- Probenaufgabeventil
- Multipositionsventil zur Gasstromauswahl und Probenaufgabeventil

Ventilsteuerung

Der Gaschromatograph 6890 (GC) ist mit vier Ventilen in einer beheizten Ventilbox an der Oberseite des Ofens ausgestattet.

Die Ventilbox ist der bevorzugte Platz für Ventile, da er eine stabile Temperatur bietet, die von der Ofentemperatur unabhängig ist.

Die Ventilbox

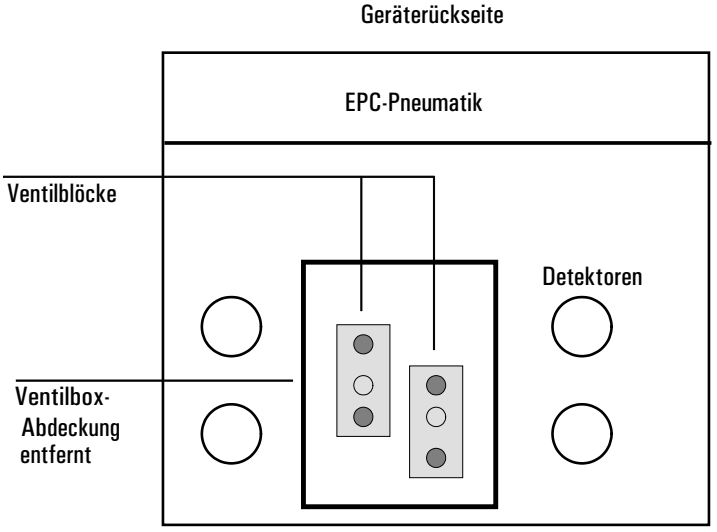


Abbildung 28 Die Ventilbox

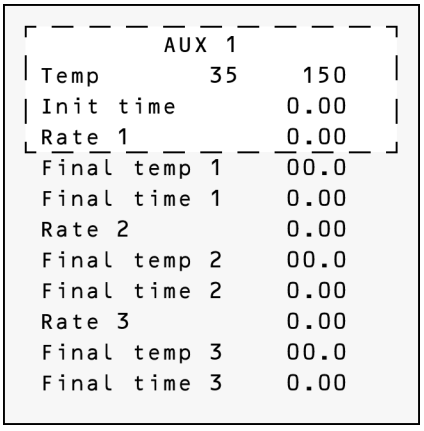
Heizen der Ventile

Die Ventilbox enthält zwei beheizte Blöcke, die jeweils mit zwei Ventilhalterungen (schattiert) ausgestattet sind. Das mittlere Loch in den Blöcken dient dazu, die Leitungen in den Säulenofen zu führen.

Wenn zwei Ventile verwendet werden, sollten diese auf demselben Block montiert sein. Somit können Sie die Temperatur über nur einen Steuerkanal (Aux 1 oder Aux 2, je nach Verdrahtung der Heizer) regeln. Bei mehr als zwei Ventilen benötigen Sie sowohl Aux 1 als auch Aux 2 zum Heizen der Blöcke. Stellen Sie sie auf dieselben Temperaturen ein.

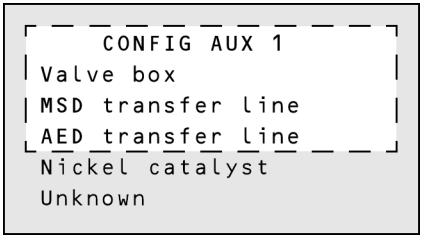
Programmieren der Ventiltemperatur

Die meisten Ventilapplikationen werden isotherm ausgeführt. Dennoch können Sie, wenn benötigt, drei Temperaturstufen definieren. Drücken Sie auf [Aux #], dann auf [1] oder [2]. Programmieren Sie diese Stufen genauso wie die Ofentemperaturstufen. Anweisungen hierzu finden Sie unter „Durchführen eines Laufes mit Temperatur-Programmierung“ auf Seite 111.



Konfigurieren einer zusätzlichen Temperaturzone (Aux thermal zone)

Um eine zusätzliche Temperaturzone zu definieren (Aux zone 1 oder 2), drücken Sie auf [Config], dann [Aux #]. Drücken Sie auf [Mode/Type] und wählen Sie den Gerätetyp, der von dieser Zone gesteuert werden soll, und drücken Sie dann auf [Enter].



Ventilsteuerung

Ventile können manuell über die Tastatur oder als Teil eines Zeit- oder Laufzeitprogramms angesteuert werden. Denken Sie daran, dass ein Ventil, das innerhalb eines Laufes geschaltet wird, *nicht* automatisch am Ende des Laufes wieder auf seine Ausgangsposition zurückgesetzt wird. Dies geschieht nur bei Probenaufgabeventilen; alle anderen Ventilarten müssen durch das Programm wieder zurückgesetzt werden, wenn dies gewünscht wird.

Die Ventiltreiber

Ein Ventiltreiber besteht aus einer Software und einem Schaltkreis im GC, der das Ventil oder damit verknüpfte Funktionen steuert. Es gibt acht Treiber, die als Ventil 1 bis Ventil 8 bezeichnet werden.

Tabelle 22 Charakteristik der Ventiltreiber

Ventil-nummer	Säulenart	Volt	Leistung oder Strom	Verwendung
1, 2, 3 und 4	Stromquelle	24 Vdc	13 Watt	Pneumatik-Ventil-steuerung
5 und 6	Stromquelle	24 Vdc	100 mA	Relais und Nieder-spannungs-Geräte
7 und 8	Kontakt-schluss	48 Vdc oder 48 Vac rms		Steuerung einer externen Stromquelle

Die internen Ventiltreiber

Die Ventiltreiber 1 bis 4 werden gewöhnlich für die Steuerung der pneumatisch geschalteten Ventile verwendet, die sich in der Ventilbox befinden. Ihre Verkabelung ist als eine Reihe von Anschlüssen in der rechten Seitenwand des GC erkennbar.

Pneumatisch geschaltete Ventile werden durch Elektromagneten gesteuert, die nahe der Anschlüsse montiert sind, über die das Schaltgas für die Ventile geliefert wird.

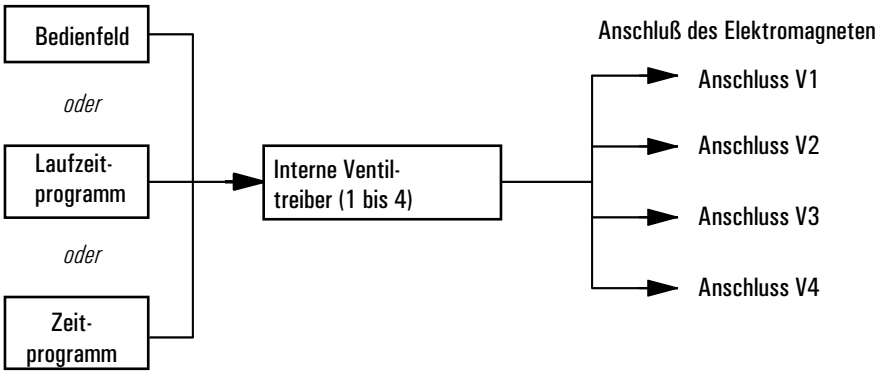


Abbildung 29 Interne Ventiltreiber

Es gibt keine direkte Beziehung zwischen der Position eines Ventils in der Ventilbox und dem Treiber, der es steuert. Alles hängt von der Verkabelung der Elektromagneten und den Gasanschlüssen an den Ventilschaltern ab.

Die externen Ventiltreiber

Die Ventiltreiber 5 und 6 steuern einen Strom, der ein Relais oder einen anderen Niederspannungs-Abnehmer versorgen kann. Die Ventiltreiber 7 und 8 schalten einen Strom von einer externen Quelle zu. Genaue Informationen zur Elektronik finden Sie in Tabelle 22 auf Seite 224.

Diese Treiber, vor allem die Ventiltreiber 7 und 8, können zur Steuerung eines motorbetriebenen Multipositionsventils zur Wahl des Gasstromes verwendet werden.

Alle vier Treiber befinden sich als Anschluss für externe Events auf der GC-Rückseite.

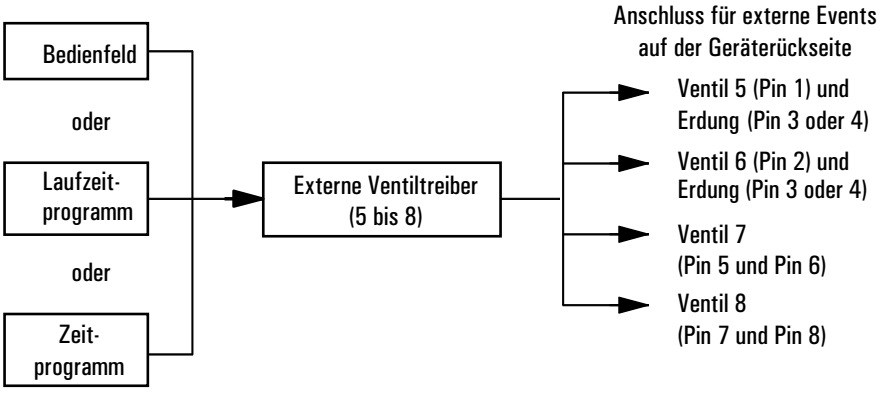


Abbildung 30 Externe Ventiltreiber

Konfigurierung der Ventile

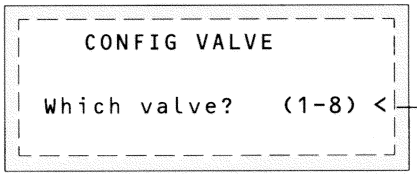
Es gibt fünf verschiedene Arten von Ventilen:

- Probenaufgabeventile – Ventile mit zwei Schaltzuständen (Laden und Injizieren). In der Load-Position wird ein externer Gasstrom durch eine angeschlossene Probenschleife in den Abfall geleitet. In der Inject-Position wird die gefüllte Probenschleife in den Trägergasstrom integriert. Wenn das Ventil von Load auf Inject schaltet, wird eine Analyse gestartet, falls sie nicht bereits läuft. Ein Beispiel dazu befindet sich auf Seite 230.
- Schaltventile – Ventile mit zwei Schaltzuständen und vier, sechs oder mehr Anschlüssen. Diese sind Allzweck-Ventile, die zur Auswahl einer Säule, zur Abtrennung einer Säule und vielem mehr verwendet werden können. Auf Seite 229 befindet sich ein Beispiel für eine Ventilsteuerung.
- Multipositionsventile – Ventile zur Wahl des Gasstromes. Normalerweise werden sie dazu verwendet, einen bestimmten Gasstrom auszuwählen und ihn für die Analyse dem Probenaufgabeventil zuzuführen. Sie besitzen einen besonderen Schalter, der das Ventil jedes Mal, wenn er betätigt wird, eine Position weiterfährt. Die Ventile können auch motorbetrieben sein. Ein Beispiel für die Verknüpfung eines Multipositionsventils mit einem Probenaufgabeventil finden Sie auf Seite 232.

- andere – alle weiteren Möglichkeiten
- nicht installiert – erklärt sich selbst

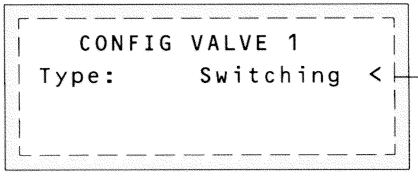
Verfahren zur Konfigurierung eines Ventils

1. Drücken Sie [Config] [Ventil #].

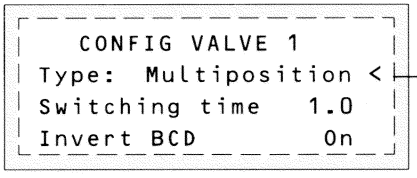


2. Bestimmen Sie den zu konfigurierenden Ventiltreiber. Geben Sie die Nummer (z.B. 1) ein und drücken Sie [Enter].

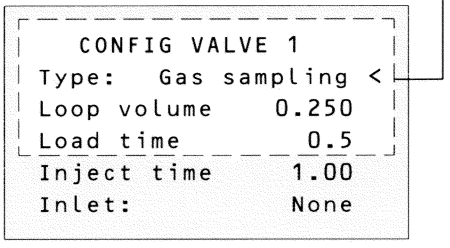
3. Die aktuelle Art des Treibers wird angezeigt.



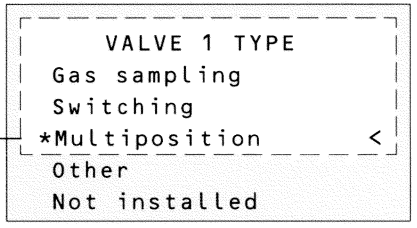
oder



oder



4. Drücken Sie [Mode/Type] zur Ventilauswahl.



5. Wählen Sie eine Ventilart und drücken Sie [Enter].

Ventilsteuerung

Verfahren zur Steuerung von Ventilen über die Tastatur

Ventile (mit Ausnnahme der Multipositionsventile) besitzen zwei Schaltzustände, die über die [On]- und [Off]-Tasten angesteuert werden können. Die Tastenbefehle für Ventile mit zwei Schaltzuständen sind:

[Ventil #] <das Ventil wird angefahren> [On](das Ventil wird bis zum ersten Anschlag gedreht)

und

[Ventil #] <das Ventil wird angefahren> [Off](das Ventil wird zum anderen Anschlag gedreht)

Verfahren zur Steuerung von Ventilen über Ereignis- oder Zeittabellen

Die Befehle Valve On und Valve Off können über Ereignis- oder Zeittabellen programmiert werden. Weitere Informationen dazu finden Sie unter „Verfahren zur Programmierung von Laufzeitevents“ und „Verfahren zur Programmierung von zeitabhängigen Ereignissen“.

Wenn ein Ventil durch ein Laufzeitprogramm geschaltet wird, springt es am Ende des Laufes *nicht* automatisch auf seine Ausgangsposition zurück. Diese Operation muss ebenfalls in der Tabelle programmiert werden.

Beispiel für Ventilsteuerungen

Einfaches Ventil – Säulenauswahl

Im Folgenden sind die Anschlüsse für ein einzelnes Ventil dargestellt, das als Schaltventil zur Auswahl einer oder zweier Säulen für die Analyse konfiguriert ist. Es hat keine Konfigurierungsparameter.

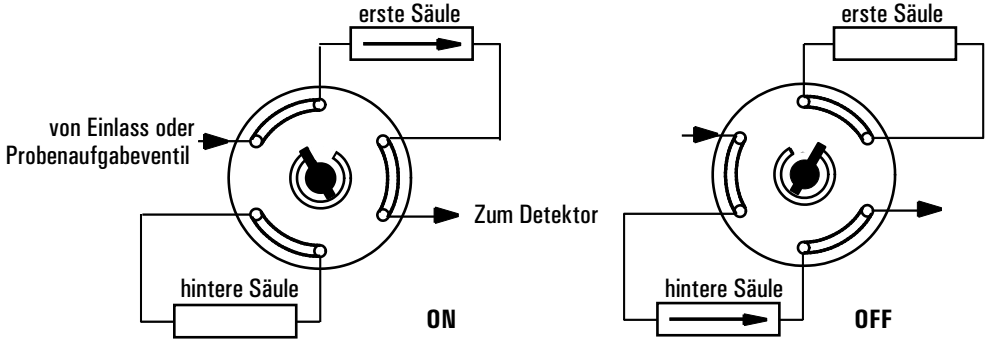
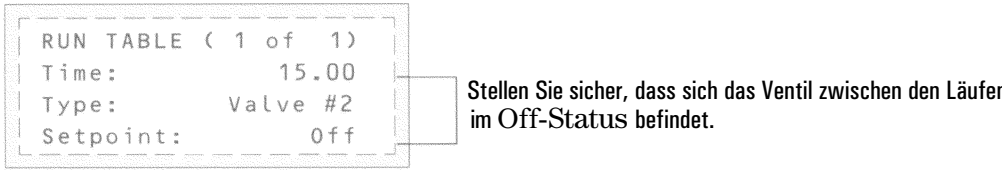


Abbildung 31 Ventil zur Säulenauswahl

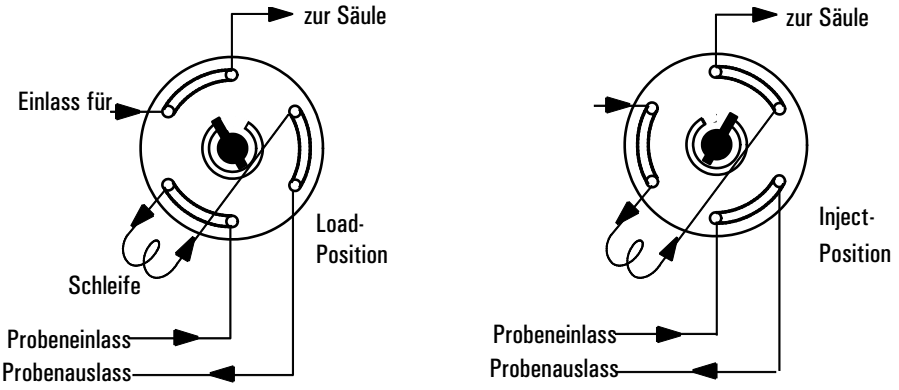
Die Säule wird durch Drücken von [Ventil #] <Ventil 2 wird angefahren> [On] (für die vordere Säule) oder [Off] (für die hintere Säule) ausgewählt. Diese Ereignistabelle garantiert, dass sich das Ventil zwischen den Läufen im Off-Status befindet:



Probenaufgabeventil

Wenn ein Ventil als Probenaufgabeventil konfiguriert ist, startet es automatisch eine Analyse, sobald es auf die Inject-Position geschaltet wird. Dies kann über

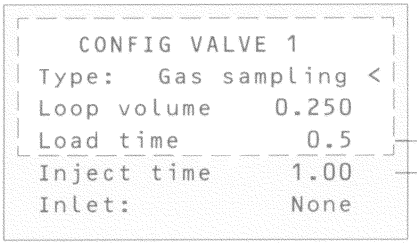
Tastenbefehle oder einen Eintrag in einer Untersequenz oder einer Zeittabelle erreicht werden. Sie können bis zu zwei Probenaufgabeventile installieren.



Load-Position – die Schleife wird mit einem Probengasstrom durchspült. Die Säule wird von Trägergas durchströmt.
Inject-Position – die gefüllte Schleife wird in den Trägergasstrom integriert. Die Probe wird auf die Säule aufgegeben. Der Lauf startet automatisch.

Abbildung 32 Probenaufgabeventil

Trägergas kann über eine (optionale) Zusatzgasversorgung geliefert werden. Dazu müssen Sie die Säule konfigurieren und einen Aux #-Kanal als Einlass definieren. Der Aux #-Kanal lässt sich dann für vier Betriebsmodi programmieren.



Loop volume und Inlet: sind reine Informationen – sie haben keinen Einfluss auf den Betrieb.

Zeit in Minuten, die das Ventil in der Load-Position verbleibt, ehe es fertig ist

Zeit in Minuten, die das Ventil in der Inject-Position bleibt, ehe es zur Load-Position zurückspringt

Der Zyklus für die Probenaufgabe verläuft folgendermaßen:

1. Das Probenaufgabeventil schaltet auf die Load-Position. Die Load time beginnt. Das Ventil ist nicht bereit.
2. Die Load time endet. Das Ventil ist bereit.

3. Wenn alle anderen Sollwerte erreicht sind, wechselt auch der GC in den Bereit-Status.
   Wenn die anderen Sollwerte noch nicht erreicht sind:

   - Wenn Sie die Zeittabelle oder die Sequenzsteuerung verwenden, wartet der GC, bis alles bereit ist und führt dann den Injektionsbefehl für das Ventil aus.
   - Wenn Sie keine Zeittabelle oder Sequenzsteuerung verwenden, kann die Injektion jederzeit über die Tastatur ausgeführt werden.

4. Das Probenaufgabeventil schaltet auf die Inject-Position (Tastenbefehl oder Sequenzsteuerung). Die Inject time beginnt. Die Analyse wird gestartet.

5. Die Inject time endet. Das System kehrt zu Schritt 1 zurück.

Multipositionsventil zur Gasstromauswahl und Probenaufgabeventil

Verschiedene Hersteller liefern Multipositionsventile, die über die Ventiltreiber 1 bis 4 geschaltet werden. Es kann jeweils nur ein Multipositionsventil konfiguriert sein. Genaue Informationen zur Elektronik finden Sie in Tabelle 22 auf Seite 224.

Wenn ein Ventil als Multipositionsventil konfiguriert wurde und über einen BCD-Positionsausgang am GC angeschlossen ist, kann die Ventilposition direkt angewählt werden.

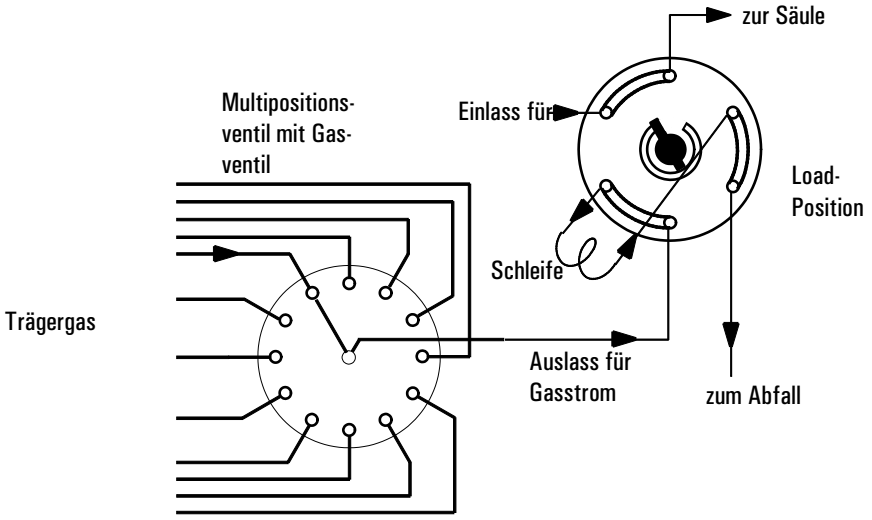
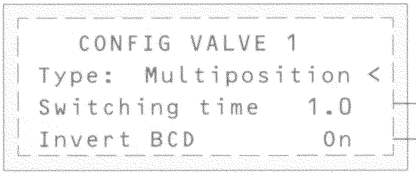


Abbildung 33 Multipositionsventil mit Probenaufgabeventil

Wenn in einem GC ein Ventil als Multipositionsventil und ein anderes als Probenaufgabeventil konfiguriert ist, wird der GC die Ventile entsprechend Abbildung 33 einsetzen. Diese „Doppelkonfigurierung“ kann als Ersatz für einen automatischen Flüssigprobengeber und einen Probenteller in einer analytischen Sequenz verwendet werden. Das Multipositionsventil ersetzt den Probenteller; das Probenaufgabeventil ersetzt den Probengeber. Weitere Informationen dazu finden Sie unter „Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Ventile“.

Zwei Konfigurierungsparameter dienen der mechanischen und elektrischen Kompatibilität mit den meisten Schaltern für Multipositionsventile.



Zeit zwischen den Schaltzuständen des Ventils

Wenn On, auf den BCD-Eingang ausgerichtet ist

- Die Schaltzeit Switching time entspricht der Verzögerung in Sekunden zwischen den einzelnen Bewegungen der Schaltermechanik. Sie ermöglicht es der Schaltermechanik, sich auf die nächste Bewegung vorzubereiten.

- Die BCD-Umkehr (Invert BCD) ergänzt den BCD-Eingang – Einser werden zu Nullen und Nullen werden zu Einsern. Dies gleicht die unterschiedlichen Konventionen zur Codierung von Hersteller zu Hersteller aus.

11 Analytische Sequenzen

Was ist eine Sequenz?

Was man damit machen kann

Definieren einer Sequenz
- Prioritätssequenz
- Untersequenzen
- Postsequenz

Verfahren zum Erstellen einer Sequenz
- Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Probengeber
- Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Ventile
- Verfahren zum Einstellen der Postsequenz-Ereignisse

Verfahren zum Speichern einer Sequenz

Verfahren zum Laden einer gespeicherten Sequenz

Verfahren zum Ändern einer gespeicherten Sequenz

Verfahren zum Löschen einer Sequenz

Sequenzsteuerung
- Sequenzstatus
- Verfahren zum Durchführen einer Sequenz
- Verfahren zum Anhalten und Fortführen einer Sequenz
- Verfahren zum Stoppen einer Sequenz
- Abbrechen einer Sequenz

Überlegungen zur Verwendung eines Integrators

Analytische Sequenzen

Was ist eine Sequenz?

Eine Sequenz bestimmt, nach welchen Methoden veschiedene Proben analysiert werden sollen. Sie ist in Untersequenzen unterteilt, von denen jede eine eigene Methode verwendet sowie eine Prioritätssequenz und Postsequenz-Ereignisse besitzt.

Eine Sequenz kann bis zu fünf Untersequenzen enthalten und entweder durch einen automatischen Flüssigprobengeber oder ein Ventil betrieben werden.

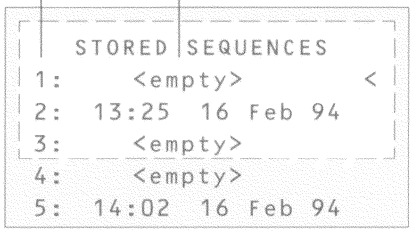
Was man damit machen kann

Sequenzen können:

- **erstellt** werden, indem man über die Tastatur die Proben- und Methoden-informationen eingibt,
- **gespeichert** werden, indem man [Store] [Seq] drückt und der Sequenz eine Kennnummer zwischen 1 und 5 zuordnet,
- **geladen** werden, indem man [Load] [Seq] drückt und die Sequenznummer eingibt,
- **verändert** werden, indem man die gewünschten Änderungen vornimmt und die Sequenz unter derselben Nummer abspeichert. Die alte Version wird durch die neue ersetzt.

Die Steuerungstabelle mit den gespeicherten Sequenzen, Abbildung 34, zeigt die Zeiten und Daten, zu denen die Sequenzen gespeichert wurden. Diese Tabelle lässt sich aufrufen, indem man [Seq] drückt. Die [Seq]-Taste schaltet zwischen den Steuerungstabellen für gespeicherte Sequenzen und für Sequenzdefinitionen hin und her, Abbildung 35.

Sequenz-nummer
1 Um den 5



Sequenzstatus
< empty > = keine Sequenz mit dieser Nummer vorhanden
Zeit und Datum = wann die Sequenz gespeichert wurde

Abbildung 34 Steuertabelle für gespeicherte Sequenzen

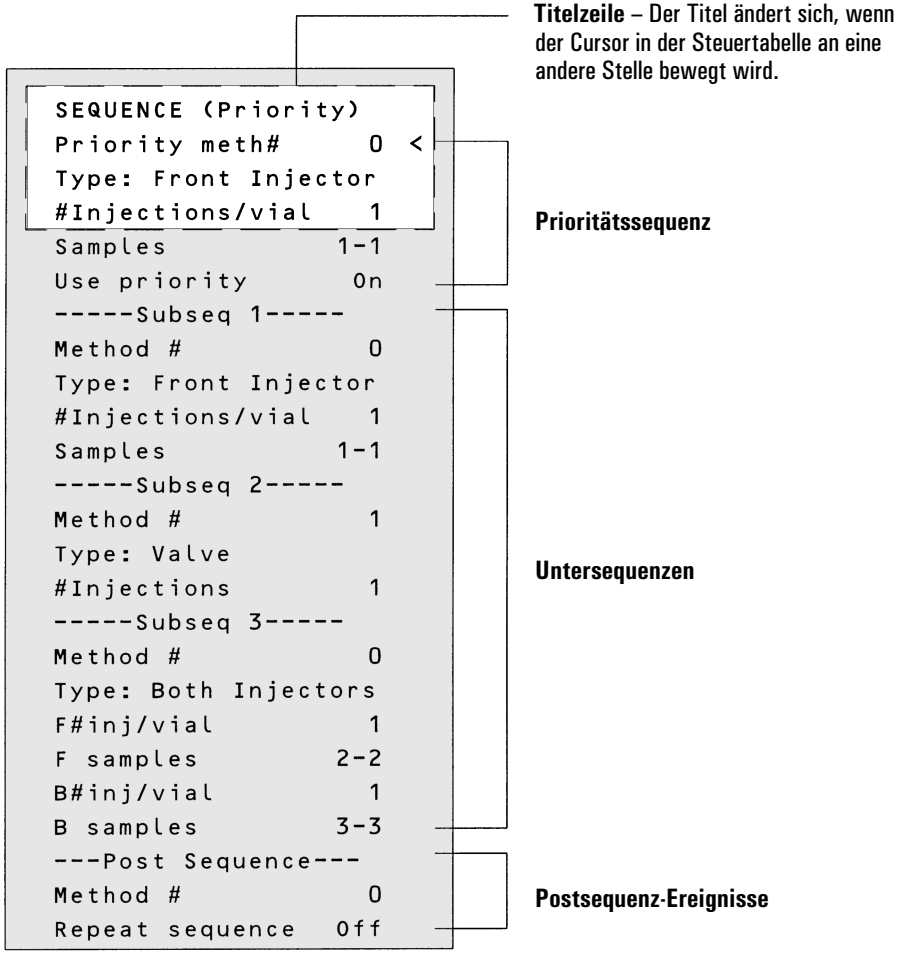


Abbildung 35 Steuertabelle für Sequenzdefinitionen

Beim Bearbeiten der Sequenzsteuertabelle ist die [Info]-Taste sehr nützlich, um Erklärungen für nötige Sequenzparameter zu erhalten.

Definieren einer Sequenz

Eine Sequenz kann aus folgenden Teilen bestehen (alle drei Teile sind optional):

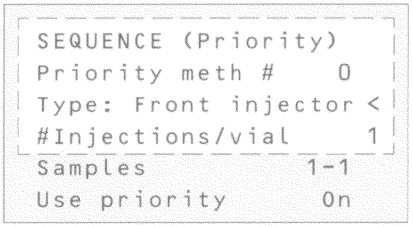
- Prioritätssequenz – Sie ermöglicht es, eine Sequenz jederzeit zu unterbrechen, um eine dringende Probe vorzuziehen.
- Untersequenzen – Jede Untersequenz besteht aus der Nummer einer gespeicherten Methode und aus Informationen, welche Proben und Standards mit der Methode analysiert werden sollen. Es können bis zu fünf Untersequenzen definiert werden.
- Postsequenz – Sie bestimmt eine Methode, die nach der letzten Analyse der letzten Untersequenz geladen und durchgeführt werden soll. Darüber können Sie festlegen, ob eine Sequenz unendlich wiederholt oder angehalten werden soll.

Prioritätssequenz

Eine Prioritätssequenz bietet die Möglichkeit, eine laufende Sequenz zu unterbrechen, um eine oder mehrere dringende Proben vorzuziehen. Sie besteht aus einer einzelnen Untersequenz für einen Probengeber oder ein Ventil und dem speziellen Parameter Use priority.

- Wenn Use priority ausgeschaltet (Off) ist, hat die Prioritätssequenz keine Wirkung. Sie kann jedoch jederzeit aktiviert werden, selbst dann, wenn die Sequenz bereits läuft. Dazu müssen Sie die Sequenz öffnen und den Parameter einschalten.
- Wenn Use priority eingeschaltet (On)ist,
  1. hält die Sequenz nach Beendigung der aktuellen Analyse an
  2. wird die Prioritätsmethode geladen. Die Prioritätsproben werden abgearbeitet, wie sie in der Prioritätssequenz festgelegt sind
  3. wird der Parameter Use priority abgeschaltet (Off)
  4. fährt die Hauptsequenz an der Stelle fort, an der sie angehalten wurde.

Probengeber



Ventil

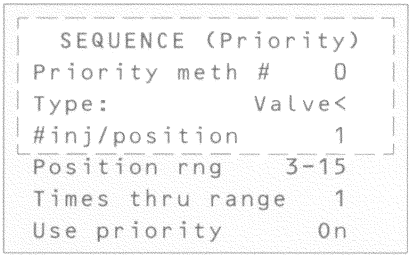


Abbildung 36 Prioritätssequenzen

Untersequenzen

Eine Untersequenz kann für die Injektion entweder einen automatischen Flüssigprobengeber oder ein Probenaufgabeventil verwenden. Sie enthält eine Methode zur Analyse des Probensatzes.

Postsequenz

Unter Post Sequence können Ereignisse definiert werden, die nach der letzten Untersequenz eintreten sollen. Die Postsequenz kann eine Mehtode laden – z.B. zum Abschalten der Gasströme und Absenken der Temperaturen – oder einige der Untersequenzen wiederholen.

Verfahren zum Erstellen einer Sequenz

1. Drücken Sie [Seq], um die Sequenzsteuertabelle zu öffnen.
2. Erstellen Sie auf Wunsch eine Prioritätssequenz. Diese ist eine normale Untersequenz entweder für Ventil oder Probengeber mit zwei Unterschieden. Die Methodenzeile ist mit Priority meth # gekennzeichnet. Eine zusätzliche Zeile, die mit Use priority gekennzeichnet ist, kann ein- oder ausgeschaltet werden.
3. Erstellen Sie bis zu fünf Untersequenzen. Untersequenzen können entweder über Ventil (unten) oder über den Probengeber (Seite 240) angesteuert werden. Innerhalb einer Sequenz können beide Möglichkeiten verwendet werden.

4. Ändern Sie nach Wunsch die Postsequenz-Ereignisse.
5. Speichern Sie die Sequenz.

Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Probengeber

Um eine Untersequenz für einen Probengeber zu erstellen, müssen Sie folgendermaßen vorgehen:

1. Drücken Sie [Seq], um die Sequenzsteuertabelle zu öffnen.
2. Fahren Sie mit dem Cursor innerhalb einer Untersequenz in eine Method #-Zeile. Wenn es sich um eine Prioritätssequenz handelt, ist diese Zeile als Priority meth # bezeichnet.
3. Geben Sie eine Methodennummer ein. Verwenden Sie 0 für die gerade aktive Methode, 1 bis 5 für gespeicherte Methoden oder Off, um die Sequenz abzuschließen.

   Die aktive Methode, 0, verändert sich während der Sequenz, sobald eine Untersequenz eine gespeicherte Methode verwendet. Daher sollte Methode 0 nur dann in der Prioritätssequenz verwendet werden, wenn *alle* Untersequenzen mit Methode 0 laufen.
4. Drücken Sie [Mode/Type] und wählen Sie einen der zwei Probengeberarten aus.

Sequenz mit Probengeber

```
SEQUENCE (Priority)
Priority meth #    0
Type: Front injector <
#Injections/vial     1
Samples          1-1
Use priority      On
```

Drücken von **[Mode/Type],** um die Art auszuwählen

```
    SEQUENCE TYPE
 Valve
*Front Injector      <
 Back Injector
 Both Injectors
```

5. Geben Sie die übrigen Parameter für die Untersequenz ein. Wenn Sie beide Probengeber verwenden, gibt es zwei Parametersätze.
   - #Injections/vial – gibt die Anzahl der Wiederholungen pro Probe an. Geben Sie 0 ein, wenn keine Proben injiziert werden sollen.
   - Samples – kennzeichnet den Probenbereich (erste-letzte), der analysiert werden soll
6. Wenn es sich um eine Prioritätssequenz handelt, stellen Sie Use priority auf On.
7. Fahren Sie mit der nächsten Untersequenz oder mit der Post Sequence fort.

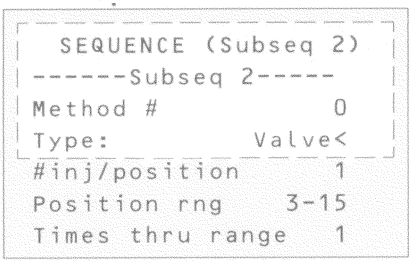
Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Ventile

Wenn Ihr GC mit einem Probenaufgabeventil und optional mit einem Multipositionsventil ausgestattet ist, kann eine Untersequenz für Ventile erstellt werden:

1. Drücken Sie [Seq], um die Sequenzsteuertabelle zu öffnen.
2. Fahren Sie mit dem Cursor innerhalb einer Untersequenz in eine Method #-Zeile. Wenn es sich um eine Prioritätssequenz handelt, ist diese Zeile als Priority meth # bezeichnet.
3. Geben Sie eine Methodennummer ein. Verwenden Sie 0 für die gerade aktive Methode, 1 bis 5 für gespeicherte Methoden oder Off, um die Sequenz abzuschließen.

   Die aktive Methode, 0, verändert sich während der Sequenz, sobald eine Untersequenz eine gespeicherte Methode verwendet. Daher sollte Methode 0 nur dann in der Prioritätssequenz verwendet werden, wenn *alle* Untersequenzen mit Methode 0 laufen.
4. Drücken Sie [Mode/Type] und wählen Sie Valve aus.

mit Multipositionsventil



ohne Multipositionsventil

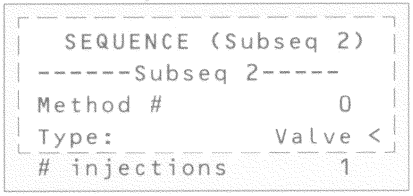


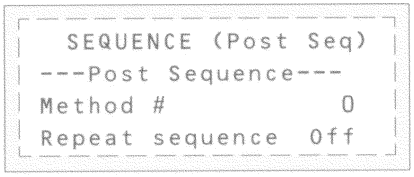
Abbildung 37 Untersequenzen für Ventile

5. Geben Sie die Sequenzparameter ein (die ersten drei erscheinen nur, wenn ein Multipositionsventil konfiguriert ist):

#inj/position	Anzahl der Injektionen pro Position (0-99)
Position rng	erste-letzte Ventilposition (1-32)
Times thru range	Anzahl der Wiederholungen für den Bereich (1-99)
# injections	Anzahl der Injektionen pro Probe

Verfahren zum Einstellen der Postsequenz-Ereignisse

1. Fahren Sie mit dem Cursor in den Abschnitt Post Sequence.

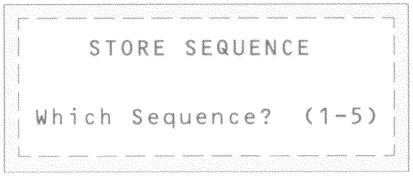


2. Method # kennzeichnet die Methode, die geladen und am Ende einer Sequenz abgearbeitet werden soll. Geben Sie für die gespeicherten Methoden eine der Nummern 1 bis 5 ein. Wenn keine Methode geladen werden soll, geben Sie 0 ein.

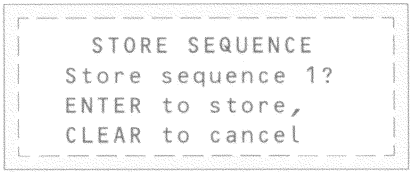
3. Repeat sequence - On führt zur stetigen Wiederholung der Sequenz. Diese Funktion ist vor allem bei Sequenzen für Ventile nützlich. Off hält die Sequenz am Ende an. Schalten Sie Repeat sequence ein oder aus.

Verfahren zum Speichern einer Sequenz

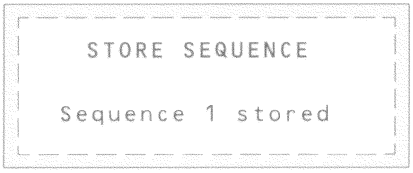
1. Drücken Sie [Store][Seq], um die Steuertabelle zum Speichern einer Sequenz zu öffnen.



2. Geben Sie die Kennnummer der Sequenz ein.



3. Drücken Sie [Enter], um die Sequenz zu speichern.



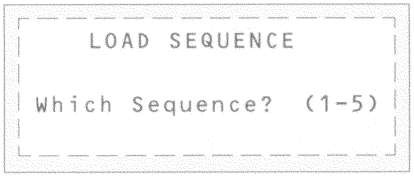
Wenn die gewählte Sequenznummer bereits existiert, werden Sie dazu aufgefordert, entweder

- die vorhandene Sequenz durch die neue Sequenz zu überschreiben oder
- den Speichervorgang abzubrechen und zur Statustabelle STORED SEQUENCES zurückzukehren.

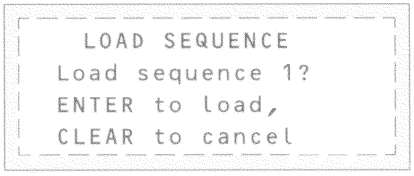
Sequenzen können auch innerhalb der Statustabelle STORED SEQUENCES gespeichert werden, indem man mit dem Cursor auf die entsprechende Sequenznummer fährt und die [Store]-Taste betätigt.

Verfahren zum Laden einer gespeicherten Sequenz

1. Sequenzen können geladen werden, indem man [Load][Seq] drückt.

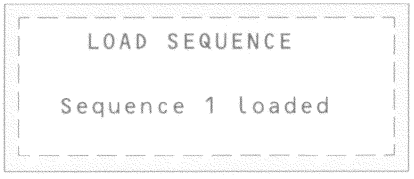


2. Drücken Sie eine Nummerntaste, um die gewünschte Sequenz auszuwählen.

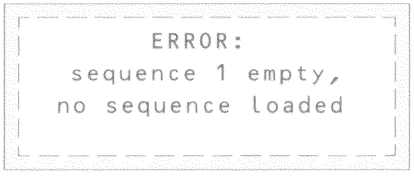


3. Drücken Sie [Enter], um die Sequenz zu laden oder brechen Sie den Vorgang über [Clear] ab.

4. Wenn Sie [Enter] drücken, wird der Ladevorgang bestätigt. Die gewählte Sequenz ist nun aktiv.

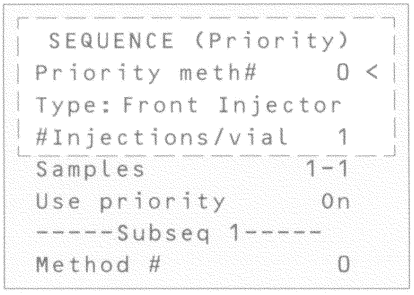


   Wenn die festgelegte Sequenznummer zuvor nicht gespeichert war, erfolgt eine Fehlermeldung.



Verfahren zum Ändern einer gespeicherten Sequenz

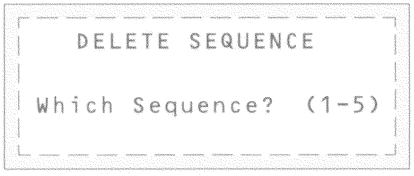
1. Laden Sie die Sequenz, die Sie bearbeiten wollen.
2. Öffnen Sie die Sequenzsteuertabelle. Fahren Sie mit dem Cursor zu dem Parameter einer Untersequenz oder Postsequenz, den Sie verändern wollen.



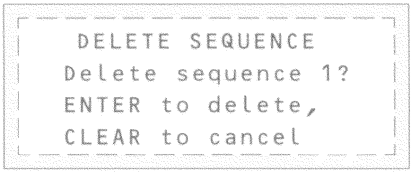
3. Führen Sie die Änderungen durch.
4. Sichern Sie die neuen Werte, indem Sie die Sequenz wieder unter ihrer ursprünglichen Nummer speichern.

Verfahren zum Löschen einer Sequenz

1. Um eine Sequenz zu löschen, drücken Sie [Delete] [Seq]. Folgende Anzeige erscheint im Display:



2. Drücken Sie eine der angezeigten Nummerntasten, um eine der fünf möglichen Sequenzen auszuwählen.



3. Um die Sequenz zu löschen, müssen Sie mit [Enter] bestätigen. Folgende Anzeige erscheint im Display:

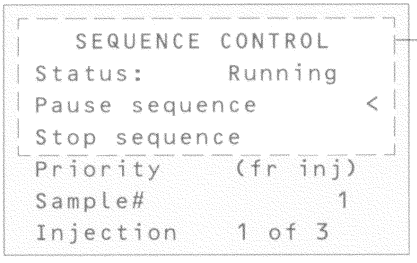
Sequenzsteuerung

Um die Sequenzsteuertabelle aufzurufen, drücken Sie die [Seq control]-Taste. Der aktuelle Status der aktiven Sequenz wird angezeigt.

Sequenzstatus

Es gibt sechs Möglichkeiten für den Sequenzstatus:

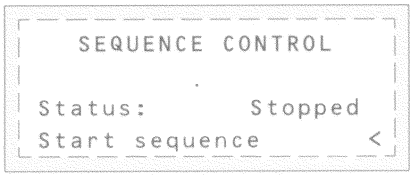
- Start/running (gestartet/läuft)
- Ready wait (bereit)
- Paused/resume (angehalten/fortführen)
- Stopped (gestoppt)
- Aborted (abgebrochen)
- No Sequence (keine Sequenz)



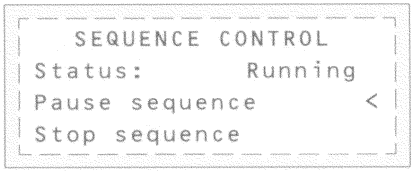
Sequenzsteuerung – Sie zeigt den aktuellen Status der Sequenz, welche Untersequenz gerade aktiv ist, die aktuelle Proben-# oder Ventilposition und welche Injektion bei Mehrfachinjektionen gerade ausgeführt wurde.

Verfahren zum Durchführen einer Sequenz

Um eine Sequenz zu starten, fahren Sie mit dem Cursor in die Zeile Start sequence und drücken Sie [Enter].



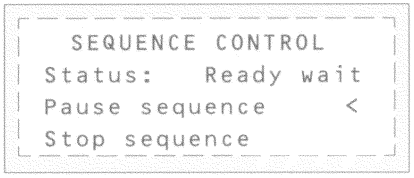
Durch die Betätigung von [Enter] springt der Sequenzstatus auf Running um.



Die Sequenz läuft durch, bis alle Untersequenzen ausgeführt sind oder bis eines der auf Seite 249 beschriebenen Ereignisse eintritt.

Ready wait (bereit)

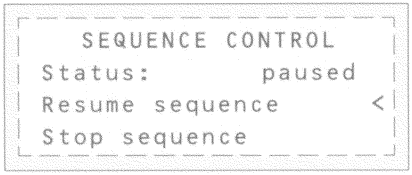
Wenn eine Sequenz gestartet wird und das Gerät noch nicht bereit ist (aufgrund der Ofentemperatur, der Equilibrierzeit etc.), wartet die Sequenz, bis alle Sollwerte erreicht sind.



Verfahren zum Anhalten und Fortführen einer Sequenz

1. Eine laufende Sequenz kann angehalten werden, indem man mit dem Cursor auf Pause sequence fährt und die [Enter]-Taste betätigt. Beim Drücken von

[Enter] wechselt der Sequenzstatus auf paused und es erscheint ein Optionsfeld zum Fortführen oder Stoppen der angehaltenen Sequenz.



Wenn eine Sequenz angehalten wurde, stoppt sie nach Beendigung des angefangenen Analysenlaufes.

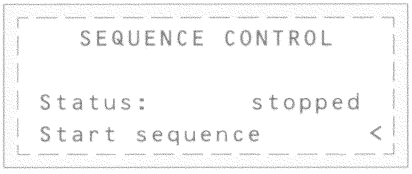
2. Um die angehaltene Sequenz fortzuführen, müssen Sie mit dem Cursor auf Resume sequence fahren und [Enter] drücken.

   Sobald eine Sequenz fortgeführt wird, beginnt sie mit der Bearbeitung der folgenden Probe.

Verfahren zum Stoppen einer Sequenz

Um eine Sequenz zu stoppen, fahren Sie mit dem Cursor auf Stop sequence und drücken Sie [Enter].

Wenn eine Sequenz gestoppt wurde, kann sie nur von Anfang an neu gestartet werden. Der Probenteller wird sofort angehalten.

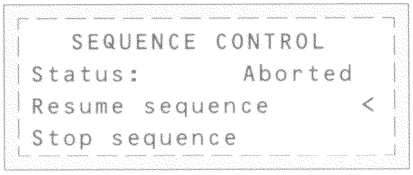


Eine Sequenz stoppt nach Beendigung der letzten aktiven Untersequenz, es sei denn, in den Postsequenz-Ereignissen ist der Parameter Repeat sequence eingeschaltet.

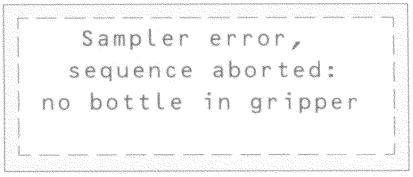
Abbrechen einer Sequenz

Wenn eine Sequenz abgebrochen wird, stoppt sie sofort, ohne den aktuellen Lauf zu beenden. Folgende Ereignisse können zum Abbruch einer Sequenz führen:

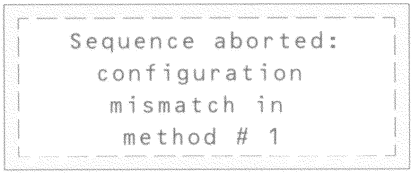
Ein Lauf wird über die [Stop]-Taste abgebrochen.



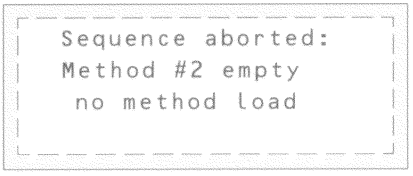
Am Probengeber tritt ein Fehler auf, der eine Fehlermeldung hervorruft.



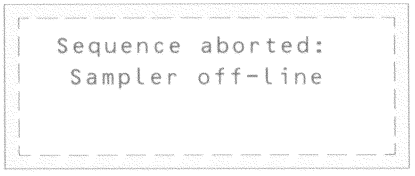
Der GC erkennt eine Unverträglichkeit der geladenen Methode mit der Konfigurierung.



Eine aktive Sequenz versucht, eine leere Methode zu laden.



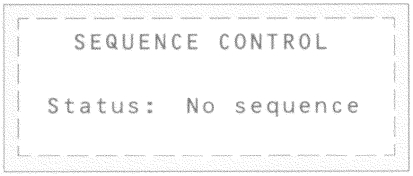
Der Probengeber wurde abgeschaltet.



Sie können das Problem beheben und die Sequenz dann fortführen. Der abgebrochene Lauf wird wiederholt.

No Sequence (keine Sequenz)

Wenn die Sequenz abgeschaltet oder nicht definiert ist, erscheint in der Sequenzsteuertabelle der Status No Sequence.



Um dies zu beheben, können Sie mithilfe der [Seq]-Taste eine Sequenz definieren oder die Sequenzparameter einschalten.

Überlegungen zur Verwendung eines Integrators

Die Definitionen für Sequenzen sind für den GC 6890 und den Integrator 3396 nicht gleich. Folgende Punkte müssen beachtet werden, wenn man Sequenzen mit einer Kombination aus GC und Integrator abarbeiten will:

- Der Integrator hat nur eine Untersequenz und die Prioritätssequenz. Bei einer Integratorsequenz kann nur eine GC-Methode verwendet werden.
- Die Methodenparameter für den automatischen Probengeber werden über die [Front injector]- und [Back injector]-Tasten auf der Tastatur des 6890 eingegeben.
- Die Tabelle mit den Probeninformationen wird auf dem Integrator erstellt.
- Die Injektionsparameter für die Sequenz können entweder über die [Seq]-Taste auf der Tastatur des 6890 eingegeben werden oder im Dialogfeld [PREP][SEQ] des 3396. Durch die Einstellung der Sequenzparameter auf einem der beiden Geräte wird die Sequenz für beide Geräte bestimmt.
- Die Funktion Start Sequence auf dem GC ist inaktiv.
- Eine Sequenz muss über den Integrator mithilfe von [SEQ][START] gestartet werden.
- Die beiden Stop-Tasten haben unterschiedliche Effekte. Die [STOP]-Taste auf dem Integrator stoppt den aktuellen Lauf und bricht die Sequenz ab. Die [STOP]-Taste auf dem GC stoppt den aktuellen Lauf, aber die Sequenz wird fortgeführt, sobald der GC wieder bereit ist.

12 Meldungen

Not-Ready-Meldungen

Temperature zone not ready (Temperaturzone ist nicht bereit)

Pressure and/or flow not ready (Druck und/oder Fluss sind nicht bereit)

Detector not ready (Detektor ist nicht bereit)

Valve not ready (Ventil ist nicht bereit)

Andere Not-Ready-Meldungen

Automatische Abschaltungen

Warnhinweise

Fehlermeldungen

Meldungen

Der GC überprüft regelmäßig den Zustand des Detektors, der Pneumatik, des Ofens, der PC-Platinen und aller anderen Bestandteile. Wenn ein Problem vorliegt, gibt der GC eine Meldung aus, piept oder aktiviert eine LED. Außerdem stellt er sich auf einen „sicheren Status“, wenn das Problem zu einer Gefährdung des Anwenders führen könnte.

Geräteabhängige Informationen zur Fehlersuche und Instandhaltung finden Sie außer in diesem Kapitel auch in den anderen Kapiteln dieses Handbuchs, insbesondere in den Abschnitten über Injektoren und Detektoren.

Es gibt sechs Arten von Meldungen:

Not Ready

Eine Not-Ready-Meldung erscheint immer dann, wenn ein Bestandteil des GC noch nicht bereit ist, eine Analyse zu starten. Solange der GC nicht bereit ist, leuchtet die Not Ready LED, aber im Display erscheint keine Popup-Meldung. Drücken Sie auf [STATUS], um eine Erklärung aufzurufen, warum der GC nicht bereit ist. Not-Ready-Meldungen werden nicht ins Laufzeitprotokoll aufgenommen.

Method Mismatches

Diese Hinweise erscheinen immer dann, wenn eine Methode geladen wird, deren Parameter nicht zur aktuellen GC-Konfigurierung passen. Es gibt zwei Möglichkeiten, was passiert, wenn die Methode und die Konfigurierung unverträglich sind:

- Wenn der Parameter, der die Unverträglichkeit hervorruft, von der Tastatur aus eingestellt wurde, überschreibt die Methode den aktuellen Parameter; die Meldung auf dem Display weist darauf hin, dass der aktuelle Parameter ersetzt wurde. Wenn sich z.B. die konfigurierte Gasart von der in der Methode unterscheidet, wird sie durch die Gasart der Methode ersetzt.
- Wenn der Parameter, der die Unverträglichkeit hervorruft, von der Hardware abhängt, wird die Methode ignoriert und die aktuellen Sollwerte werden beibehalten; eine Meldung auf dem Display weist darauf hin, dass die Methodenparameter ignoriert wurden. Wenn die Methode z.B. für einen NPD geschrieben wurde und Sie den Detektor zwischenzeitlich durch einen FID

ausgetauscht haben, werden die Parameter für den NPD ignoriert und die aktuellen Parameter für den FID beibehalten.

Warning

Ein Warnhinweis bezieht sich auf Probleme, die existent sind, das Gerät jedoch nicht daran hindern, die Analyse durchzuführen. Der GC piept einmal und der Warnhinweis erscheint auf dem Display. Der GC kann den Lauf starten, worauf der Warnhinweis vom Display verschwindet. Der Warnhinweis wird nicht ins Laufzeitprotokoll aufgenommen.

Shutdown

Eine automatische Abschaltung (shutdown) erfolgt, wenn ein Hardware-Problem aufgetreten ist, das den Anwender gefährden oder das Gerät beschädigen könnte. Bevor die automatische Abschaltung erfolgt, piept der GC mehrere Male. Nach einer bestimmten Zeitspanne, die von der jeweiligen Gerätekomponente abhängt, schaltet sich die Komponente mit der Störung automatisch ab, der GC piept einmal und auf dem Display erscheint ein Warnhinweis. Der GC befindet sich immer noch im Bereit-Status. Durch Drücken der [STATUS]-Taste kann keine zusätzliche Information aufgerufen werden und der Fehler wird auch nicht ins Laufzeitprotokoll aufgenommen.

Fehler (Faults)

Fehlermeldungen kennzeichnen Hardware-Probleme, die das Eingreifen des Anwenders erfordern. Je nach Art des Fehlers ertönt ein einzelner Piepton vom GC oder keiner. Die Not-Ready-LED leuchtet, da der GC nicht in der Lage ist, einen Lauf zu starten. Zusätzlich erscheint eine Fehlermeldung auf dem Display. Drücken Sie auf [STATUS], um weitere Informationen zu erhalten. Der Fehler wird ins Laufzeitprotokoll aufgenommen.

Zwei Fehlerarten können dazu führen, dass der GC vollständig abgeschaltet wird. Es handelt sich dabei entweder um ein pneumatisches Probleme am Einlass, der für Wasserstoff konfiguriert ist, oder um Temperaturprobleme am GC-Ofen. In diesen Fällen piept der GC kontinuierlich, bis Sie auf [Clear] drücken.

Hinweise zu Fehlfunktionen der Hauptplatine (Bad Mainboard) und schwerwiegenden Fehlern (Fatal Error)

Diese Meldungen weisen fast immer darauf hin, dass die Hauptplatine Fehlfunktionen aufweist und ersetzt werden muss. Die Hinweise sind nicht nummeriert und erscheinen gewöhnlich, wenn das Gerät eingeschaltet wird. Eine Auflistung der Hinweise finden Sie in Tabelle 23. Mit den wenigen Ausnahmen, die in der Tabelle aufgeführt sind, erfordert der Hinweis „Bad Mainboard“ oder „Fatal Error“ fast immer, dass die Platine durch den Agilent Kundendienst ausgewechselt wird.

Tabelle 23 Hinweise zu Fehlfunktionen der Hauptplatine (Bad Mainboard) und schwerwiegenden Fehlern (Fatal Error)

Popup-Meldung	Bemerkungen
BAD MAINBOARD	
Main FPGA Failure Static RAM Failure Boot ROM Checksum	Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.
DMA FPGA Failure DRAM Failure	Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.
FATAL ERROR	
Exception Vector Bus Error Address Error Illegal Instruction Divide by Zero No 512Hz Interrupt	Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Not-Ready-Meldungen

In Tabelle 24 finden Sie einen Überblick über die Not-Ready-Meldungen.

Tabelle 24 Not-Ready-Meldungen

Statusmeldung	Eintrag im Logbuch	Bemerkungen
Not-Ready-Meldungen zu Temperaturzonen		
Ofentemp.	Not ready: Oven temp ####	Siehe Seite 259
Front inlet temp	Not ready: F inlet temp ####	
Back inlet temp	Not ready: B inlet temp ####	
Front det temp	Not ready: Front det temp ####	Siehe Seite 260
Back det temp	Not ready: Back det temp ####	
Aux 1 temp	Not ready: Aux 1 temp ####	
Aux 2 temp	Not ready: Aux 2 temp ####	
Not-Ready-Meldungen zu Drücken der Flussraten		
Front inlet pressure	Not ready: F inl pres	
Front inlet flow	Not ready: F inlet flow ##.#	
Back inlet pressure	Not ready:	
Back inlet flow	Not ready: B inlet flow ##.#	Siehe Seite 260
Front det H2 flow	Not ready: F det H2 flow	
Front det gas 2	Not ready: F det gas 2	
F det makeup gas	Not ready: F det makeup	
Back det H2 flow	Not ready: B det gas 2	

Tabelle 24 (Fortsetzung)

Statusmeldung	Eintrag im Logbuch	Bemerkungen
Back det gas 2	Not ready: B det gas 2	
B det makeup gas	Not ready: B det makeup	
Aux 3 pressure	Not ready:	Siehe Seite 260
Aux 4 pressure	Not ready:	
Aux 5 pressure	Not ready:	
Detector not ready messages		
Front det waiting	Not ready: Front det on wait	Siehe Seite 260
Back det waiting	Not ready: Back det on wait	Siehe Seite 260
Front det igniting	Not ready: Front det ignite	Siehe Seite 261
Back det igniting	Not ready: Back det ignite	Siehe Seite 261
Front det adjusting	Not ready: Front det adjust	Siehe Seite 261
Back det adjusting	Not ready: Back det adjust	Siehe Seite 261
Front det equib time	Not ready: Front det equib	Siehe Seite 262
Back det equib time	Not ready: Back det equib time	Siehe Seite 262
Front det shutdown	Not ready: Front det shutdown	Siehe Seite 262
Back det shutdown	Not ready: Back det shutdown	Siehe Seite 262
F NPDBead slewing	Not ready: Front NPD slewing	Siehe Seite 262
F NPDBead slewing	Not ready: Back NPD slewing	Siehe Seite 262

Tabelle 24 (Fortsetzung)

Statusmeldung	Eintrag im Logbuch	Bemerkungen
Inlet not ready messages		
Gas saver	Not ready: Gas saver active	Der Einlass befindet sich im Gassparmodus. Drücken Sie auf [Prep Run].
Front inlet purging	Not ready: F inlet purge	Der Einlass ist im Split-Modus und wird gerade gespült. Drücken Sie auf [Prep Run]. Siehe Seite 264
Back inlet purging	Not ready: B inlet purge	Der Einlass ist im Split-Modus und wird gerade gespült. Drücken Sie auf [Prep Run]. Siehe Seite 264
F inl pulse inactive	Not ready: F inlet pres pulse	Drücken Sie auf [Prep Run].
B inl pulse inactive	Not ready: B inlet pres pulse	Drücken Sie auf [Prep Run].
F inl VI flow idle	Not ready: F inlet VI flow	Drücken Sie auf [Prep Run].
B inl VI flow idle	Not ready: B inlet VI flow	Drücken Sie auf [Prep Run].
Need F inl Solv vent	Not ready: F inlet Solv. ausgang	Drücken Sie auf [Prep Run].
Need B inl Solv vent	Not ready: B inlet Solv. ausgang	Drücken Sie auf [Prep Run].
Not-Ready-Meldungen zu Ventilen		
24V pneu valve drive	Not ready: 24V pneu valve drive	Siehe Seite 262
Multiposition valve	Not ready: Multiposition valve	Siehe Seite 263
Gas sampling valve 1	Not ready: Gas sampling valve 1	Siehe Seite 263
Gas sampling valve 2	Not ready: Gas sampling valve 2	Siehe Seite 263

Tabelle 24 (Fortsetzung)

Statusmeldung	Eintrag im Logbuch	Bemerkungen
Andere Not-Ready-Meldungen		
Diagnostics mode	Not ready: Diagnostics active	Siehe Seite 263
Test in progress	Not ready: Test in progress	Es findet gerade ein Diagnostiktest statt. Bitte warten Sie,bis der Test durchgelaufen ist.
Front inj door open	Not ready: Front inj door open	
Back inj door open	Not ready: Back inj door open	
Host system	Not ready: Host system	Siehe Seite 264
External device		Ein Gerät, das sich am Remote-Start-Anschluss befindet, ist nicht betriebsbereit.
Power on in progress	Power-on restart: Blank run	Siehe Seite 264

Temperature zone not ready (Temperaturzone ist nicht bereit)

Oven temp

Der GC ist solange nicht bereit, einen Lauf zu starten, bis die Ofentemperatur über den Zeitraum der Equilibrierzeit auf dem Sollwert ±1 Grad bleibt. Der GC ist auch nicht bereit, wenn der Ofen ausgeschaltet ist.

Wenn der Ofen den Sollwert nicht erreicht, bleibt der GC solange im Nicht-Bereit-Status, bis die Ofentemperatur den zulässigen Bereich verlässt, was zu einer automatischen Abschaltung führt.

Other heated zones

Zusätzlich zum Ofen besitzt der GC eine Reihe beheizter Zonen. Dazu gehören die Einlässe, die Detektoren und die zusätzlichen beheizten Zonen (aux). Der GC ist solange nicht bereit, einen Lauf zu starten, bis alle Zonen ihren Sollwert ±1 Grad erreicht *und* diese Temperatur 30 Sekunden lang gehalten haben. Eine Zone, die abgeschaltet wurde, wird als bereit betrachtet.

Wenn die beheizte Zone den Sollwert nicht erreicht, bleibt der GC unendlich im Nicht-Bereit-Status. Der GC wird erst dann automatisch abgeschaltet, wenn die Temperatur den zulässigen Bereich verlässt.

Pressure and/or flow not ready (Druck und/oder Fluss sind nicht bereit)

Der GC startet einen Lauf erst dann, wenn alle Drücke ihre Sollwerte erreicht und sie 6 Sekunde lang gehalten haben. Der akzeptable Druckbereich liegt zwischen 0,05 und 0,5 psi je nach Sensor.

Entsprechend startet der GC einen Lauf auch erst dann, wenn die Flussraten ihre Sollwerte bis auf 1 ml/min erreicht und 6 Sekunden lang gehalten haben. Druckzonen, die abgeschaltet wurden, werden als bereit betrachtet.

Wenn die Zone nicht innerhalb einer bestimmten Zeit den Bereit-Status erreicht, wechselt der GC in den Abschaltmodus. Weitere Informationen finden Sie unter den Hinweisen zu automatischen Abschaltungen.

Wenn sich Druck oder Fluss nicht aufbauen, überprüfen Sie die Gasversorgung auf Funktion und Gasvorat.

Detector not ready (Detektor ist nicht bereit)

Front det waiting
Back det waiting

Um eine Kondensation zu verhindern, sollten die FID- und NPD-Temperaturen mindestens 150°C betragen, bevor sie gezündet werden. Der FPD muss auf 120°C oder höher geheizt werden, bevor gezündet werden kann. Der WLD sollte auf

100°C oder höher geheizt sein, bevor der Filamentenstrom eingeschaltet wird. Wenn die Temperaturen unter diesem Minimum liegen, ist der GC nicht bereit.

Wenn ein Detektor seine Mindesttemperatur nicht erreichen kann, bleibt der GC unendlich im Nicht-Bereit-Status.

- Überprüfen Sie, ob der Sollwert für die Detektortemperatur so liegt, dass die Betriebstemperatur erreicht werden kann. Wenn sie zu niedrig ist, stellen Sie sie hoch.
- Wenn der Sollwert für die Detektortemperatur hoch genug ist, der Detektor sie jedoch nicht erreichen kann, kommen die Heizung, der Temperaturfühler oder die Hauptplatine als Fehlerquellen in Frage. Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Front det igniting
Back det igniting

Der GC ist solange nicht bereit, wie der FID oder FPD den Zündvorgang durchläuft. Die Meldungen verschwinden, sobald der Detektor abgeschaltet wird.

Wenn die Zündung des FID oder FPD nicht gelingt, kann es zu einer automatischen Abschaltung des Detektors kommen. Siehe die Abschnitte „Der Flammenionisations-Detektor“ oder „Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)“.

Front det adjusting
Back det adjusting

Der GC ist nicht bereit, weil der NPD oder der µ-ECD ihre Basislinie regeln, um einen bestimmten Sollwert für den Offset (NPD) oder Ausgang (µ-ECD) zu erreichen. Die Anpassung des µ-ECD ist gewöhnlich nach 30 Sekunden abgeschlossen. Der NPD kann für die Anpassung bis zu einer Stunde benötigen.

Wenn sich Kontaminationen (zum Beispiel bei unreinen Gasen) im System befinden oder die Packung alt ist, kann es passieren, dass der NPD seinen Sollwert nicht erreicht. Wenn dies der Fall ist, erscheint kein weiterer Hinweis auf dem Display, aber der GC gelangt nie in den Bereit-Status.

Die Statusmeldung wird gelöscht, wenn der Detektor abgeschaltet wird.

Front det equib time
Back det equib time

Wenn der NPD den Offset angepasst hat, muss dieser Sollwert über die Dauer der Equilibrierzeit beibehalten werden.

Der NPD kann sich möglicherweise nicht equilibrieren, wenn das System verschmutzt oder die Packung alt ist. Darüber hinaus können Schwankungen der Raumtemperatur die Equilibrierung verhindern. Der GC wechselt in den Bereit-Status, wenn der Detektor abgeschaltet wird.

Sie können die Equilibrierzeit über das Steuermenü des Detektors verändern.

Front det shutdown
Back det shutdown

Der FID, FPD, NPD oder WLD schalten sich automatisch ab, wenn es zu einem Fehler in der Pneumatik oder beim WLD zu einer Fehlfunktion im Filament kommt.

Der GC bleibt im Nicht-Bereit-Status, bis der Detektor mit der Fehlfunktion abgeschaltet ist. Beim Abschalten des FID oder FPD werden der Zünder und die Gasströme (Wasserstoff und Luft) abgedreht. Beim Abschalten des NPD werden die Spannung und die Gasströme (Wasserstoff und Luft) abgedreht. Beim Abschalten des WLD wird die Spannung am Filament und der Referenzgasfluss abgedreht.

F NPD bead slewing
B NPD bead slewing

Die Spannung der NPD-Perle wird auf einen neuen Sollwert eingestellt.

Valve not ready (Ventil ist nicht bereit)

24V pneu valve drive

Dieser Nicht-Bereit-Status weist darauf hin, dass die +24 V-Spannungsversorgung der Pneumatikventile tatsächlich weniger als +16,5 V liefert. Die Ventile lassen sich alle nicht richtig bedienen. Der GC wechselt in den Bereit-Status, sobald die volle Spannung anliegt.

Dieser Nicht-Bereit-Status kann auf ein Hardwareproblem hinweisen.

Gas sampling valve 1
Gas sampling valve 2

Der GC ist nicht bereit, weil eine Injektionszeit oder Ladezeit noch nicht verstrichen ist. Er wechselt in den Bereit-Status, sobald die eingestellte Lade- oder Injektionszeit vergangen ist.

Multiposition valve

Das Multipositionsventil kann aus einem der folgenden Gründe dazu führen, dass der GC im Nicht-Bereit-Status bleibt:

- Das Multipositionsventil befindet sich nicht in der vorgegebenen Position. Der GC ist solange nicht bereit, bis das Ventil seinen Sollwert erreicht.
- Das BCD-Kabel fehlt oder ist nicht an der Steckdose angeschlossen. Wenn das Kabel fehlt, erreicht das Ventil nie den Bereit-Status.
- Der BCD-Sollwert ist für die BCD-Ausgangspolarität falsch eingestellt. Das Ventil wird mit einer der Fehlermeldungen Illegal Position oder Not Switching automatisch abgeschaltet.
- Wenn das Ventil verstopft oder die Probe sehr viskos ist, kann die Schaltzeit für den Schaltvorgang zu kurz bemessen sein. Erhöhen Sie die Schaltzeit.

Andere Not-Ready-Meldungen

Diagnostics mode

Der GC ist nicht bereit, solange er sich im Diagnosemodus befindet. Das Gerät wechselt in den Diagnosemodus, sobald über die Taste [Options] auf eine Diagnose-Steuerungstabelle zugegriffen wird.

Verlassen Sie die Diagnose, damit der GC in den Bereit-Status wechseln kann.

External device

Ein Gerät, das an den Start/Stop-Bus angeschlossen ist, ist nicht bereit. Zum Beispiel kann der automatische Probengeber noch nicht bereit sein, die Injektion durchzuführen. Der GC wechselt in den Bereit-Status, sobald die anderen am Bus angeschlossenen Geräte bereit sind.

Host system

Der GC ist nicht bereit, wenn der Integrator, die Agilent ChemStation oder eine andere Steuereinheit nicht bereit sind, eine Analyse durchzuführen. Mit dem Verarbeitungsrechner wechselt auch der GC in den Bereit-Status.

Front inlet purging
Back inlet purging

Dies kann nur bei Split/Splitless-Injektoren auftreten. Die Meldung erscheint, wenn Sie versuchen, einen Lauf zu starten, während sich das Spülventil noch im Split-Modus befindet.

Der Einlass bleibt solange nicht bereit und fährt mit dem Spülen fort, bis Sie auf die [Prep Run]-Taste drücken. Durch Betätigen von [Prep Run] wird das Ventil geschlossen (außerdem wird der Gasspar-Modus abgeschaltet und der Druck möglicherweise für die Pulsierung erhöht).

Power on in progress

Diese Meldung erscheint, wenn:

- der Strom wieder eingeschaltet wird, nachdem es während einer Analyse oder bei aktivem Ofentemperaturprogramm zu einem Stromausfall kam,
- der Strom wieder eingeschaltet wird, nachdem ein Anwender ihn bei aktivem Ofentemperaturprogramm abgeschaltt hatte.

Der GC heizt zunächst alle anderen beheizten Zonen auf und dann den Ofen. Wenn die Ofentemperatur ihren Sollwert über die Dauer der Equilibrierzeit halten kann, wechselt der GC in den Bereit-Status.

Wenn es während einer Analyse zu einem Stromausfall kommt, heizt der GC nach dessen Beseitigung alle beheizten Zonen und den Ofen auf und führt automatisch einen Null-Lauf durch. Nach dem Null-Lauf wechselt der GC in den Bereit-Status.

Automatische Abschaltungen

Wenn es am GC zu Bedingungen kommt, die eine automatische Abschaltung verursachen, erscheint eine Popup-Meldung auf dem Display. Die Popup-Meldung besteht aus einer Nummer und einer kurzen Erklärung des Problems. Dieses Kapitel liefert Informationen über die Probleme, die eine automatische Abschaltung des GC oder eines Bestandteils des GC verursachen können.

Tabelle 25 Meldungen zu automatischen Abschaltungen (Shutdown)

Shutdown-Nr.	Popup-Meldung	Bemerkungen
1	Oven shut off	siehe Seite 266
2	Oven cryo shutdown	siehe Seite 266
3	Front inlet pressure shutdown	siehe Seite 267
4	Front inlet flow shutdown	siehe Seite 267
5	Back inlet pressure shutdown	siehe Seite 267
6	Back inlet flow shutdown	siehe Seite 267
7	Front detector fuel gas shutdown	siehe Seite 267
8	Front detector air/ref shutdown	siehe Seite 268
9	Front detector makeup shutdown	siehe Seite 268
10	Back detector fuel gas shutdown	siehe Seite 268
11	Back detector air/ref shutdown	siehe Seite 268
12	Back detector makeup shutdown	siehe Seite 268
13	Pres aux 3 shutdown	siehe Seite 268
14	Pres aux 4 shutdown	siehe Seite 268
15	Pres aux 5 shutdown	siehe Seite 268
16	Multiposition valve is not switching	siehe Seite 269
17	Can't reach setpoint of multipos valve	siehe Seite 269
18	Front inlet cryo shutdown	siehe Seite 269
19	Back inlet cryo shutdown	siehe Seite 269
20	Aux 1 cryo shutdown	siehe Seite 270
21	Aux 2 cryo shutdown	siehe Seite 270
22	Front inlet heating too slowly: temperature shut off	siehe Seite 271
23	Back inlet heating too slowly: temperature shut off	siehe Seite 271

Shutdown 1 – Oven shut off

Die Leistung, die zum Einhalten des Ofensollwertes notwendig ist, wird überschritten. Der GC wechselt nicht in den Bereit-Status. Die Ofenklappe wird halb geöffnet (falls sie richtig funktioniert). Schalten Sie den GC aus und wieder an oder verändern Sie die Ofentemperatur, um die Operation neu durchzuführen. Folgende Ursachen sind möglich:

- Die Ofenklappe funktioniert nicht richtig. Überprüfen Sie die Klappe auf der Ofenrückseite. Sie sollte offen sein, wenn der Ofen heruntergekühlt wird, oder vollständig geschlossen, um bestimmte Temperatursollwerte zu erreichen (für Temperaturen zwischen 50 und 250°C). Wenn sich die Klappe überhaupt nicht bewegt oder nur teilweise öffnet, liegt eine Fehlfunktion vor. Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.
- Achten Sie auf thermische Undichtigkeiten im Ofen (zum Beispiel eine fehlende Isolierung um den Einlass oder den Detektor oder eine Undichtigkeit an der Tür).
- Prüfen Sie, ob der Ofen überladen ist (zum Beispiel bei sehr großen gepackten Säulen).
- Die Ofenheizung oder die Heizelektronik funktioniert nicht richtig. Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Shutdown 2 – Oven cryo shutdown

Der GC-Ofen hat sich abgeschaltet. Die automatische Abschaltung der Kühlung dient der Senkung des Kühlmittelverbrauchs, wenn der GC keinen Lauf starten kann. Eine Abschaltung der Kühlung bedeutet nicht, dass das Kühlsystem einen Defekt aufweist. Hierfür kommen folgende Ursachen in Frage:

- Es kam zu cryo timeout. Dies tritt immer dann auf, wenn der GC-Ofen seinen Temperatursollwert erreicht hat und die für cryo timeout vorgegebene Zeit verstrichen ist, ohne dass ein Lauf gestartet wurde.

  Schalten Sie den Ofen aus und wieder ein oder ändern Sie den Sollwert, um zur normalen Funktionsweise zurückzukehren. Danach sollten Sie die Option cryo timeout abschalten, um eine weitere Abschaltung oder eine Verlängerung der Zeitsperre zu verhindern.
- Es kam zu einem cryo fault. Die Kryokühlung war über 16 Minuten in Betrieb, ohne dass der Temperatursollwert erreicht werden konnte.

Prüfen Sie den Füllstand der Kühlflüssigkeit und schließen Sie eine neue Versorgung an, falls die Menge für eine ordentliche Kühlung nicht mehr ausreicht. Das Kryoventil kann so verstopft sein, dass es nicht mehr schließt oder öffnet. Wenn Ihr Kühlmittelvorrat ausreicht, kann das Ventil defekt sein oder der Elektronikantrieb nicht mehr richtig funktionieren (dies ist eher unwahrscheinlich). Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Shutdown 3 – Front inlet pressure shutdown

Der vordere Einlass konnte seinen Sollwert nicht innerhalb der zugewiesenen Zeit erreichen. Diese Zeit hängt von der Art des Einlasses ab; für gespülte Gepacktsäuleneinlässe und Cool-On-Column-Einlässe beträgt sie 2 Minuten und für Split/Splitless-Einlässe 5,5 Minuten. Der GC wechselt nicht in den Bereit-Satus, bis das Problem beseitigt ist und der Einlass seinen Sollwert erreicht hat.

Shutdown 4 – Front inlet flow shutdown

Der vordere Einlass konnte seinen Flusssollwert nicht innerhalb der zugewiesenen Zeit erreichen. Im flussgesteuerten Betriebsmodus bleiben dem Einlass 2 Minuten, um den Sollwert zu erreichen, bevor er automatisch abgeschaltet wird. Der GC wechselt nicht in den Bereit-Satus, bis das Problem beseitigt ist und der Einlass seinen Flusssollwert erreicht hat.

Shutdown 5 – Back inlet pressure shutdown

Der hintere Einlass kann seinen Drucksollwert nicht erreichen oder halten. Siehe Shutdown 3

Shutdown 6 – Back inlet flow shutdown

Der hintere Einlass kann seinen Flusssollwert nicht erreichen oder halten. Siehe Shutdown 4

Shutdown 7 – Front detector fuel gas shutdown

Der vordere Detektor kann den Drucksollwert für sein Betriebsgas nicht innerhalb der zugewiesenen 2 Minuten erreichen oder halten. Der GC wechselt nicht in den Bereit-Satus, bis das Problem beseitigt ist und der Detektor seinen Sollwert erreicht hat.

Shutdown 8 – Front detector air/ref shutdown

Der vordere Detektor kann den Drucksollwert für seine Luft- oder Referenzgasversorgung nicht erreichen oder halten. Alle Detektorgase werden abgedreht und der GC ist nicht bereit. Siehe Shutdown 7

Shutdown 9 – Front detector makeup shutdown

Der vordere Detektor kann den Drucksollwert für sein Makeupgas nicht erreichen oder halten. Alle Detektorgase werden abgedreht und der GC ist nicht bereit. Siehe Shutdown 7

Shutdown 10 – Back detector fuel gas shutdown

Der hintere Detektor kann den Drucksollwert für sein Betriebsgas nicht erreichen oder halten. Alle Detektorgase werden abgedreht und der GC ist nicht bereit. Siehe Shutdown 7

Shutdown 11 – Back detector air/ref shutdown

Der hintere Detektor kann den Drucksollwert für seine Luft- oder Referenzgasversorgung nicht erreichen oder halten. Alle Detektorgase werden abgedreht und der GC ist nicht bereit. Siehe Shutdown 7

Shutdown 12 – Back detector makeup shutdown

Der hintere Detektor kann den Drucksollwert für sein Makeupgas nicht erreichen oder halten. Alle Detektorgase werden abgedreht und der GC ist nicht bereit. Siehe Shutdown 7

Shutdown 13 – Pres aux 3 shutdown

Das zusätzliche Pneumatikmodul Aux 3 kann seinen Drucksollwert nicht erreichen oder halten. Alle Detektorgase werden abgedreht und der GC ist nicht bereit. Siehe Shutdown 3

Shutdown 14 – Pres aux 4 shutdown

Modul Aux 4 kann seinen Drucksollwert nicht halten. Siehe Shutdown 3

Shutdown 15 – Pres aux 5 shutdown

Modul Aux 5 kann seinen Drucksollwert nicht halten. Siehe Shutdown 3

Shutdown 16 – Multiposition valve is not switching

Diese Abschaltung tritt auf, wenn der Schaltvorgang am Multipositionsventil zweimal nicht funktioniert. Das Ventil schaltet sich ab und zeigt an, dass es nicht bereit ist (einen Sollwert nicht erreicht hat). Heben Sie die Abschaltung auf, indem Sie einen neuen Sollwert eingeben. Folgende Ursachen sind möglich:

- Das Ventil ist nicht an den richtigen Ventiltreiber oder überhaupt nicht angeschlossen. Schließen Sie das Ventil an den richtigen Ventiltreiber an.
- Das Ventil ist verstopft.
- Die Schaltzeit ist für die Ventilgeschwindigkeit zu kurz. Das Ventil kann langsamer als üblich schalten, wenn es teilweise verstopft oder die Probe zu viskos ist. Erhöhen Sie die Schaltzeit.

Shutdown 17 – Can't reach setpoint of multipos valve

Diese Abschaltung tritt auf, wenn das Ventil zu einer falschen Position schaltet oder nicht auf die vorgegebene Position schalten kann. Das Ventil schaltet sich ab. Heben Sie die Abschaltung auf, indem Sie einen neuen Sollwert eingeben. Folgende Ursachen sind möglich:

- Die Ventilposition ist nicht korrekt. Es wurde ein Sollwert eingegeben, den das Ventil nicht einstellen kann. Dies ist zum Beispiel der Fall, wenn Position zehn für ein Ventil mit acht Schaltzuständen eingegeben wird. Geben Sie einen korrekten Sollwert für die Ventilposition ein.
- Der Sollwert für Invert BCD ist nicht korrekt. Bei den meisten Ventilen sollte die Invertierung eingeschaltet sein. Wenn der Sollwert für BCD bereits im On-Status ist und eine Abschaltung stattgefunden hat, stellen Sie ihn auf Off.

Shutdown 18 – Front inlet cryo shutdown
Shutdown 19 – Back inlet cryo shutdown

Die Kühlfunktion des Einlasses wurde abgeschaltet. Die automatische Abschaltung der Kühlung dient der Senkung des Kühlmittelverbrauchs, wenn der GC keinen Lauf starten kann. Eine Abschaltung der Kühlung bedeutet nicht, dass das Kühlsystem einen Defekt aufweist. Hierfür kommen folgende Ursachen in Frage:

- Es kam zu cryo timeout. Dies tritt immer dann auf, wenn der GC-Einlass seinen Temperatursollwert erreicht hat und die für cryo timeout vorgegebene Zeit verstrichen ist, ohne dass ein Lauf gestartet wurde.

Schalten Sie den Einlass aus und wieder ein oder ändern Sie den Sollwert, um zur normalen Funktionsweise zurückzukehren. Danach sollten Sie die Option cryo timeout abschalten, um eine weitere Abschaltung oder eine Verlängerung der Zeitsperre zu verhindern.

- Es kam zu einem cryo fault. Die Kryokühlung war über 16 Minuten in Betrieb, ohne dass der Temperatursollwert erreicht werden konnte.

  Prüfen Sie den Füllstand der Kühlflüssigkeit und schließen Sie eine neue Versorgung an, falls die Menge für eine ordentliche Kühlung nicht mehr ausreicht. Das Kryoventil kann so verstopft sein, dass es sich nicht mehr schließt oder öffnet. Wenn Ihr Kühlmittelvorrat ausreicht, kann das Ventil defekt sein oder der Elektronikantrieb nicht mehr richtig funktionieren (dies ist eher unwahrscheinlich). Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Shutdown 20 – Aux 1 cryo shutdown
Shutdown 21 – Aux 2 cryo shutdown

Die zusätzliche Temperaturzone mit Kryokühlung hat sich abgeschaltet. Die automatische Abschaltung der Kühlung dient der Senkung des Kühlmittelverbrauchs, wenn der GC keinen Lauf starten kann. Eine Abschaltung der Kühlung bedeutet nicht, dass das Kühlsystem einen Defekt aufweist. Hierfür kommen folgende Ursachen in Frage:

- Es kam zu cryo timeout. Dies tritt immer dann auf, wenn die zusätzliche Temperaturzone des GC (Aux zone) ihren Temperatursollwert erreicht hat und die für cryo timeout vorgegebene Zeit verstrichen ist, ohne dass ein Lauf gestartet wurde.

  Schalten Sie die Zone aus und wieder ein oder ändern Sie den Sollwert, um zur normalen Funktionsweise zurückzukehren. Danach sollten Sie die Option cryo timeout abschalten, um eine weitere Abschaltung oder eine Verlängerung der Zeitsperre zu verhindern.

- Es kam zu einem cryo fault. Die Kryokühlung war über 16 Minuten in Betrieb, ohne dass der Temperatursollwert erreicht werden konnte.

  Prüfen Sie den Füllstand der Kühlflüssigkeit und schließen Sie eine neue Versorgung an, falls die Menge für eine ordentliche Kühlung nicht mehr ausreicht. Das Kryoventil kann so verstopft sein, dass es sich nicht mehr schließt oder öffnet. Wenn Ihr Kühlmittelvorrat ausreicht, kann das Ventil defekt sein

oder der Elektronikantrieb nicht mehr richtig funktionieren (dies ist eher unwahrscheinlich). Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Shutdown 22 – Front inlet heating too slowly: temperature shut off

Shutdown 23 – Back inlet heating too slowly: temperature shut off

Die Heizung für den Einlass war über einen längeren Zeitraum an, aber die Einlasstemperatur hat den Sollwert nicht erreicht. Entweder arbeitet der Temperatursensor für die Zone nicht korrekt oder die Heizung der Zone ist defekt.

Warnhinweise

Tabelle 26 enthält eine Auflistung der Warnhinweise für den GC. Die meisten von ihnen erfordern ein Eingreifen durch den Agilent Kundendienst. Die Probleme, die vom Anwender selbst behoben werden können, sind mit den entsprechenden Maßnahmen angegeben.

Tabelle 26 Warnhinweise

Warncode	Statusmeldung	Popup-Meldung	Eintrag im Logbuch	Bemerkungen
100	Oven sensor missing	Oven sensor missing		
101	Invalid heater power	Invalid heater power for front detector, inlet, and aux 1		Wenn Sie einen MSD verwenden, überprüfen Sie, ob Sie die zusätzliche Temperaturzone für die Transferleitung des MSD konfiguriert haben.
102	Invalid heater power	Invalid heater power for front detector, inlet, and aux 2		
103	Sig 1 buffer full	Sig 1 buffer full	Possible data loss: Sig 1 buffer full	siehe Seite 276
104	Sig 2 buffer full	Sig 2 buffer full	Possible data loss: Sig 2 buffer full	siehe Seite 276
105	Analog out data loss	Analog out data loss	Possible data loss: Analog out data loss	Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
106	Signal data loss	Non-recoverable data loss. Data corrupt.	Possible data loss: Signal data loss	Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
107	F det config changed	Front det: config changed, method defaulted		Korrigieren Sie die Methode so, dass Sie der Hardware entspricht.
108	B det config changed	Back det: config changed, method defaulted		Korrigieren Sie die Methode so, dass Sie der Hardware entspricht.
109	F inl config changed	Front inlet: config changed, method defaulted		Korrigieren Sie die Methode so, dass Sie der Hardware entspricht.
110	B inl config changed	Back inlet: config changed, method defaulted		Korrigieren Sie die Methode so, dass Sie der Hardware entspricht.

Tabelle 26 (Fortsetzung)

Warncode	Statusmeldung	Popup-Meldung	Eintrag im Logbuch	Bemerkungen
111	Col 1 config changed	Column 1: config changed, method defaulted		Korrigieren Sie die Methode so, dass Sie der Hardware entspricht.
112	Col 2 config changed	Column 2: config changed, method defaulted		Korrigieren Sie die Methode so, dass Sie der Hardware entspricht.
113	Aux 3 method changed	Aux 3 config changed Method defaulted		Korrigieren Sie die Methode so, dass Sie der Hardware entspricht.
114	Aux 4 method changed	Aux 4 config changed Method defaulted		Korrigieren Sie die Methode so, dass Sie der Hardware entspricht.
115	Aux 5 method changed	Aux 5 config changed Method defaulted		Korrigieren Sie die Methode so, dass Sie der Hardware entspricht.
116			Log overflow	Die Logbuch-Kapazität liegt bei 50 Einträgen.
117	F inl calib deleted	F inl calib deleted		Der Einlass wechselt wieder zur Standardkalibrierung.
118	B inl calib deleted	B inl calib deleted		
119	F det calib deleted	F det calib deleted		Der Detektor wechselt wieder zur Standardkalibrierung.
120	B det calib deleted	B det calib deleted		
121	P aux calib deleted	P aux calib deleted		Das Aux-Modul wechselt wieder zur Standardkalibrierung.
122	Comm data overrun	Host communications: data overrun	Possible data loss: Comm data overrun	Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
123	Comm data error	Host communications: data error	Possible data loss: Comm data error	Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
124	Comm abnormal break	Host communications: abnormal break	Possible data loss: Comm abnormal break	Überprüfen Sie die Kabelanschlüsse.

Tabelle 26 (Fortsetzung)

Warncode	Statusmeldung	Popup-Meldung	Eintrag im Logbuch	Bemerkungen
125	Sampler data overrun	Sampler communications: data overrun	Possible data loss: Sampler data overrun	Überprüfen Sie die Einstellungen des Probengebers. Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
126	Sampler data error	Sampler communications: data error	Possible data loss: Sampler data error	Überprüfen Sie die Einstellungen des Probengebers. Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
127	Sampler abnormal com	Sampler communications: abnormal break	Possible data loss: Sampler abnormal com	Überprüfen Sie die Kabelanschlüsse.
128	F inl flow cal fail	Front inlet flow sensor auto zero calib failed.		Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
129	B inl flow cal fail	Back inlet flow sensor auto zero calib failed.		Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
130	Aux 1 cryo disabled	Aux 1 & front inlet on same cryo valve drive: aux1 disabled		Rekonfigurieren Sie den Anschluss für die Auxzone oder für die Kryokühlung?
131	Aux 2 cryo disabled	Aux 2 & back inlet on same cryo valve drive: aux2 disabled		Rekonfigurieren Sie den Anschluss für die Auxzone oder für die Kryokühlung?
132		Chgd Col 1 Init time to ###.## ; avoids Sampling End problem		Bei Verwendung des Volatiles Interface, stimmte ein Sollwert nicht mit dem End-time-Parameter überein. Überprüfen Sie Ihre Methode. Weitere Informationen entnehmen Sie bitte dem Abschnitt *„Das Volatiles Interface (Gasinterface)“*.
133		Chgd Col 2 Init time to ###.## ; avoids Sampling End problem		

Tabelle 26 (Fortsetzung)

Warncode	Statusmeldung	Popup-Meldung	Eintrag im Logbuch	Bemerkungen
138	F inj/inlet mismatch	Front injector incompatible with front inlet		
138	b inj/inlet mismatch	Back injector incompatible with front inlet		
140		Chgd FI Saver time to ###.## ; avoids Sampling End problem		Bei Verwendung des Volatiles Interface stimmte ein Sollwert nicht mit dem End-time-Parameter überein. Überprüfen Sie Ihre Methode. Weitere Informationen entnehmen Sie bitte dem Abschnitt *„Das Volatiles Interface (Gasinterface)“*.
141		Chgd BI Saver time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
142		Chgd FI Purge time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
142		Chgd BI Purge time to ###.## ; avoids Sampling End problem		

Warning 103 – Sig 1 buffer full
Warning 104 – Sig 1 buffer full

Dieser Fehler tritt normalerweise dann auf, wenn das Gerät, das die Daten sammelt (z.B. ein PC mit Agilent Cerity- oder ChemStation-Software) nicht mehr betriebsbereit ist, während der GC selbst noch Daten sammelt.

Mögliche Gründe und Abhilfemaßnahmen:

- Es gibt ein Problem mit dem PC, den Kabelanschlüssen oder dem lokalen Netzwerk, das den GC mit dem PC verbindet. Überprüfen Sie den PC, die Verkabelung und das Netzwerk.
- Der PC wurde ausgestellt, ohne die aktuelle Datenaufnahme der Agilent Cerity- oder ChemStation-Software zu schließen. Der GC sammelt und speichert die Echtzeitdaten solange, bis der Puffer überläuft und eine Warnmeldung erscheint. Nächstes Mal schließen Sie die Datenaufnahme und die aktuelle ChemStation-Sitzung ab, bevor Sie den PC ausstellen, damit der GC keine weiteren Daten mehr sammelt.
- Der PC ist im Stromsparmodus (power save). Wenn der PC in den Stromsparmodus schaltet, wird der Prozessor langsamer. Dadurch kann er Daten nicht mehr schnell genug aufnehmen, was schließlich zu dieser Warnmeldung führt. Wenn der PC zum Beispiel eine ganze Nacht im Stromsparmodus läuft, wird der GC einen Fehler anzeigen, die Agilent Cerity- oder ChemStation allerdings bleibt im Ready-Status. Schließen Sie die aktuelle ChemStation-Sitzung und starten Sie sie erneut. Stellen Sie den Stromsparmodus an Ihrem PC aus.
- Am PC trat ein Software-Problem auf, wodurch die Datenaufnahme unterbrochen wurde.
- Am GC ist ein Hardware-Probem aufgetreten. Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Fehlermeldungen

In Tabelle 27 finden Sie eine Auflistung der Fehlermeldungen für den GC. Die meisten von ihnen erfordern ein Eingreifen durch den Agilent Kundendienst. Die Probleme, die vom Anwender selbst behoben werden können, sind mit Seitenreferenzen für die entsprechenden Maßnahmen angegeben.

Tabelle 27 Fehlermeldungen

Fehler-code	Statusmeldung	Popup-Meldung	Eintrag im Logbuch	Bemerkungen
200	Pneu board FPGA	Pneumatics shutdown: faulty pneumatics board	Not ready: Pneu board FPGA	
201	Pneumatics board	Pneumatics shutdown: faulty pneumatics board	Not ready: Pneumatics board	
202	Hydrogen shutdown	Hydrogen safety shutdown	Not ready: Hydrogen shutdown	siehe Seite 283
203	Signal DSP faulty	Signal DSP faulty	Not ready: Signal DSP faulty	
204	Sig DSP ROM broken	Sig DSP ROM broke	Not ready: Sig DSP ROM broken	
205	Sig DSP RAM broken	Sig DSP RAM broken	Not ready: Sig DSP RAM broken	
206	Sig DSP registers	Sig DSP registers	Not ready: Sig DSP registers	
207	Sig DSP data corrupt	Sig DSP data corrupt	Not ready: Sig DSP data corrupt	
208	0-1 mV out # 1	Signal path test failed	Not ready: 0-1 mV out # 1	
209	0-1 mV out # 2	Signal path test failed	Not ready: 0-1 mV out # 2	
210	Analog out # 1	Signal path test failed	Not ready: Analog out # 1	

Tabelle 27 (Fortsetzung)

Fehler-code	Statusmeldung	Popup-Meldung	Run log	Bemerkungen
211	Analog out # 2	Signal path test failed	Not ready: Analog out # 2	
212	F det electrometer	Front detector electrometer out of specification	Not ready: F det electrometer	
213	B det electrometer	Back detector electrometer out of specification	Not ready: B det electrometer	
214	Front det flame out	Front detector flame out	Not ready: Front det flame out	siehe Seite 284
215	Back det flame out	Back detector flame out	Not ready: Back det flame out	siehe Seite 284
216	F TCD filament open	Front WLD filament open	Not ready: F TCD filament open	siehe Seite 284
217	B TCD filament open	Back TCD filament open	Not ready: B TCD filament open	siehe Seite 284
218	F TCD filament short	Front TCD filament shorted	Not ready: F TCD filament short	siehe Seite 285
219	B TCD filament short	Back TCD filament shorted	Not ready: B TCD filament short	siehe Seite 285
220	Heater overcurrent	Heater overcurrent. Thermal shutdown.		
221	Thermal shutdown		Not ready:	siehe Seite 285
222	Oven temp too hot	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
223	Oven temp too cool	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
224	Oven temp sensor	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
225	F det temp too hot	Front detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285

Tabelle 27 (Fortsetzung)

Fehler-code	Statusmeldung	Popup-Meldung	Run log	Bemerkungen
226	F det temp sensor	Front detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
227	B det temp too hot	Back detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
228	B det temp sensor	Back detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
229	F inl temp too hot	Front inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
230	F inl temp sensor	Front inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
231	B inl temp too hot	Back inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
232	B inl temp sensor	Back inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
233	Aux I temp too hot	Aux 1 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
234	Aux I temp sensor	Aux 1 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
235	Aux 2 temp too hot	Aux 2 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
236	Aux 2 temp sensor	Aux 2 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	siehe Seite 285
237	No line interrupt	No line interrupt thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
238	Line interrupt	Faulty line interrupt thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
239	No mux ADC response	Mux ADC thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
240	Mux ADC offset value	Mux ADC thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	

Tabelle 27 (Fortsetzung)

Fehler-code	Statusmeldung	Popup-Meldung	Run log	Bemerkungen
241	Invalid line sense	Line sense reading thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
242	Aux 3 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 3 faulty fact cal	
243	Aux 4 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 4 faulty fact cal	
244	Aux 5 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 5 faulty fact cal	
245	F det module rev	Front det module: obsolete EEPROM	Not ready: F det module rev	
246	B det module rev	Back det module: obsolete EEPROM	Not ready: B det module rev	
247	F inlet module rev	Front inlet module: obsolete EEPROM	Not ready: F inlet module rev	
248	B inlet module rev	Back inlet module: obsolete EEPROM	Not ready: B inlet module rev	
249	Aux module rev	Pres aux module: obsolete EEPROM	Not ready: Aux module rev	
250	F det wrong module	Front det: non-det module	Not ready: F det wrong module	
251	B det wrong module	Back det: non-det module	Not ready: B det wrong module	
252	F inlet wrong module	Front inlet: non-inletmodule	Not ready: F inlet wrong module	
253	B inlet wrong module	Back inlet: non-inletmodule	Not ready: B inlet wrong module	
254	Aux wrong module	Non-aux module in pneu aux position	Not ready: Aux wrong module	

Tabelle 27 (Fortsetzung)

Fehler-code	Statusmeldung	Popup-Meldung	Run log	Bemerkungen
255	F det invalid type	Front detector: invalid det module	Not ready: F det invalid type	
256	B det invalid type	Back detector: invalid det module	Not ready: B det invalid type	
257	F inlet invalid type	Front inlet: invalid inlet module	Not ready: F inlet invalid type	
258	B inlet invalid type	Back inlet: invalid inlet module	Not ready: B inlet invalid type	
259	F det type mismatch	Front detector: det board not the same as module	Not ready: F det type mismatch	Wenn Sie einen neuen Detektor installiert haben, überprüfen Sie, ob die Karten und Module an den richtigen Stellen installiert worden sind.
260	B det type mismatch	Back detector: det board not the same as module	Not ready: B det type mismatch	
262	RS232 defective	Host communications: RS232 defective	Not ready: RS232 defective	
264	Sampler RS232 defect	Sampler communications: RS232 defective	Not ready: Sampler RS232 defect	
265	F inlet invalid pid	Front inlet: invalid pids		
266	B inlet invalid pid	Back inlet: invalid pids		
267	F det invalid pid	Front detector: invalid pids		
268	B det invalid pid	Back detector: invalid pids		
269	Pneu aux invalid pid	Pneu aux module: invalid pids		
270	F inlet bad cksum	Front inlet: invalid module checksum		
271	B inlet bad cksum	Back inlet: invalid module checksum		
272	F det bad cksum	Front detector: invalid module checksum		

Tabelle 27 (Fortsetzung)

Fehler-code	Statusmeldung	Popup-Meldung	Run log	Bemerkungen
273	B det bad cksum	Back detector: invalid module checksum		
274	Pneu aux bad cksum	Pneu aux module: invalid module checksum		
275	F inlet bad fact cal	Front inlet: invalid constants from factory calibration		
276	B inlet bad fact cal	Back inlet: invalid constants from factory calibration		
277	F det bad fact cal	Front detector: invalid constants from factory calibration		
278	B det bad fact cal	Back detector: invalid constants from factory calibration		
279	P aux bad fact cal	Pneumatics aux invalid constants from factory calibration		
280	F inlet i/o failure			
281	B inlet i/o failure			
282	F det i/o failure			
283	B det i/o failure			
284	Pneu aux i/o failure			
285	F det adjust failure	Front detector offset adjustment failed	Not ready: F det adjust failure	
286	B det adjust failure	Back detector offset adjustment failed	Not ready: B det adjust failure	
290	Zones not updating	Zones not updating	Not ready: Zones not updating	
293	Zone heater driver	Zone heater driver	Not ready: Zone heater driver	

Fehler 202 – Hydrogen Safety Shutdown

Ein Einlass hat den Drucksollwert für Wasserstoff nicht innerhalb von zwei Minuten erreicht. Da Wasserstoff eine Explosion auslösen kann, ist Folgendes geschehen:

- Heizung und Lüftung des GC-Ofens wurden abgeschaltet.
- Die Ofenklappen wurden komplett geöffnet.
- Druck- und Flusssteuerungen wurden ausgestellt. Die Parameter blinken auf, wenn Sie auf dem Display angezeigt werden.
- Die Heizungen für Einlass und Detektoren wurden ausgestellt. Die Parameter blinken auf, wenn Sie auf dem Display angezeigt werden.
- Der Warnton ertönt solange, bis die [Clear]-Taste auf dem Tastenfeld gedrückt wird.
- Der Ofen kann nicht wieder angestellt werden, bis sich das Gerät wieder in Betriebsbereitschaft befindet. Schalten Sie den Netzschalter aus und ein, um den GC wieder in Betriebsbereitschaft zu versetzen.

Der GC wird solange wieder abschalten, bis der Fehler behoben ist. Um den Fehler zu finden, überprüfen Sie folgende mögliche Ursachen:

- Überprüfen Sie den Druck der Gasversorgung. Erhöhen Sie den Druck, wenn er zu niedrig ist, die geforderten Drucksollwerte zu erzeugen.
- Überprüfen Sie das gesamte System auf Undichtigkeiten. Undichtigkeiten können an der Leitung der Gasversorgung, am Einlass und an den Anschlüssen von der Säule zum Einlass auftreten. Die Vorgehensweisen zur Suche nach Lecks werden in den Abschnitten zu den einzelnen Einlässen beschrieben.
- Die Säule kann zerbrochen sein. Überprüfen Sie die Säule mit einem Lecksensor auf Undichtigkeiten und tauschen Sie sie gegebenenfalls aus bzw. entfernen Sie den zerbrochenen Abschnitt.
- An einem Ventil für die Einlasssteuerung kann eine Verschmutzung oder ein anderer Fehler vorliegen, sodass es sich nicht mehr öffnet oder schließt. Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Fehler 214 – Front Detektor flame out
Fehler 215 – Back Detektor flame out

Diese Meldung erscheint, wenn der FID oder FPD nicht zündet oder die Flamme während einer Analyse erlischt. Der Detektor versucht zweimal, die Flamme zu entzünden; wenn dies nicht gelingt, werden der Wasserstoff, die Luft und der Zünder abgeschaltet und eine Fehlermeldung ausgegeben. Der Detektor bleibt im Nicht-Bereit-Status.

- Stellen Sie sicher, dass Wasserstoff und Luft aufgedreht sind und dass die Flussraten so eingestellt sind, dass die Flamme enzündet werden kann.
- Suchen Sie mit einem elektronischen Lecksensor nach Undichtigkeiten an den Detektoranschlüssen und beheben Sie sie gegebenenfalls.
- Schlagen Sie in den Informationen zu Ihrem Detektor unter „Der Flammenionisations-Detektor“, „Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)“ nach, ob Sie die richtige Düse für Ihre Säule verwenden.
- Setzen Sie Lit Offset auf 0,5 für den FID oder 0,2 für den FPD (Standardwert).
- Wenn Sie das Problem nicht beheben können, wenden Sie sich bitte an Ihren Agilent Kundendienst.

Fehler 216 – Front TCD filament open
Fehler 217 – Back TCD filament open

Die Brückenspannung für das WLD-Filament zeigt an, dass der Widerstand des Filaments zu hoch ist (oder „ungeschlossen“ im elektrischen Sinn). Der Widerstand kann zu hoch sein, weil das Filament defekt oder zu alt ist oder weil die TCD-Kabel nicht an die Detektorplatine angeschlossen sind oder weil der Sensor für die Zellentemperatur auf Grund liegt (Δ).

Der Detektor wechselt nicht in den Bereit-Status, bis das Problem beseitigt ist.

- Überprüfen Sie, ob die Detektorkabel an die Detektorplatine angeschlossen sind.
- Überprüfen Sie den Zellentemperatursensor (ΔPRT).
- Die TCD-Zelle muss ersetzt werden. Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Fehler 218 – F TCD filament shorted
Fehler 219 – B TCD filament shorted

Die Brückenspannung für das WLD-Filament zeigt an, dass der Widerstand des Filaments zu niedrig ist, was auf einen Kurzschluss hinweist. Die Ursache dafür könnte ein altes oder durchhängendes Filament sein oder aber die TCD-Kabel sind nicht richtig an die Detektorplatine angeschlossen bzw. sie berühren sich gegenseitig.

Der Detektor wechselt nicht in den Bereit-Status, bis das Problem beseitigt ist.

- Überprüfen Sie, ob die Kabel von der Detektorzelle richtig an die Detektorplatine angeschlossen sind.
- Die TCD-Zelle muss ersetzt werden. Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Fehler 221 to 236 – Thermal shutdown

Dieser Fehler bewirkt, dass der GC vollständig abgeschaltet wird. Ein thermischer Fehler wird dann detektiert, wenn der Ofen oder eine andere beheizte Zone sich nicht innerhalb der erlaubten Temperaturlimits (entweder um 25°C unter der Minimaltemperatur oder über der Maximaltemperatur) befinden. Für diesen Fehler kommen verschiedene Ursachen in Frage:

- ein Problem mit der elektrischen Versorgung des Gerätes
- eine Fehlfunktion der Steuerelektronik für die beheizte Zone
- ein kurzgeschlossener Temperatursensor
- ein kurzgeschlossener Heizer

Bei einer automatischen Abschaltung werden der Ofen und die beheizten Zonen nicht mehr mit Strom versorgt. Der GC ist nicht bereit.

Eine thermische Abschaltung kann an folgenden Bestandteilen auftreten: am Ofen, an den Einlässen, an den Detektoren und an den zusätzlichen beheizten Zonen. Außerdem kann ein Problem an der Elektronik der PC-Hauptplatine zu einer thermischen Abschaltung führen.

- Wenn Sie irgendeine Meldung zu einer thermischen Abschaltung auf dem Display sehen, sollten Sie den GC ab- und wieder einschalten. Wenn der Fehler aufgrund einer mangelnden Stromversorgung aufgetreten ist, wird die Meldung nicht wiederkehren und der GC wechselt in den Bereit-Status. Wenn

die Fehlermeldung wiederkehrt, müssen die Hauptplatine bzw. eines oder mehrere der Heizer/Sensor-Einheiten ausgetauscht werden. Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

13 Grundlagen zu Einlasssystemen

Arten von Einlasssystemen

Die Verwendung von Wasserstoff

Anleitung: Druckeinheiten: Einstellung von psi, kPa, bar

Parametertabelle für Einlass und Säule

Die Parametertabelle der Säule

Die Parametertabelle der Säule – für spezifizierte Kapillarsäulen

Die Parametertabelle der Säule – für gepackte und nicht spezifizierte Kapillarsäulen

Was ist der Gasspar-Modus?

Anleitung: Verwendung des Gasspar-Modus

Pre Run and Prep Run

Die [Prep Run]-Taste

Anleitung: Automatischer Prep Run

Septumspülung

Grundlagen zu Einlasssystemen

Arten von Einlasssystemen

Für den 6890 GC sind fünf Arten von Einlasssystemen erhältlich. Alle fünf gibt es in einer Ausführung für die elektronische Pneumatiksteuerung (EPC) und zwei werden ohne diese Funktion angeboten.

Tabelle 28 Arten von Einlasssystemen

Einlasssystem	Steuerung der Gasversorgung
Split/Splitless	mit und ohne EPC
Mit Septumspülung für gepackte Säulen	mit und ohne EPC
Cool on-column	nur EPC
Temperaturprogrammierte Verdampfung	nur EPC
Volatiles Interface	nur EPC

Die Verwendung von Wasserstoff

WARNUNG Denken Sie daran, dass bei der Verwendung von Wasserstoff (H_2) als Trägergas dieses in den Säulenofen strömen kann und somit die Gefahr einer Explosion besteht. Vergewissern Sie sich deshalb, dass die Gasversorgung abgeschaltet ist, bis sämtliche Verschraubungen angebracht sind, und achten Sie darauf, dass die Verschraubungen am Einlass und am Detektor angebracht oder mit einem Stopfen verschlossen sind, wenn die Wasserstoffversorgung geöffnet wird.

WARNUNG Wasserstoff (H_2) ist leicht entzündlich. Lecks, durch die das Gas in einen umschlossenen Raum strömt, bergen die Gefahr der Entzündung oder Explosion. Bei allen Applikationen, bei denen Wasserstoff (H_2) verwendet wird, sind alle Anschlüsse, Gasleitungen und Ventile auf Leckagen zu überprüfen, bevor das Gerät in Betrieb genommen wird. Schalten Sie stets die Wasserstoffversorgung ab, bevor Sie am Gerät Wartungsarbeiten durchführen.

Tabelle 29 Überblick über die Einlasssysteme

Einlass	Säule	Modus	Probe Konzentration	Beschreibung	Probe Säule
Split/Splitless	Kapillar-	Split Pulsed split Splitless Pulsed splitless	groß groß gering gering	 hohe Konzentrationen hohe Konzentrationen	sehr gering sehr gering beliebig beliebig
Cool on-column	Kapillar-	- -	gering oder empfindlich	Minimale Diskriminierung und Probenzerfall	beliebig
Einlassblock für gepackte Säulen	Gepacktsäulen-düse Megabore-Kapillare	- - - -	beliebig beliebig	 ausreichend bei unkritischer Auflösung	beliebig beliebig
Temperatur program-mierte Verdampfung	Kapillar-	Split Pulsed split Splitless Pulsed splitless Lösungsmittel entfernen	groß groß gering gering gering	 wiederholte Injektionen konzentrieren den Analyten und entfernen das Lösungsmittel	sehr gering sehr gering beliebig beliebig fast alle
Volatiles Interface	Kapillar-	Direkt Split Splitless	gering groß gering	geringstes Totvolumen Maximalfluss = 100 ml/Min.	beliebig sehr gering beliebig

Tabelle 30 Säulenabmessungen und Trägergasfluss

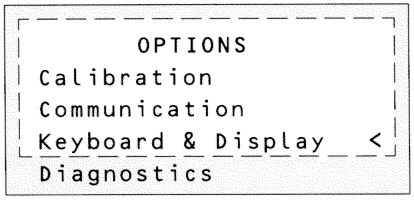
Säulentyp	Abmessung	Trägergasfluss	
		Wasserstoff	Helium
Gepackt-säulendüse	1/8"		30
	1/4"		60
Kapillar-	50 µm id	0.5	0.4
	100 µm id	1.0	0.8
	200 µm id	2.0	1.6
	250 µm id	2.5	2.0
	320 µm id	3.2	2.6
	530 µm id	5.3	4.2

Diese Flussraten in ml/Min. gelten bei einer Temperatur von 25°C und einem Druck von 1 atm und werden für alle Säulentemperaturen empfohlen.
Bei Kapillarsäulen sind die Durchflussraten zum Durchmesser der Säule proportional. Diese sind bei Helium 20% geringer als bei Wasserstoff.

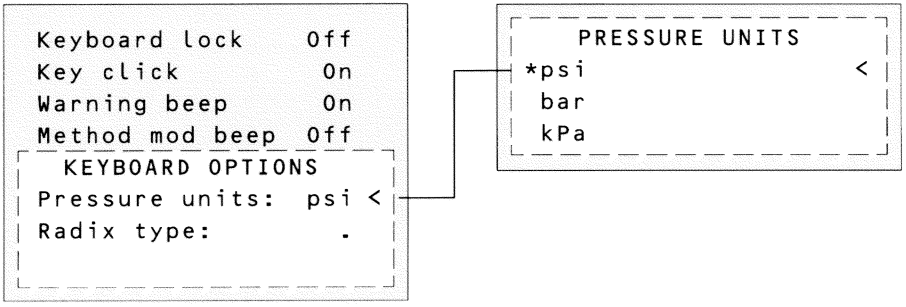
Anleitung: Druckeinheiten: Einstellung von psi, kPa, bar

Die Betriebsdrücke können wahlweise in psi, bar, oder kPa angezeigt werden. Um die momentan verwendete Druckeinheit abzufragen, ist die Taste [Info] zu drücken, wenn der Cursor sich in der Tabelle in der Zeile Pressure befindet. Veränderung der Druckeinheit:

1. Drücken Sie [Options].
2. Gehen Sie zu keyboard & Display, drücken Sie [Enter].



3. Gehen Sie zu Pressure units, drücken Sie [Mode/Type].



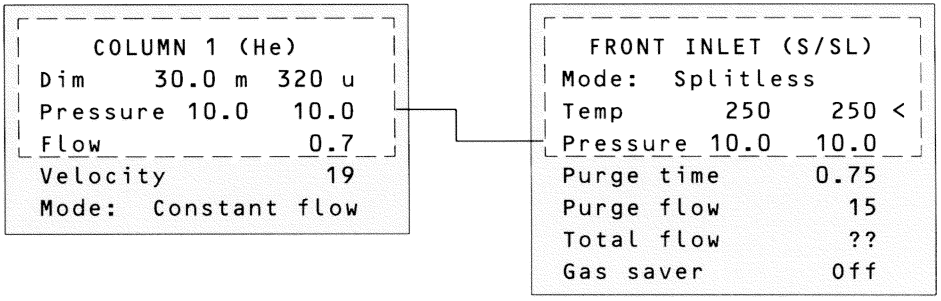
4. Drücken Sie [Enter].

Tabelle 31 Umrechnung der Druckeinheiten

Umrechnung von	um den	Multiplikator
psi	bar	0.0689476
	kPa	6.89476
bar	psi	14.5038
	kPa	100
kPa	psi	0.145038
	bar	0.01

Parametertabelle für Einlass und Säule

Die Tabellen für Einlass und Säule hängen voneinander ab. Wenn Sie den Druck in der Parametertabelle der Säule einstellen, so gilt diese Einstellung auch für die Parametertabelle des Einlasssystems und umgekehrt. Obwohl das Pneumatiksystem sowohl über die Säule oder den Einlass eingestellt werden kann, empfiehlt es sich zunächst die Säulenparameter einzustellen.



Beachten Sie, dass die Druckanzeigen – sowohl der Sollwert als auch der aktuelle Wert – der Parametertabellen für Einlass und Säule gleich sind.

Die Parametertabelle der Säule

Die Parametertabelle ändert sich je nach Säulenkonfiguration. Die nächsten Seiten beschreiben die Parametertabellen zweier Säulenarten, der Kapillarsäule und der gepackten Säule.

Die Parametertabelle der Säule – für spezifizierte Kapillarsäulen

Wenn Ihre Säule spezifiziert ist, dann wird Ihre Steuertabelle der in Abbildung 38 ähnlich sein.

Titelzeile – Diese Überschrift bezeichnet die Säule – Säule 1 oder Säule 2 – und die Art des angeschlossenen Trägergases (in Klammern).

Dim – Diese Zeile zeigt die gewählten Säulenabmessungen. Die Säulenlänge ist in Metern(m) und der Innendurchmesser der Säule in Mikrometern (µ) angegeben.

Der Druck, der Durchfluss und die Strömungsgeschwindigkeit hängen voneinander ab. Ist die Säule genau spezifiziert, so führt die Eingabe eines Wertes zur Berechnung und Anzeige der beiden anderen Werte.

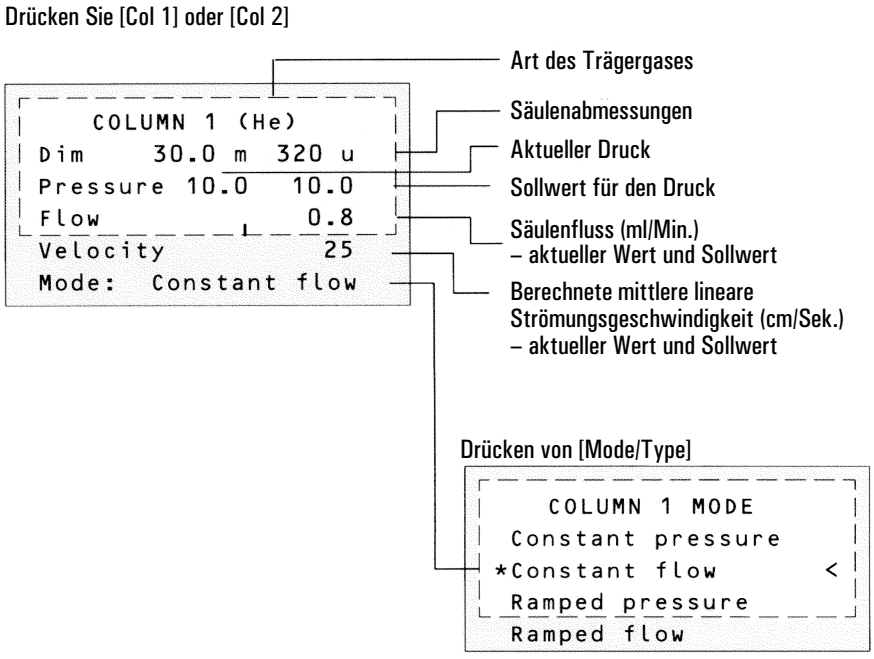
Pressure – Der Sollwert für den Druck steht ganz rechts. Die Zahl links zeigt den aktuellen Druck. Wenn Sie einen Druckwert eingeben, werden die Werte für den Fluss und die mittlere lineare Strömungsgeschwindigkeit berechnet und angezeigt.

Flow – Wenn Sie einen Durchfluss (in ml/Min.) eingeben, so werden Druck und Strömungsgeschwindigkeit berechnet und eingestellt.

Velocity – Wenn Sie eine mittlere lineare Strömungsgeschwindigkeit (in cm/Sek.) eingeben, so werden Druck und Durchfluss berechnet.

Mode: – Es gibt vier verschiedene Betriebsarten für die Säule: Konstantfluss (constant flow), Konstantdruck (constant pressure), Flussprogramm (ramped flow) und Druckprogramm (ramped pressure). Um die Betriebsart zu verändern, bewegen Sie den Cursor auf Mode und drücken Sie [Mode/Type].

Im Kapitel „Fluss- und Drucksteuerung“ werden die Druck- und Flussprogrammierungen erklärt.



Modus: Ihre Parametertabelle hat je nach Modus einen der folgenden Einträge:

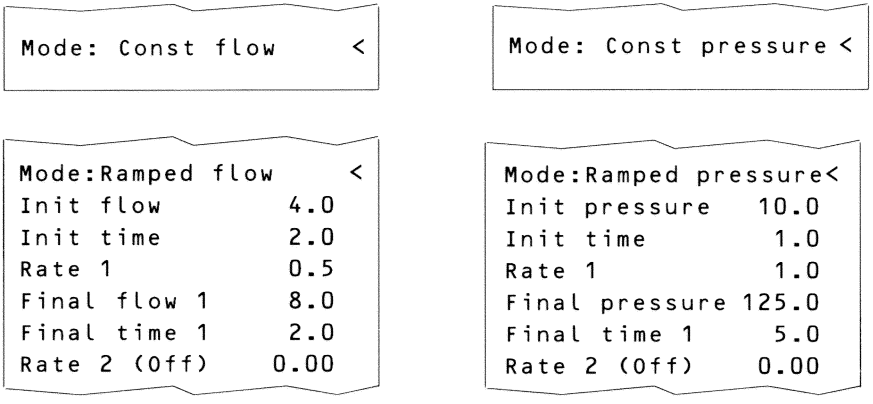


Abbildung 38 Parametertabelle der Säule – für spezifizierte Kapillarsäulen

Die Parametertabelle der Säule – für gepackte und nicht spezifizierte Kapillarsäulen

Wenn Sie Ihre Säule nicht spezifiziert haben oder wenn die Auswahl Ihres Einlasses Unspecified ist, dann wird die Steuertabelle Ihrer Säule ähnlich wie in Abbildung 39 aussehen.

Titelzeile – Diese Überschrift bezeichnet die Säule – Säule 1 oder Säule 2 – und die Art des angeschlossenen Trägergases (in Klammern).

Dimensions unknown – Diese Zeile bezeichnet, dass die Säule nicht spezifiziert wurde.

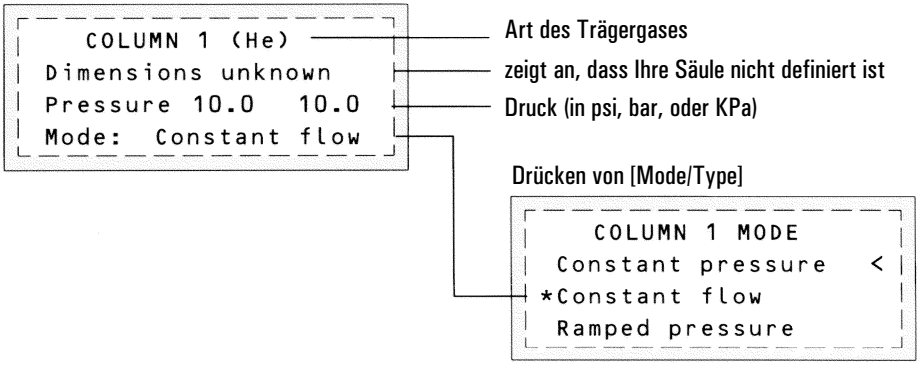
Pressure – Der *split/splitless* Einlass und der *cool on-column*-Einlass sind druckgesteuert. Da die Säule unbekannter Art ist, können sowohl der Durchfluss als auch die mittlere Strömungsgeschwindigkeit nicht berechnet werden.

Der Einlass der gepackten Säule mit Septumspülung (*purged packed*) ist flussgeregelt. Der aktuelle Druck wird angezeigt, kann aber vom Bediener nicht verändert werden.

Mode – Bei der Wahl eines split/splitless- oder cool on-column-Einlasssystems haben Sie die Auswahl zwischen drei Betriebsarten – Konstantdruck (constant pressure), Konstantfluss (constant flow), und Flussprogramm (ramped flow). Bei der Verwendung einer gepackten Säule haben Sie nur zwei Betriebsarten zur Auswahl – den Konstantfluss (constant flow) und das Flussprogramm (ramped flow).

Im Kapitel „Fluss- und Drucksteuerung“ werden die Druck- und Flussprogrammierungen erklärt.

Split/splitless- oder cool on-column-Einlasssysteme



Gepackte Säule mit Septumspülung

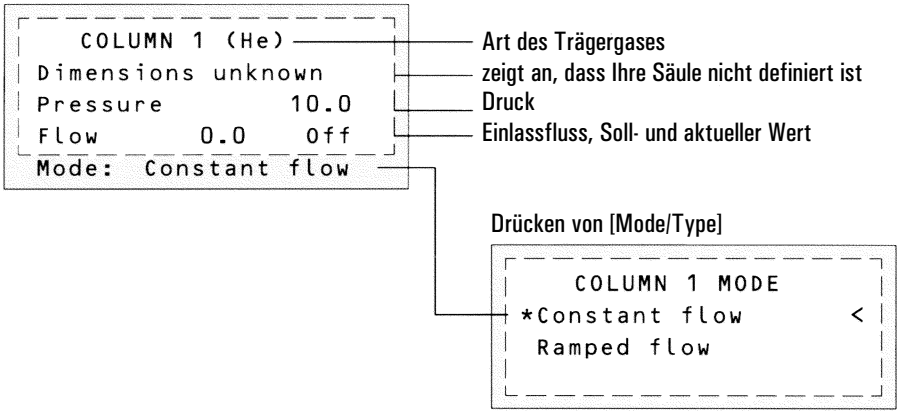


Abbildung 39 Die Parametertabelle der Säule – Gepackte oder nicht spezifizierte Säulen

Was ist der Gasspar-Modus?

Der Gasspar-Modus verringert den Trägergasfluss am Splitausgang, nachdem die Probe auf die Säule aufgetragen wurde. Der Säulenvordruck und der Säulendurchfluss bleiben unverändert, während sich der Fluss der Septumspülung und im Split vermindern. Die veränderten Flüsse – bis auf den Säulendurchfluss – bleiben auf reduziertem Niveau, bis Sie die Taste [Prep Run] betätigen.

Der Gasspar-Modus kann in allen Betriebsweisen des Split/Splitless- und PTV-Einlasssystems und im Split- und Splitless-Betrieb des Volatiles Interface verwendet werden.

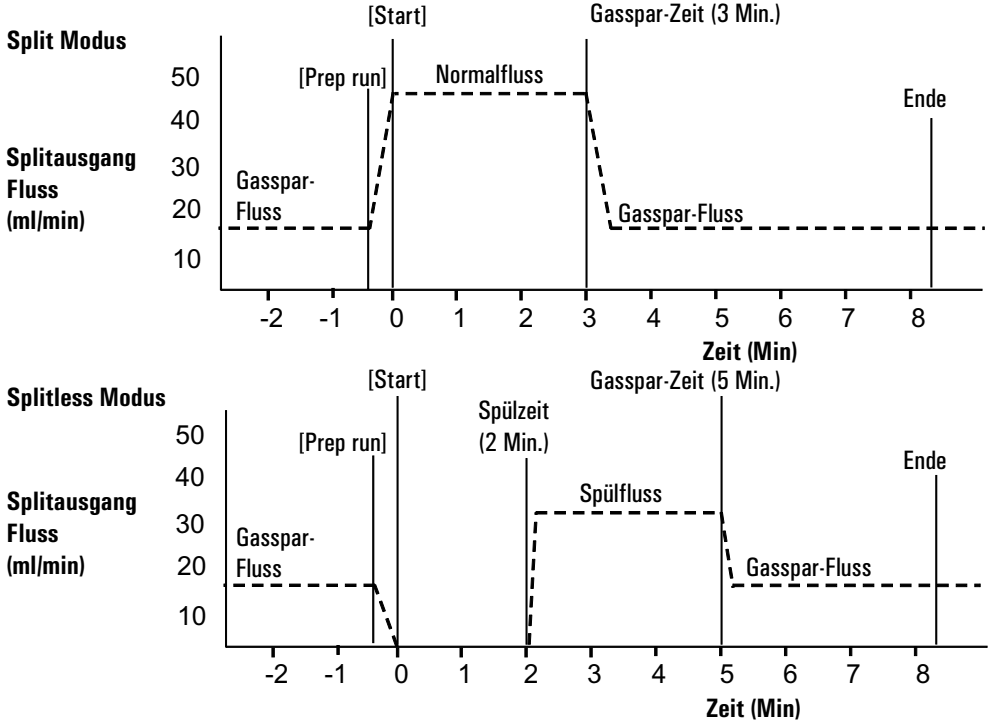


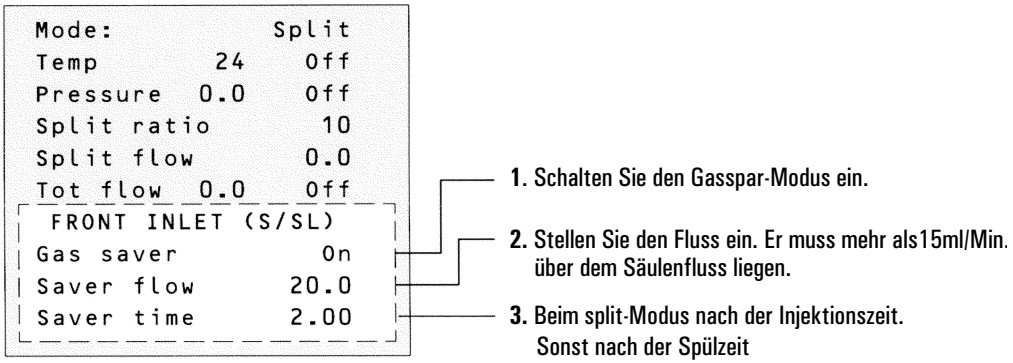
Abbildung 40 Gasspar-Modus

Der druckprogrammierte Betrieb des split/splitless- und der des PTV- Einlasssystems sind gleich bis auf den Druckanstieg bei [Prep Run] und das Druckende

bei Pulse time. Der Modus zum Lösungsmittelentfernen (solvent vent mode) des PTV-Einlasssystems ist wesentlich komplizierter; siehe „Verwendung des Lösungsmittelentfernungsmodus (Solvent Vent Mode)“.

Anleitung: Verwendung des Gasspar-Modus

Drücken Sie die Taste [Front Inlet] oder [Back Inlet].



Pre Run und Prep Run

Bei einigen Einlasssystemen und Betriebsarten sind bestimmte Geräteeinstellungen zwischen den Analyseläufen anders als während der Analyse. Um die Einstellungen bei der Injektion in den Grundzustand zurückzuführen müssen Sie den GC in den Pre Run-Status bringen.

Sie müssen den Pre Run-Status verwenden bei:

- Verwendung des Gasspar-Modus bei jedem Einlasssystem
- Verwendung des splitless-Modus bei jedem Einlasssystem
- Verwendung des druckprogrammierten Modus bei jedem Einlasssystem
- Verwendung des Modus zum Lösungsmittelentfernen mit dem PTV-Einlass
- Verwendung des direkt- oder splitless-Modus mit dem Volatiles Interface

Es gibt zwei Möglichkeiten, in den Pre Run-Betrieb zu schalten – manuell durch Drücken der [Prep Run]-Taste vor jedem Lauf oder durch Konfiguration des GC- um den Pre Run-Zustand automatisch einzustellen. Diese beiden Methoden werden nachfolgend beschrieben.

Während des Pre Run-Zustands:

- Die Pre Run-Anzeige blinkt und die Not Ready-Anzeige leuchtet.
- Die Einstellungen werden auf die richtigen Werte zur Injektion verändert.
- Einlasssystem, Detektor und Säulenofen werden equilibriert.

Wenn alle Equilibrierzeiten beendet sind, leuchtet die Pre Run-Anzeige ständig. Sind alle Kriterien für einen Lauf erfüllt, so geht die Not Ready-Lampe aus. Der GC ist nun fertig – die Probe kann injiziert werden.

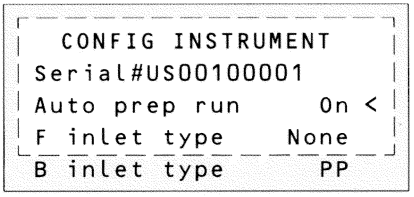
Die [Prep Run]-Taste

Drücken Sie die [Prep Run]-Taste bevor Sie manuell eine Probe injizieren. Der GC geht in den Pre Run-Zustand. Leuchtet die Pre Run-Anzeige ständig und die Not Ready-Anzeige geht aus, beginnen Sie mit der Analyse.

Anleitung: Automatischer Prep Run

Für die meisten automatischen Injektionssysteme ist der Einsatz der [Prep Run]-Taste nicht notwendig. Sollte Ihr Probengeber oder die automatische Steuereinheit (z.B. der Integrator oder der Computer) die [Prep Run]-Funktion nicht unterstützen, so müssen Sie den GC auf Auto Prep Run stellen. Dies geschieht folgendermaßen:

1. Drücken Sie die [Config]-Taste, um eine Liste einstellbarer Parameter zu erhalten.
2. Gehen Sie mit dem Cursor auf den Parameter Instrument und drücken Sie [Enter].
3. Gehen Sie mit dem Cursor auf Auto prep run und drücken Sie [On].



Septumspülung

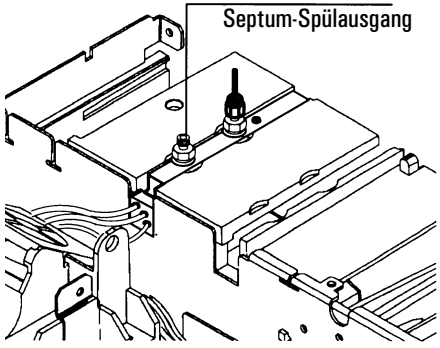
Der Septum-Spülanschluss befindet sich in der Nähe des Septums wo, die Probe injiziert wird. Eine geringe Menge Trägergas strömt dort hinaus, um mögliches Septumbluten herauszuspülen.

Jeder Einlass hat einen anderen Septum-Spülfluss. Für EPC-Einlasssysteme stellt der GC automatisch den Spülfluss ein. Sie können diesen Fluss aber bei Bedarf am Spülausgang messen.

Tabelle 32 Septum-Spülfluss

Einlass	Träger	Septum Spülfluss (mL/Min)
Split/splitless, alle Modi	He, N_2, Ar/5%Me	3
	H_2	6
Purged Packed	beliebig	1 bis 3
Cool on-column	He, N_2, Ar/5%Me	15
	H_2	30
PTV	He, N_2, Ar/5%Me	3
	H_2	6
Volatile Interface	He, N2, Ar/5%Me	3
	H_2	6

Split/Splitless
PTV-Einlass
Volatiles Interface



Gepackte Säule mit Septumspülung
Cool on-column-Einlass

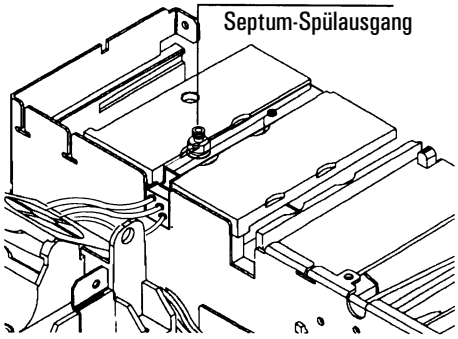


Abbildung 41 Septum-Spülausgänge

14 Der Split/Splitless-Einlass

Die Verwendung des Split/ Splitless-Einlasssystems

Standard- und Hochdruckausführungen
Befestigung des Septums

Liner
Anleitung: Austausch des Liners

Säulen und Filter

Die Gasführung im Split-Modus

Die Parametertabelle – Split-Modus
Anleitung: Verwendung des Split-Modus mit definierter Säule
Anleitung: Verwendung des Split-Modus bei nicht definierter Säule

Gasführung im Splitless-Modus

Die Parametertabelle – Splitless-Modus

Betriebsparameter
Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus mit definierter Säule
Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus mit nicht definierter Säule

Split-Druckstoß- und Splitless-Druckstoß-Modus

Die Parametertabelle – Split-Druckstoß-Modus
Anleitung: Verwendung des Split-Druckstoß-Modus

Die Parametertabelle – Splitless-Druckstoß-Modus
Anleitung: Verwendung des Splitless-Druckstoß-Modus

Wartung eines Split/Splitless-Einlasssystems

Austausch des Septums
Anleitung: Austausch des Septums

Austausch des O-Ringes
Anleitung: Austausch des O-Rings

Austausch der Basisdichtung im Einlasssystem
Anleitung: Austausch der Basisdichtung
Ersetzen der Filterkartusche für den Splitausgangsfilter
Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung
Anleitung: Lecktest an einem EPC-Split/Splitless-Einlasssystem
Anleitung: Lecktest an einem Nicht-EPC-Split/Splitless-Einlasssystem
Anleitung: Beseitigung von Lecks
Anleitung: Reinigung des Einlasssystems

Der Split/Splitless-Einlass

Die Verwendung des Split/Splitless-Einlasssystems

Dieser Einlass wird für Split-, Splitless-, Splitless-Druckstoß- oder Split-Druckstoß-Injektionen eingesetzt. Der Betriebsmodus wird in der Parametertabelle Inlet ausgewählt. Der *Split-Modus* wird im Allgemeinen für die Analyse von Hauptkomponenten verwendet, während der *Splitless-Modus* in der Spurenanalytik eingesetzt wird. Die *Splitless-Druckstoß-* und *Split-Druckstoß-Injektionen* werden so wie die Split- oder Splitless-Injektionen verwendet, erlauben aber größere Probenkonzentrationen.

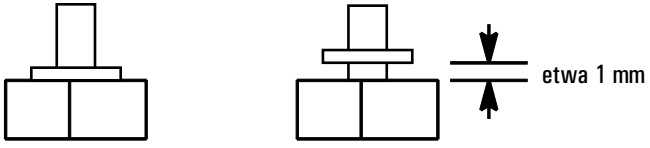
Standard- und Hochdruckausführungen

Das Standard Split/Splitless-Einlasssystem ist für Drücke bis zu 8,6 Bar (120 psi) am Gasanschluss ausgelegt. Es ist für die meisten Säulen geeignet. Der Hochdruckeinlass ist bis zu 170 psi zugelassen. Er ist für Kapillarsäulen mit sehr geringem Durchmesser mit einem hohen Widerstand gut geeignet.

Um festzustellen, welche der Versionen Sie besitzen, drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet], gehen dann mit dem Cursor auf Pressure und drücken auf die [Info]-Taste. In der Anzeige erscheint der Druckbereich des Einlasssystems – entweder 1 bis 100 psi (bei der Standardversion) oder 1 bis 150 psi (bei der Hochdruckversion).

Befestigung des Septums

Bei der Standard-Septumverschraubung (Septum Retainer Nut) bewirkt eine interne Feder, in der Verschraubung einen Druck auf das Septum. Bei einem Druck im Einlass bis zu 100 psi ziehen Sie die Halteschraube so weit an, bis der C-förmige Ring etwa 1 mm über dem Injektor steht. Dies ist für die meisten Applikationen geeignet.



Bei höheren Einlassdrücken ziehen Sie die Septum-Halteschraube so weit an, bis der C-förmige Ring Widerstand bietet. Dies zeigt an, dass die Halteschraube fest mit dem Septum verbunden ist. Dann ziehen Sie nochmals eine volle Umdrehung an.

Wenn Sie ein Merlin Microseal™ Septum verwenden, dann ziehen Sie das Septum mit der Hand so weit an, bis es festsitzt (nicht lose). Die Druckkapazität hängt vom verwendeten Septum ab.

Liner

Wählen Sie die Liner entsprechend der Art der Probenaufgabe, die Sie durchführen wollen – Split oder Splitless –, aus. Es gibt viele Liner und Sie können diese aus dem Agilent Verbrauchsmaterial- und Zubehörkatalog bestellen.

Anleitung: Austausch des Liners

Teileliste:

- Liner, Art. Nr. 5183-4647 (Split) oder 5062-3587 (Splitless)
- Pinzette
- Septumschlüssel (Art. Nr. 19251-00100)
- Viton O-Ring (Art. Nr. 5180-4182)

1. Drücken Sie [Oven] und stellen Sie den Ofen auf 35°C. Schalten Sie den Ofen aus, sobald diese Temperatur erreicht ist. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und schalten Sie Heizung und Druck des Einlasses ab.

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Die Verschraubungen des Einlasssystems können sehr heiß sein und Verbrennungen verursachen.

2. Entfernen Sie die Halteschraube für den Injektoreinsatz. Verwenden Sie bei Bedarf einen Septumschlüssel.
3. Ziehen Sie einen vorhandenen Liner mit einer Pinzette oder einem ähnlichen Werkzeug heraus. Achten Sie darauf, den Liner nicht zu beschädigen.

4. Halten Sie den neuen Liner mit einer Pinzette und überprüfen Sie ihn. Vergewissern Sie sich, dass es sich um das geeignete Modell für Ihre Injektionsart – Split oder Splitless – handelt.
5. Stecken Sie einen Viton O-Ring auf den Liner, etwa 2 bis 3 mm vom oberen Ende.
6. Schieben Sie den Liner gerade in den Einlass ein.

VORSICHT Bringen Sie keinen O-Ring oder irgendeine andere Dichtung in das Innere des Einlasses oder am Linerende an. Dies könnte den Einlass beschädigen und den Liner zerbrechen.

7. Bringen Sie die Halteschraube des Injektors wieder an und ziehen Sie diese mit der Hand an. Nicht überdrehen.

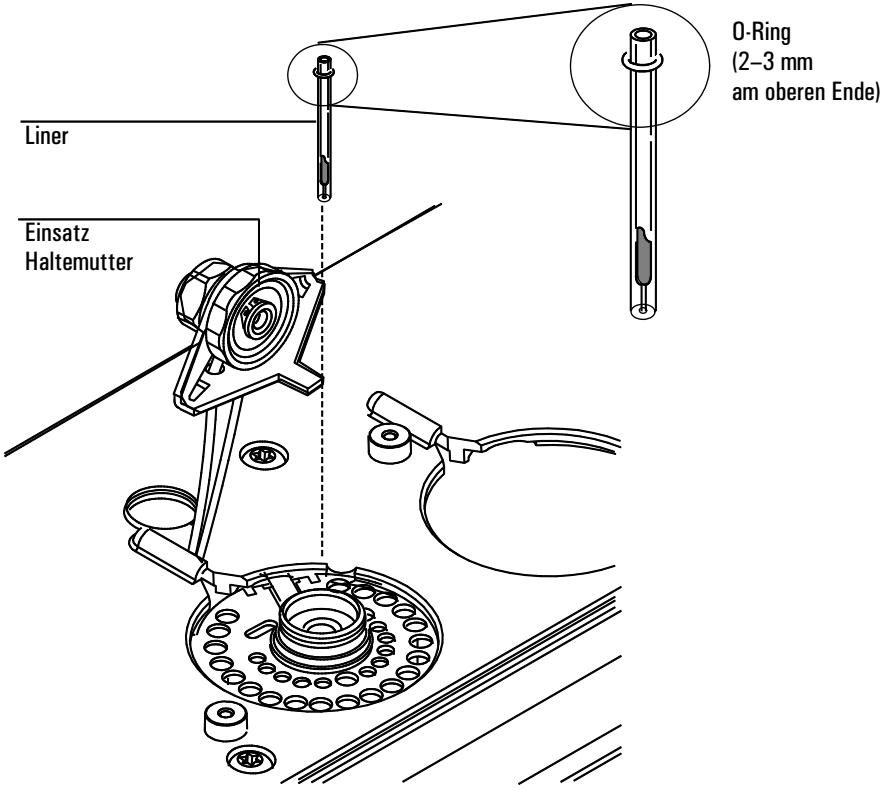


Abbildung 42 Einbau eines Liners

Die Gasführung im Split-Modus

Bei einer Split-Probenaufgabe wird eine flüssige Probe in ein heißes Einlasssystem eingebracht, in dem sie sehr schnell verdampft. Ein kleiner Teil der gasförmigen Probe gelangt auf die Säule, während der größere Teil aus dem Split/Spülausgang entweicht. Das Verhältnis vom Säulenfluss zum Splitfluss kann vom Anwender eingestellt werden. Split-Injektionen werden hauptsächlich für hochkonzentrierte Proben verwendet, bei denen es keine Rolle spielt, dass der Großteil der Probe am Split/Spülausgang verloren geht. Diese Technik wird auch bei Proben angewandt, die nicht verdünnt werden können.

Abbildung 43 zeigt die Gasführung des Einlasssystems im Split-Modus.

.

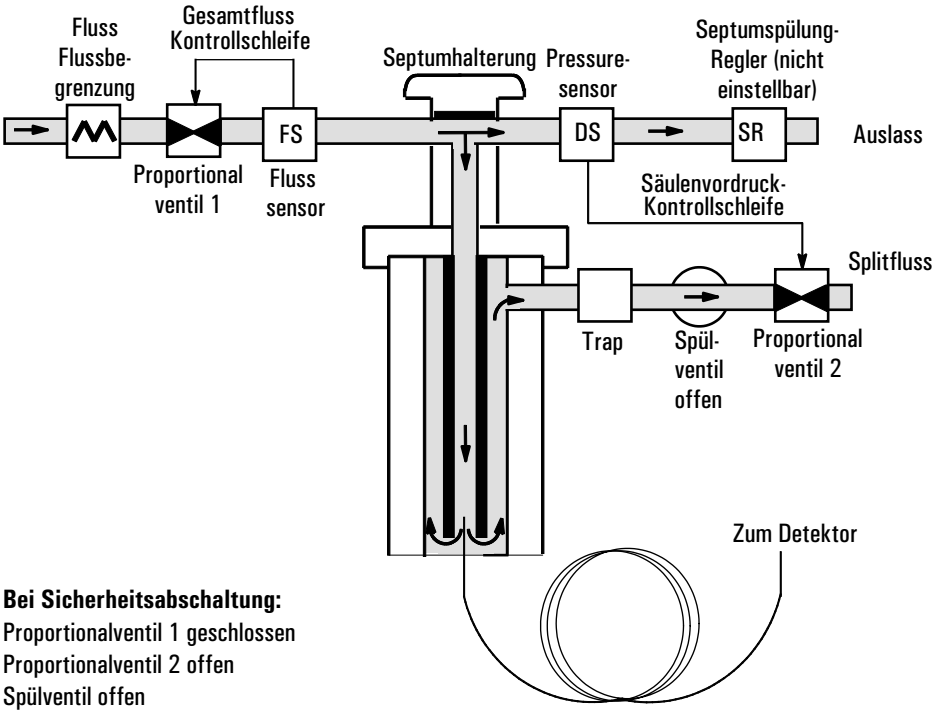


Abbildung 43 Pneumatik des Split-Flusses

Die Parametertabelle – Split-Modus

Mode – Aktueller Betriebsmodus – Split

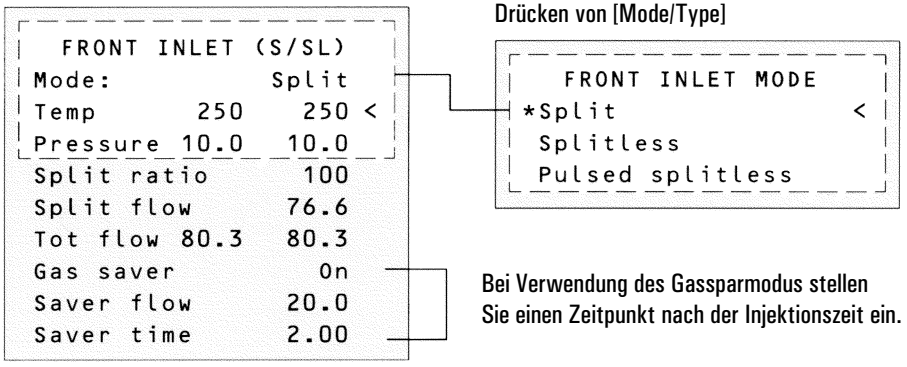
Temp – Aktuelle und eingestellte Temperaturwerte des Einlasssystems

Pressure – Aktueller und eingestellter Druck des Einlasssystems

Splitverhältnis – Das Verhältnis der Flüsse zum Split und zur Säule. Der Säulendurchfluss wird in den Parametertabellen zur Säule 1 oder Säule 2 eingestellt. Diese Zeile erscheint nicht, wenn Ihre Säule nicht spezifiziert wurde.

Split flow – Dies ist der Fluss in ml/Min aus dem Split/Spülausgang. Diese Zeile erscheint nicht, wenn Ihre Säule nicht spezifiziert wurde.

Total flow – Dies ist der Gesamtfluss zum Einlasssystem. Er stellt die Summe aus Splitfluss, Säulenfluss und Septumspülfluss dar. Bei Veränderung des Gesamtflusses werden sowohl das Splitverhältnis als auch der Splitfluss geändert, während der Säulenfluss und der Druck unverändert bleiben.



Anleitung: Verwendung des Split-Modus mit definierter Säule

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe Fluss- und Drucksteuerung).

2. Drücken Sie die Taste [Front Inlet] oder [Back Inlet].
   c. Gehen Sie mit dem Cursor auf Mode: und drücken Sie die Taste [Mode/Type]. Wählen Sie Split.

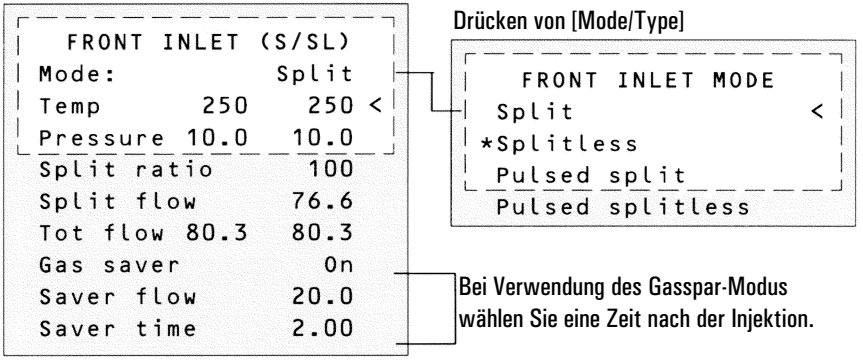
Splitverhältnis = Splitfluss / Säulenfluss

d. Stellen Sie die Temperatur für das Einlasssystem ein.

e. Wenn Sie ein bestimmtes Splitverhältnis einstellen möchten, so gehen Sie mit dem Cursor auf Split Ratio und geben Sie eine Zahl ein. Der Splitfluss wird für Sie berechnet.

f. Wenn Sie einen bestimmten Splitfluss einstellen möchten, so gehen Sie mit dem Cursor auf Split Flow und geben Sie eine Zahl ein. Das Splitverhältnis wird für Sie berechnet.

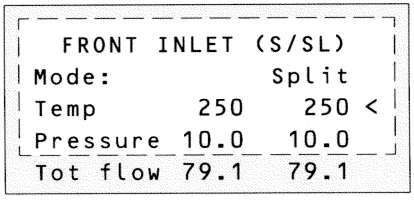
g. Falls gewünscht, schalten Sie den Gasspar-Modus (Gas Saver) ein. Stellen Sie die Saver Tme auf einen Zeitpunkt nach der Injektion ein. Verwenden Sie die Taste [Prep Run] (siehe Seite 298) bevor Sie eine Probe manuell injizieren.



Anleitung: Verwendung des Split-Modus bei nicht definierter Säule

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe Fluss- und Drucksteuerung).

2. Drücken Sie die Taste [Front Inlet] oder [Back Inlet].



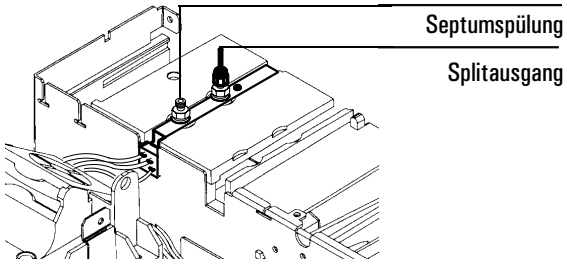
a. Stellen Sie die Temperatur ein.

b. Stellen Sie den Gesamtfluss zum Einlass ein. Prüfen Sie mit einem Flussmessgerät den Fluss am Split-Ausgang.

c. Ziehen Sie vom Gesamtfluss (Total flow) den Splitfluss und den Septumspülfluss ab, um den Säulenfluss zu errechnen (siehe Seite 300, Nominalspülfluss in Abhängigkeit vom Trägergas).

$$\text{Splitverhältnis} = \frac{\text{Splitfluss}}{\text{Säulenfluss}}$$

d. Berechnen Sie das Splitverhältnis. Stellen Sie es neu ein, falls erforderlich.



Gerätevorderseite

Gasführung im Splitless-Modus

In diesem Modus wird das Spülventil bei der Injektion geschlossen und verbleibt in dieser Stellung, während die Probe im Liner verdampft und auf die Säule aufgetragen wird. Zu einem festgesetzten Zeitpunkt nach der Injektion wird das Spülventil geöffnet, sodass die im Liner verbleibenden Reste der Probe zum Splitausgang ausgespült werden. Dies verhindert das sog. Tailing des Lösungsmittels, welches durch das große Einlassvolumen und geringe Säulenflussraten verursacht wird. Geben Sie in der Parametertabelle des Einlasssystems die Spülzeit und die Spülflussrate ein.

Bei Verwendung des Gasspar-Modus sollte die Gassparzeit (Gas Saver) *nach* der Spülzeit (Purge Time) liegen.

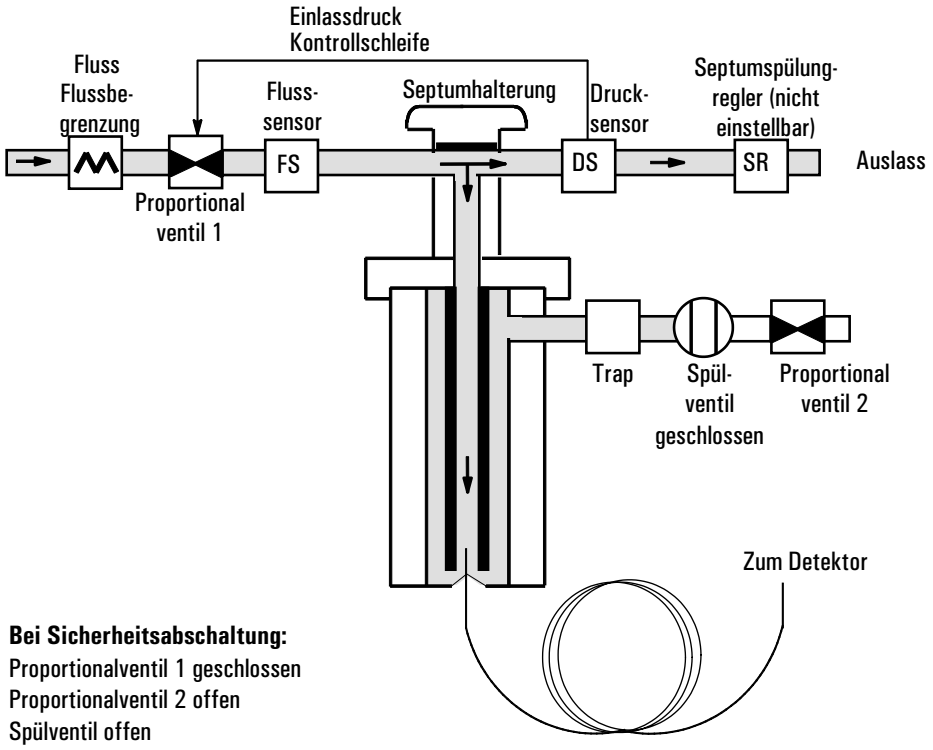


Abbildung 44 Flussdiagramm im Splitless-Modus, vom Pre Run bis zur Purge Time

Die Parametertabelle – Splitless-Modus

Mode – Der aktuelle Betriebszustand – splitless

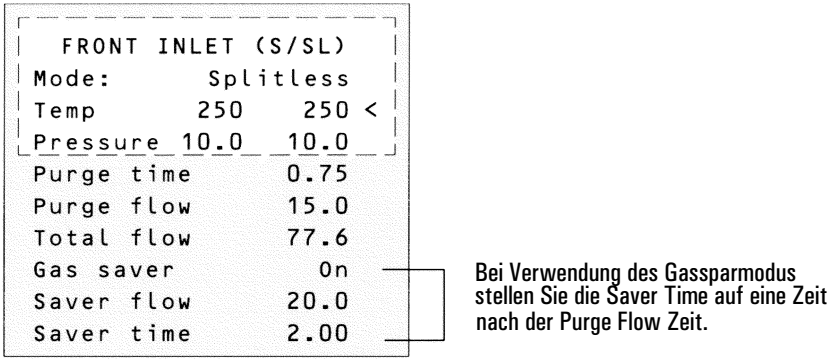
Temp – Aktuelle und eingestellte Temperaturwerte des Einlasssystems

Pressure – Aktuelle und eingestellte Einlassdrücke in psi, Bar oder kPa

Purge time – Die Spülzeit nach dem Beginn des Analysenlaufs, zu der das Spülventil öffnet.

Purge flow – Der Fluss in mL/Min am Spülausgang während dieser Spülzeit (Purge Time). Dieser Wert kann nicht eingestellt werden, wenn Ihre Säule nicht spezifiziert (*column not defined)* wurde.

Total Flow – Die Zeile Gesamtfluss zeigt den momentanen Fluss zum Einlasssystem während des Pre Run-Status und während eines Analysenlaufs vor der Spülzeit an (die Pre Run-Anzeige leuchtet und blinkt *nicht*). Sie können während dieser Zeitabschnitte keine Sollwerteinstellung vornehmen. Zu allen anderen Zeitabschnitten zeigt Total Flow sowohl den Sollwert als auch den momentanen Wert an.



Betriebsparameter

Eine erfolgreiche Splitless-Injektion beinhaltet folgende Schritte:

1. Probe und Lösungsmittel werden im beheizten Einlasssystem verdampft.
2. Verwenden Sie einen niedrigen Fluss und eine niedrige Ofentemperatur, um eine hohe Konzentration an Lösungsmitteln am Anfang der Säule zu erhalten.
3. Diese Zone am Säuleneingang dient dazu, die Probe aufzunehmen und zu konzentrieren.
4. Warten Sie, bis die gesamte Probe oder zumindest ein Großteil davon, in die Säule eingedrungen ist. Die im Einlass verbleibende gasförmige Probe – die hauptsächlich aus Lösungsmitteln besteht – wird durch Öffnen des Spülventils abgeleitet. Dadurch wird das lange Tailing des Lösungsmittelpeaks, das sonst dadurch verursacht würde, vermieden.
5. Steigern Sie die Temperatur des Säulenofens, um zuerst das Lösungsmittel und dann die Probe vom Anfang der Säule in die Säule hinein zu transportieren.

Einiges Ausprobieren ist notwendig, um die Betriebsbedingungen zu optimieren. Tabelle 33 zeigt sinnvolle Einstellwerte für bestimmte kritische Parameter.

Tabelle 33 Einlass-Parameter im Splitless-Modus

Parameter	Einstellbereich	Vorgeschlagener Anfangswert
Ofentemperatur	Ohne Kühlung, 24°C bis 450°C CO_2-Kühlung, –60°C bis 450°C N_2-Kühlung, –80°C bis 450°C	10°C unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels
Ofeninitialisierung	0 bis 999.9 Minuten	≥ Spülzeit
Spülzeit für den Einlass	0 bis 999.9 Minuten	$\frac{\text{Liner volume}}{\text{Column flow}} \times 2$
Gasspar-Zeit	0 bis 999.9 Minuten	nach Spülzeit
Gasspar-Fluss	15 bis 1000 ml/Min	15 ml/Min. höher als der maximale Säulenfluss

Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus mit definierter Säule

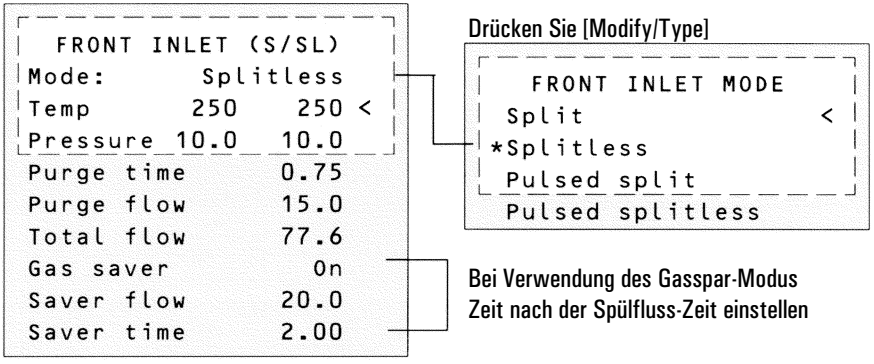
1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe Fluss- und Drucksteuerung).

2. Drücken Sie die Taste [Front Inlet] oder [Back Inlet].
   a. Gehen Sie mit dem Cursor auf Mode: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie Splitless.

   b. Stellen Sie die Temperatur für das Einlasssystem ein.

   c. Legen Sie die Spülzeit und den Spülfluss fest.

   d. Aktivieren Sie wahlweise den Gassparmodus (Gas saver). Stellen Sie die Saver Time auf einen Zeitpunkt *nach* der Spülzeit ein.



3. Verwenden Sie die [Prep Run]-Taste (siehe Seite 298), wenn Sie eine Probe manuell injizieren wollen.

Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus mit nicht definierter Säule

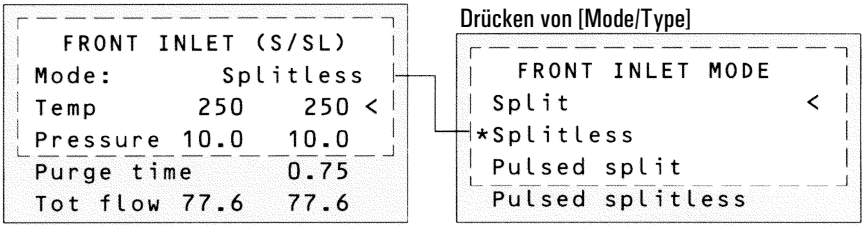
1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe Fluss- und Drucksteuerung).

2. Drücken Sie die Taste [Front Inlet] oder [Back Inlet].
   a. Gehen Sie mit dem Cursor auf Mode: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie Splitless.

   b. Stellen Sie die Temperatur für das Einlasssystem ein.

   c. Geben Sie eine Spülzeit ein.

   d. Stellen Sie den Gesamtfluss auf einen höheren Wert als die Summe aus Säulenfluss und Septumspülfluss ein – siehe Seite 300 – um einen geeigneten Säulenfluss sicherzustellen.



3. Verwenden Sie die [Prep Run] Taste (siehe Seite 298), wenn Sie eine Probe manuell injizieren wollen.

Split-Druckstoß- und Splitless-Druckstoß-Modus

Bei den Probeaufgabetechniken mit Druckstoß wird der Druck im Einlasssystem kurz vor dem Analysenlauf erhöht und nach einer festgelegten Zeit wieder auf den normalen Einstellwert zurückgesetzt. Der Druckstoß führt dazu, dass die Probe schneller vom Verdampferrohr auf die Säule überführt wird und verringert somit eine mögliche Fragmentierung der Probe im Injektor. Sollten die chromatographischen Resultate dadurch verschlechtert werden, so kann ein Stück

deaktivierte Vorsäule (Retentionsgap) hilfreich sein, um die Peakform wiederherzustellen.

Sie müssen vor manueller Injektion im Druckstoß-Modus die [Prep Run]-Taste drücken. Siehe Seite 298, um weitere Informationen zu erhalten.

Sie können sowohl die Druckprogrammierung als auch die Flussprogrammierung im Druckstoß Modus durchführen. Jedoch hat der Druckstoß gegenüber der Druck- oder Flussprogrammierung Vorrang.

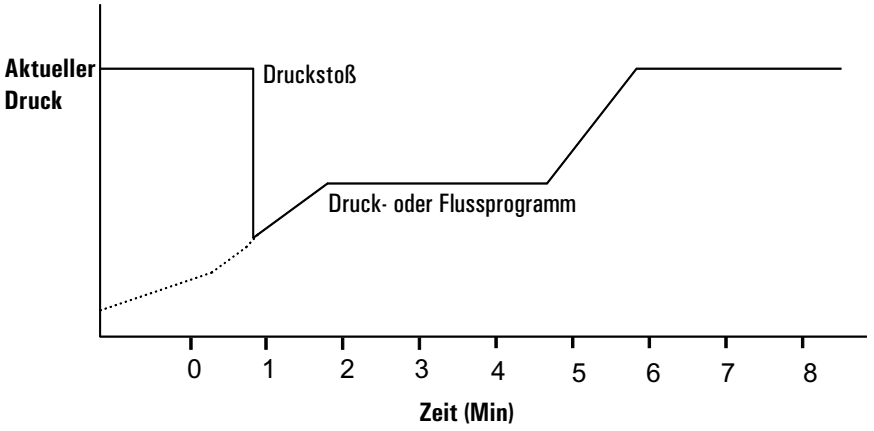


Abbildung 45 Druckstoß und Säulenfluss oder -druck

Die Parametertabelle – Split-Druckstoß-Modus

Mode – Aktueller Betriebsmodus – Split

Temp – Aktuelle und eingestellte Temperaturwerte des Einlasssystems

Pressure – Aktuelle und eingestellte Einlassdrücke zu Beginn der Analyse ohne Berücksichtigung des Druckstoßes. Er legt den Startpunkt eines Druckprogramms oder eines fest eingestellten Drucks fest.

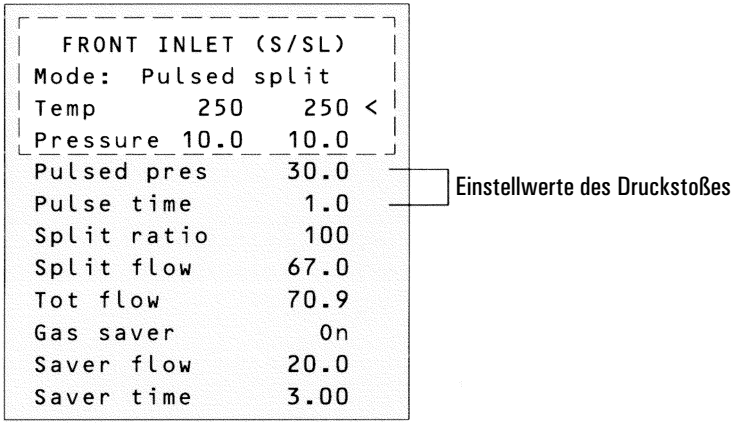
Pulsed pres – Der gewünschte Druck im Einlass zu Beginn einer Analyse. Der Druck steigt bis zu diesem Wert an, nachdem [Prep Run] gedrückt wurde, und verbleibt auf diesem Wert, bis der Einstellwert Pulse time abgelaufen ist. Dann geht der Druck auf den Pressure-Wert zurück.

Pulse time – Der Druck geht nach dieser Zeit auf den Ausgangswert zurück.

Splitverhältnis – Das Verhältnis der Flüsse zum Split und zur Säule. Der Säulenfluss wird in der Parametertabelle bei Column 1 oder 2 eingestellt. Dies ist nur bei einer spezifizierten Säule möglich.

Split Flow – Der Fluss in mL/Min. aus dem Ausgang des Splits. Dies ist nur bei einer spezifizierten Säule möglich.

Total Flow – Dies ist der Gesamtfluss als Summe aus Splitfluss, Säulenfluss und Septumspülfluss. Bei Veränderung des Gesamtflusses werden sowohl das Splitverhältnis als auch der Splitfluss geändert, während der Säulenfluss und der Druck unverändert bleiben. Wird die Druckstoßoption verwendet, so steigt der Gesamtfluss an, um das Splitverhältnis beizubehalten.



Anleitung: Verwendung des Split-Druckstoß-Modus

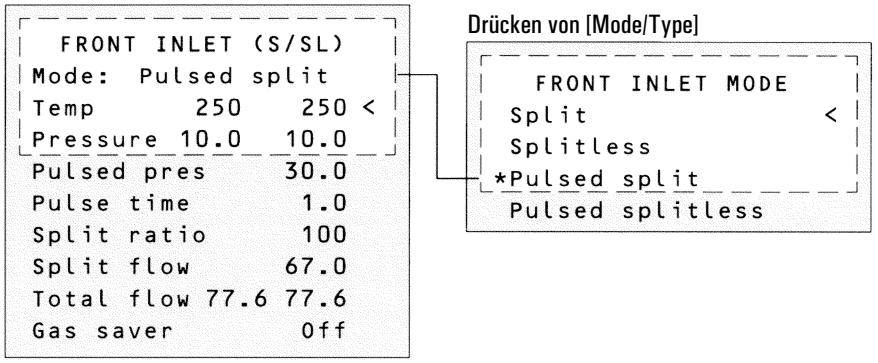
1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe Fluss- und Drucksteuerung).
2. Drücken Sie die Taste [Front Inlet] oder [Back Inlet].
   a. Bewegen Sie den Cursor auf Mode und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie Pulsed Split.
   b. Stellen Sie die Temperatur für das Einlasssystem ein.
   c. Geben Sie Werte für Pulsed Pres und Pulse Time ein.

Splitverhältnis = Splitfluss / Säulenfluss

d. Wenn Sie ein bestimmtes Splitverhältnis einstellen möchten, so gehen Sie mit dem Cursor auf Split Ratio und geben Sie eine Zahl ein. Der Splitfluss wird errechnet, wenn die Säule spezifiziert wurde.

e. Wenn Sie einen bestimmten Splitfluss einstellen möchten, so gehen Sie mit dem Cursor auf Split flow und geben Sie eine Zahl ein. Das Splitverhältnis wird errechnet, wenn die Säule spezifiziert wurde.

f. Aktivieren Sie wahlweise den Gassparmodus(Gas saver). Stellen Sie den Zeitpunkt auf einen Wert *nach* der Pulse Time ein.



3. Verwenden Sie die [Prep Run]-Taste (siehe Seite 298), wenn Sie eine Probe manuell injizieren wollen.

Die Parametertabelle – Splitless-Druckstoß-Modus

Mode – Aktueller Betriebsmodus – Splitless-Druckstoß-Modus

Temp – Aktuelle und eingestellte Temperaturwerte des Einlasssystems

Pressure – Aktuelle und eingestellte Einlassdrücke zu Beginn der Analyse ohne Berücksichtigung des Druckstoßes. Er legt den Startpunkt eines Druckprogramms oder eines fest eingestellten Drucks fest.

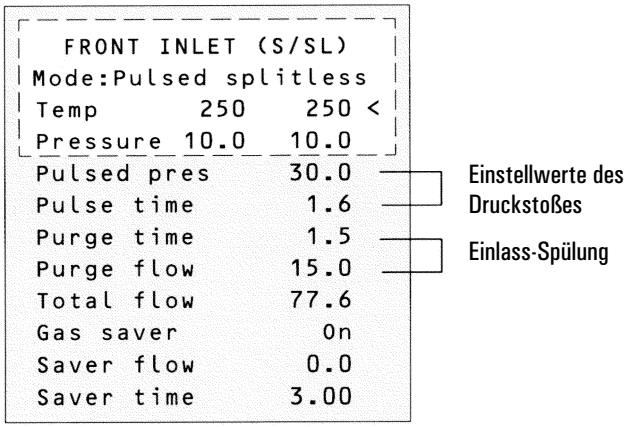
Pulsed Pres – Der gewünschte Druck im Einlass zu Beginn einer Analyse. Der Druck steigt bis zu diesem Wert an, nachdem [Prep Run] gedrückt wurde, und verbleibt auf diesem Wert, bis der Einstellwert Pulse time abgelaufen ist. Dann geht der Druck auf den Pressure-Wert zurück.

Pulse time – Der Druck geht nach dieser Zeit auf den Ausgangswert zurück.

Purge time – Der Zeitpunkt nach dem Beginn des Analysenlaufs, zu dem das Spülventil geöffnet werden soll. Stellen Sie die Spülzeit 0.1 bis 0.5 Minuten vor Pulse Time ein.

Purge flow – Der Fluss in mL/Min am Spülausgang während dieser Spülzeit (Purge Time). Die Säule muss spezifiziert sein.

Total Flow – Dies ist der Gesamtfluss im Einlasssystem, gibt die Summe des Säulenflusses und des Septumspülflusses wieder.

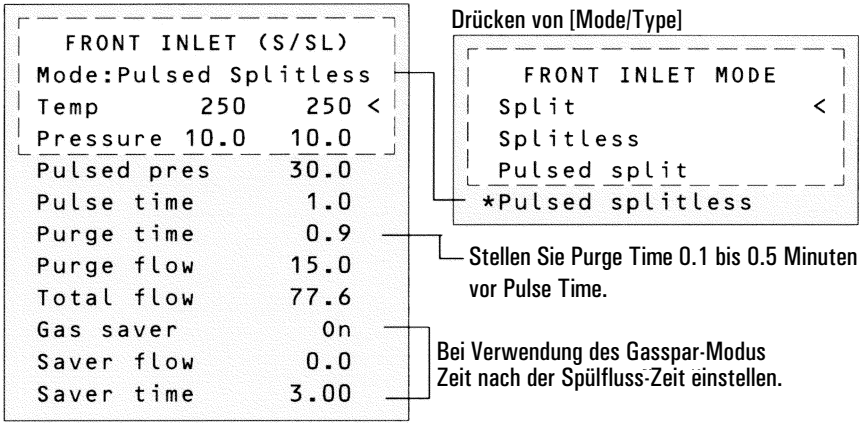


Anleitung: Verwendung des Splitless-Druckstoß-Modus

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe Fluss- und Drucksteuerung).
2. Drücken Sie die Taste [Front Inlet] oder [Back Inlet].
   a. Bewegen Sie den Cursor auf Mode: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie Pulsed Splitless.
   b. Stellen Sie die Temperatur für das Einlasssystem ein.
   c. Geben Sie Werte für Pulsed Pres und Pulse Time ein.
   d. Möchten Sie, dass sich das Spülventil öffnet, geben Sie eine Purge Time ein. Setzen Sie diesen Wert 0.1 bis 0.5 Minuten vor Pulse Time.

e. Wenn Ihre Säule spezifiziert ist, geben Sie einen Wert für Purge flow ein.

f. Aktivieren Sie wahlweise den Gassparmodus(Gas Saver). Stellen Sie die Saver Time auf einen Zeitpunkt *nach* der Spülzeit ein.



3. Verwenden Sie die [Prep Run]-Taste (siehe Seite 298), wenn Sie eine Probe manuell injizieren wollen.

Wartung eines Split/Splitless-Einlasssystems

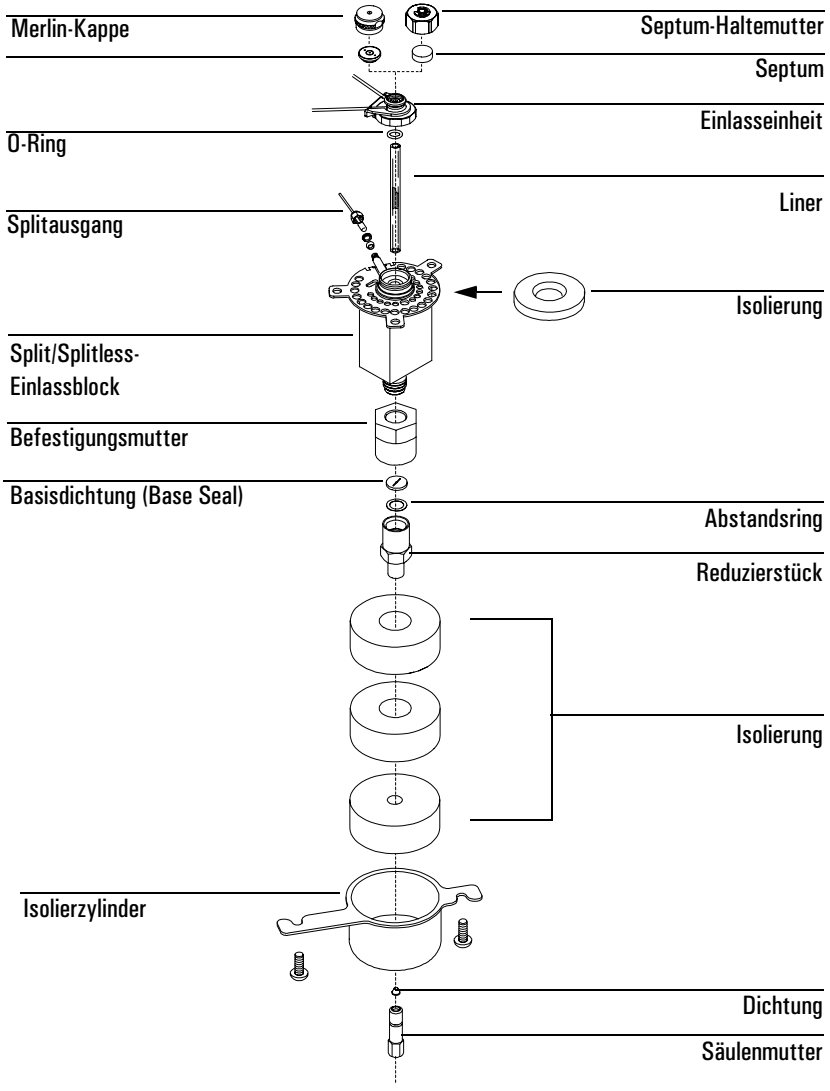


Abbildung 46 Das Split/Splitless-Kapillar-Einlasssystem

Austausch des Septums

Wenn das Septum eine Undichtigkeit aufweist, ist diese an verlängerten oder driftenden Retentionszeiten, an der Minderung der Wiederfindung und/oder am Verlust des Säulenvordrucks zu erkennen. Des Weiteren steigt das Grundrauschen an.

Die Lebensdauer von Septen hängt von der Häufigkeit der Injektionen und der Nadelqualität ab. Scharten, scharfe Kanten, raue Oberflächen oder eine verbogene Spitze an der Nadel verringern die Lebensdauer des Septums. Ist das Gerät ständig in Betrieb, sollte das Septum täglich gewechselt werden.

Der zu wählende Septumtyp hängt von Ihren chromatographischen Erfordernissen ab. Eine weiter verfügbare Option ist das Merlin Microseal™Septum, eine Lippendichtung (Duckbill Septum), die geringeres Bluten und längere Lebenszeit bringt, wenn sie zusammen mit dem 7683 Automatic Sampler und den empfohlenen Spritzen eingesetzt wird. Sie können Septen direkt von Agilent Technologies bestellen; für weitere Bestellinformationen sehen Sie im Agilent Verbrauchsmaterial- und Zubehörkatalog nach.

Tabelle 34 Geeignete Septen für das Split/Splitless-Einlasssystem

Beschreibung	Bestell-Nr.
11-mm Septum, Low-Bleed rot	5181-1263
11-mm Septum mit Bohrung, Low-Bleed rot	5181-3383
11-mm Septum, Low-Bleed grau	5080-8896
Merlin Microseal Septum (30 psi)	5181-8815
11-mm Hochtemperatur-Silikon-Septum (350°C und höher)	5182-0739

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

Anleitung: Austausch des Septums

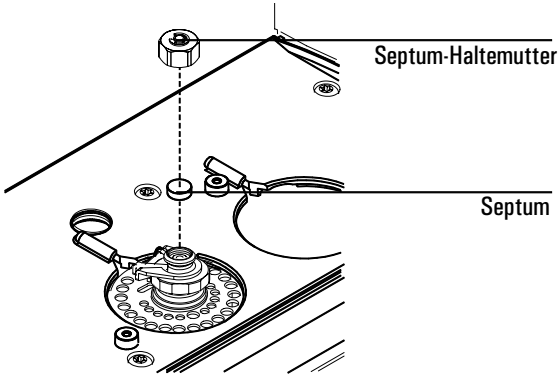
Benötigte Materialien:

- Handschuhe (bei noch heißem Einlasssystem)

- Neues Septum – Artikelnummern siehe Tabelle 34 auf Seite 320
- Septumschlüssel (Art. Nr. 19251-00100)
- ein spitzer Gegenstand aus Kunststoff oder Holz, um das Septum aus dem Einlass zu entfernen.
- Stahlwolle fein (optional)
- Zange oder Pinzette
- Gefilterte Druckluft oder Stickstoff (optional)

1. Vorbereitende Schritte:
   - Speichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Schalten Sie Säulenofen und Detektor aus.
   - Lassen Sie den Säulenofen und den Injektor auf Raumtemperatur abkühlen.
   - Schalten Sie den Gasdruck im Einlasssystem ab.
2. Entfernen Sie die Septum-Haltemutter oder die Merlin-Kappe unter Verwendung eines Gabelschlüssels, falls die Mutter heiß ist oder festsitzt. Nehmen Sie das alte Septum oder das Merlin Microseal heraus. Sitzt ein Septum fest, verwenden Sie ein spitzes Werkzeug, um es zu entfernen. Stellen Sie sicher, dass Sie alle Septumteile entfernt haben. Achten Sie darauf, die Innenfläche des Septumkopfes nicht zu zerkratzen.

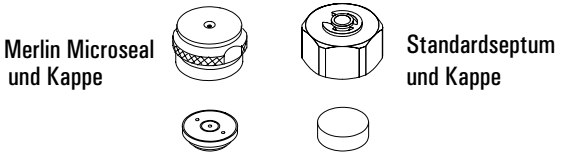
Verwenden Sie bei festsitzendem Septum einen scharfen Gegenstand zum Entfernen. Achten Sie darauf, dass das Metall um das Septum nicht beschädigt wird, und entfernen Sie alle Teile des alten Septums.



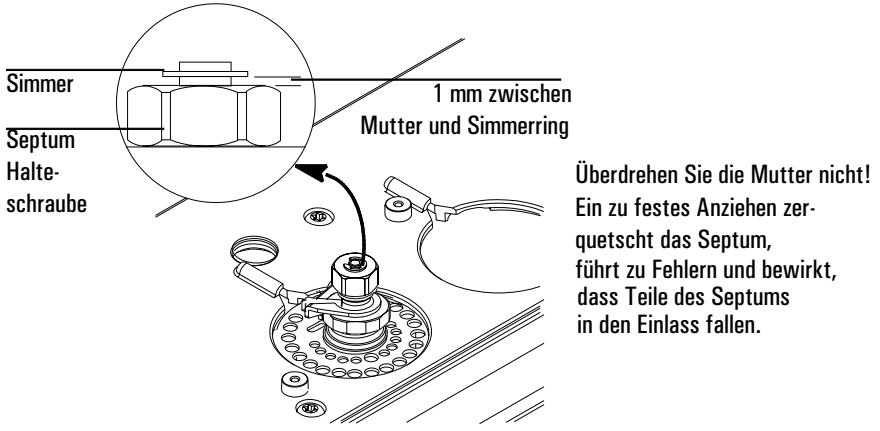
3. Sind Teile des Septums festgebacken, so verwenden Sie ein kleines Stückchen zusammengedrehte Stahlwolle, eine Zange oder eine Pinzette, um die Rückstände an der Halteschraube und an der Septumhalterung wegzupolieren. Verwenden Sie Druckluft oder Stickstoff, um die Späne der Stahlwolle und die Septumpartikel herauszublasen.

4. Nehmen Sie eine Zange, um eine neues Septum oder ein Merlin Microseal einzusetzen. Drücken Sie es fest auf den Septumhalter.

   Bei der Installation des Merlin Microseal beachten Sie, dass die Seite mit den sichtbaren Metallteilen nach unten zeigt (in Richtung auf den Ofen).



5. Bringen Sie die Halteschraube des Injektors oder die Merlin-Kappe wieder an und ziehen Sie diese mit der Hand fest. Bei Einsatz der Standard-Septum-Haltemutter befindet sich der C-Ring ungefähr 1 mm oberhalb der Mutter. Vermeiden Sie ein Überdrehen der Mutter.



6. Stellen Sie die normalen Betriebsbedingungen wieder her.

Austausch des O-Ringes

Sie müssen den O-Ring bei jedem Wechsel des Liners oder bei Abnutzungserscheinungen auswecheln, da er sonst eine mögliche Ursache für Undichtigkeiten im Injektor darstellt. Um festzustellen, ob der O-Ring undicht ist, starten Sie den Lecktest für das Split/Splitless-Einlasssystem.

O-Ringe enthalten Weichmacher, die ihnen Elastizität geben. Der O-Ring dichtet das obere Ende des Einlasssystems, die Injektorbasis und den Liner ab. Bei hohen Temperaturen jedoch verflüchtigen sich die Weichmacher, der O-Ring wird hart und kann nicht mehr dichten.

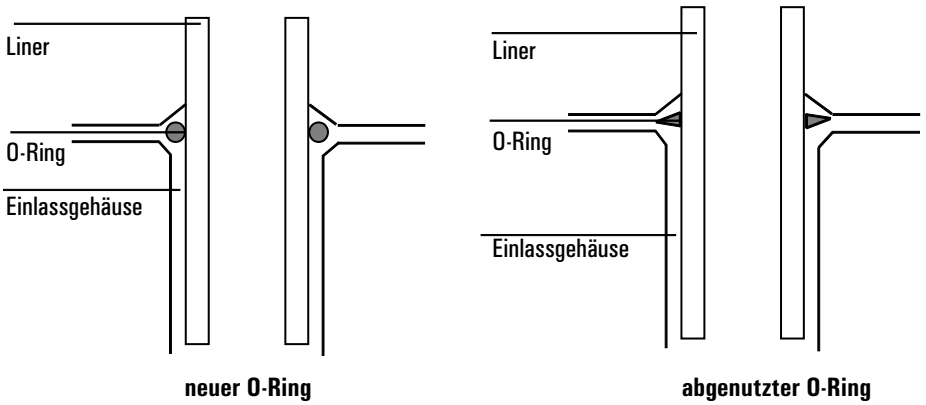


Abbildung 47 Schnitt durch Einlasssystem, Liner und O-Ring

Wenn Sie normalerweise bei hohen Injektortemperaturen arbeiten, sollten Sie Graphitdichtungen verwenden. Obwohl Sie eine längere Lebensdauer aufweisen, unterliegen Sie jedoch ebenfalls der Abnutzung. Sehen Sie in der unten aufgeführten Tabelle nach, um den für Sie geeigneten O-Ring auszuwählen.

Tabelle 35 O-Ringe für das Split/Splitless-Einlasssystem

Beschreibung	Bestell-Nr.
Viton O-Ring für Temperaturen bis 350°C	5181-4182
Graphit O-Ring für Split-Liner (Temperaturen über 350°C)	5180-4168
Graphit O-Ring für Splitless-Liner (Temperaturen über 350°C)	5180-4173

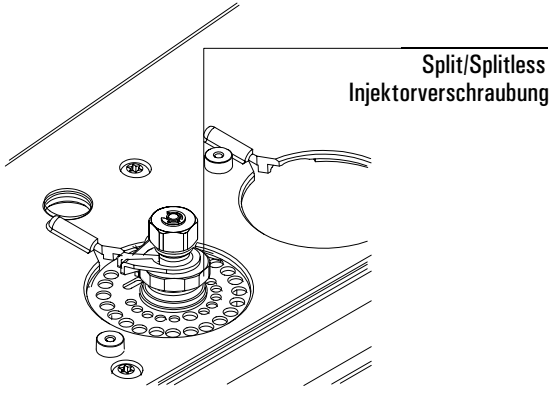
WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen. Tragen Sie Handschuhe zum Schutz Ihrer Hände, falls das Einlasssystem heiß ist.

Anleitung: Austausch des O-Rings

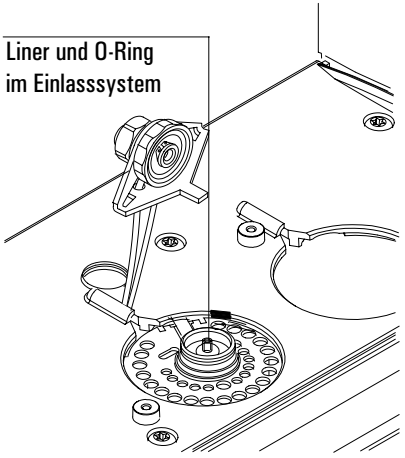
Benötigte Materialien:

- Handschuhe (bei noch heißem Einlasssystem)
- Einen neuen O-Ring – Artikelnummern siehe Tabelle 35 auf Seite 323
- Septumschlüssel (Art. Nr. 19251-00100)
- Kornzange oder Pinzette

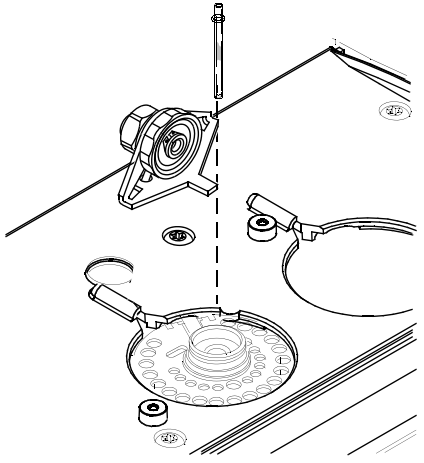
1. Vorbereitende Schritte:
   - Speichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Schalten Sie Säulenofen und Detektor aus.
   - Lassen Sie den Säulenofen und den Injektor auf Raumtemperatur abkühlen.
   - Schalten Sie den Gasdruck im Einlasssystem ab.
2. Öffnen Sie die Split/Splitless-Injektorverschraubung, nötigenfalls mit einem Gabelschlüssel. Ziehen Sie diese gerade nach oben ab, um den Liner nicht zu beschädigen oder zu zerbrechen.



3. Man sieht die Oberseite des Liners mit dem O-Ring. Verwenden Sie eine Zange oder Pinzette, um den Liner zu fassen und herauszuziehen.



4. Entfernen Sie den alten O-Ring und schieben Sie einen neuen auf.
5. Verwenden Sie die Zange, um den Liner ins Einlasssystem einzustecken. Setzen Sie die Einlassverschraubung auf und drehen Sie die Mutter mithilfe des Septumschlüssels sanft fest.



6. Stellen Sie den GC wieder auf normale Betriebsbedingungen.

Austausch der Basisdichtung im Einlasssystem

Sie müssen stets die Basisdichtung austauschen, wenn Sie das Reduzierstück lösen oder entfernen. Des Weiteren sollte diese Dichtung ausgetauscht werden, wenn bei der Chromatographie Geisterpeaks auftauchen und damit anzeigen, dass die Dichtung verunreinigt ist.

Es sind drei unterschiedliche Basisdichtungen erhältlich:

- Goldbelegte Dichtung, Artikelnummer 18740-20885
- Goldbelegte Dichtung-Kreuzgravur, Artikelnummer 5182-9652
- Edelstahldichtung, Artikelnummer 18740-20880

Da die Basisdichtung des Injektors von der Ofenseite aus gewechselt wird, müssen Sie die Säule entfernen. Sollten Sie mit der Installation einer Säule nicht vertraut sein, so schlagen Sie bitte im Kapitel „Säulen und Filter“ nach.

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

Anleitung: Austausch der Basisdichtung

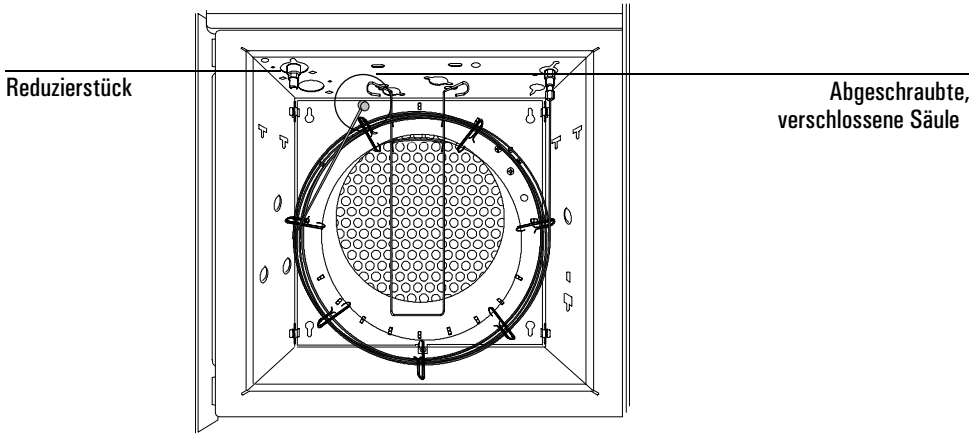
Benötigte Materialien:

- Saubere, fusselfreie Handschuhe (kein Nylon) zum Hantieren mit der Dichtung
- Neue Dichtung (siehe Übersicht der Artikelnummern)
- Neuer Abstandsring (Art. Nr. 5061-5869)
- 1/4"-Gabelschlüssel (für die Säule)
- 1/2"-Schraubenschlüssel

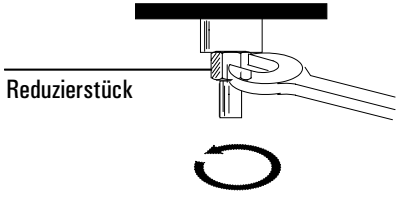
1. Vorbereitende Schritte:
   - Speichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.

- Schalten Sie Säulenofen und Detektor aus.
- Lassen Sie den Säulenofen und den Injektor auf Raumtemperatur abkühlen.
- Schalten Sie den Gasdruck im Einlasssystem ab.

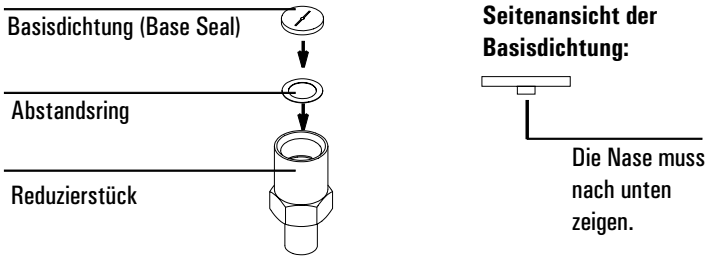
2. Entfernen Sie die Säule vom Injektor. Verschließen Sie das offene Ende der Säule, um eine Kontamination zu verhindern. Falls eine Isolierkappe um die Injektorbasis befestigt ist, entfernen Sie diese.



3. Lösen Sie die Reduziermutter mit dem 1/2"-Schlüssel und entfernen Sie sie. Die Abstandsscheibe und die Dichtung befinden sich im Innern des Reduzierstücks. Entfernen Sie beide. Tauschen Sie gegebenenfalls auch die Abstandsscheibe aus.



4. Ziehen Sie Handschuhe an, um die Basisdichtung und die Abstandsscheibe nicht zu verunreinigen. Stecken Sie die Abstandsscheibe in das Reduzierstück. Platzieren Sie die neue Basisdichtung darauf.



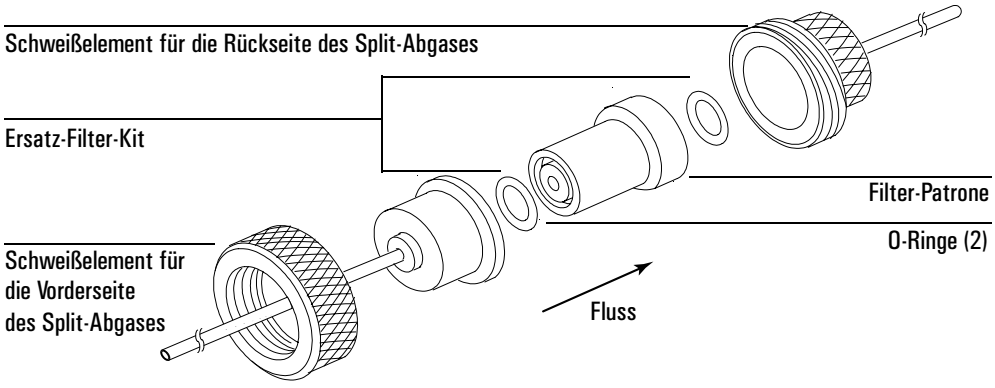
5. Befestigen Sie das Reduzierstück. Ziehen Sie die Mutter mit dem 1/2"-Schraubenschlüssel an. Befestigen Sie die Säule und die Isolierkappe. Nach der Säuleninstallation stellen Sie die normalen Betriebsbedingungen wieder her.

Ersetzen der Filterkartusche für den Splitausgangsfilter

WARNUNG Schalten Sie den Ofen und die Heizung für den Einlass, der den Splitausgangsfilter verwendet, aus und lassen Sie sie abkühlen. Drehen Sie die Trägergaszufuhr ab.

Der Splitausgangsfilter kann noch Rückstände irgendwelcher Proben oder anderer Chemikalien enthalten, die auf dem Gaschromatographen analysiert werden. Folgen Sie beim Austausch der Filterpatrone den entsprechenden Sicherheitsvorschriften zum Umgang mit diesen Substanzklassen.

1. Schalten Sie den Einlass und den Ofen aus und lassen Sie sie abkühlen.
2. Stellen Sie alle GC-Gasflüsse auf Null.
3. Nehmen Sie die Abdeckung der Pneumatik ab.
4. Heben Sie die Filter-Einheit aus der Halteklammer heraus und schrauben Sie sie auseinander.



5. Nehmen Sie die alte Filter-Patrone und die O-Ringe heraus und ersetzen Sie sie.
6. Bauen Sie den Filter wieder zusammen.
7. Überprüfen Sie die Dichtigkeit.

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung

Lecks in der Gasversorgung können die chromatographischen Ergebnisse erheblich beeinflussen. Die folgende Anleitung prüft das Gassystem, nicht aber die Injektoreinheit. Ist dieses Teilsystem leckfrei, so gehen Sie zur nächsten Anleitung über, um den Injektor und die Injektoreinheit zu prüfen.

Flüssige Lecksuchmittel sind, insbesondere in den Bereichen, wo es auf äußerste Sauberkeit ankommt, nicht empfehlenswert.

Sollten Sie dennoch ein Lecksuchspray verwenden, so spülen Sie es sofort wieder ab, um den Seifenfilm zu entfernen.

WARNUNG Ziehen Sie das Netzkabel vom GC ab,um einen möglichen Stromschlag bei der Verwendung eines Lecksuchsprays zu verhindern. Achten Sie darauf, die Seifenlösung nicht auf elektrische Bauelemente, insbesondere auf die Detektorheizung, zu bingen.

Benötigte Materialien:

- Elektronischer Leckdetektor, um Ihre Art von Trägergas zu detektieren, oder eine Lecksuchflüssigkeit. Wenn Sie ein flüssiges Lecksuchmittel verwenden, beseitigen Sie es nach dem Test wieder.
- Zwei 7/16"-Schraubenschlüssel

1. Prüfen Sie jede Verschraubung mit dem Leckdetektor.
2. Ziehen Sie undichte Verbindungen an. Überprüfen Sie diese. Fahren Sie fort, die Verbindungen zu überprüfen, bis alle Verschraubungen leckfrei sind.

Anleitung: Lecktest an einem EPC-Split/Splitless-Einlasssystem

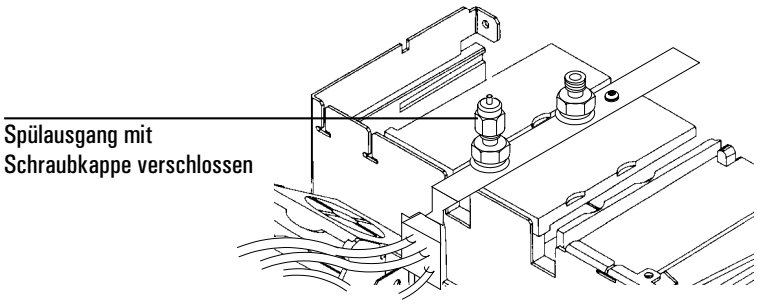
Im Einlasssystem gibt es verschiedene Stellen, an denen Undichtigkeiten auftreten können. Dieses Verfahren zeigt Ihnen im Allgemeinen, ob das Einlasssystem ein Leck aufweist.
Zur genauen Lokalisation einer Undichtigkeit sollten Sie einen elektronischen Leckdetektor verwenden.

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

Benötigte Materialien:

- Ferrule ohne Loch
- 7/16"-Schraubenschlüssel
- Handschuhe (wenn der Injektor heiß ist)
- Septumschlüssel (Art. Nr. 19251-00100)
- 9/16"-Schraubenschlüssel
- 1/4" SWAGELOK Schraubkappe
- Seifenblasen-Messgerät

1. Vorbereitende Schritte:
   - Speichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Schalten Sie den Säulenofen aus.
   - Lassen Sie den Säulenofen und den Injektor auf Raumtemperatur abkühlen.
   - Schalten Sie den Gasdruck im Einlasssystem ab.
   - Entfernen Sie die Säule, falls eine installiert ist. Verschließen Sie den Säulenanschluss mit einer Schraubkappe und einem Ferrule ohne Loch.
   - Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues. Nähere Informationen entnehmen Sie bitte dem Kapitel „Austausch des Septums“.
   - Überprüfen Sie den O-Ring und ersetzen Sie ihn, falls dieser hart, versprödet oder gerissen ist. Weitere Anweisungen finden Sie im Kapitel „Austausch des O-Ringes“.
2. Verschließen Sie den Septum-Spülausgang mit einer 1/8" SWAGELOK Schraubkappe.



3. Stellen Sie den Ofen auf die normale Betriebstemperatur.
4. Konfigurieren Sie die Säule mit einer Länge von 0.
5. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet], um die Parametertabelle für die Einlässe zu öffnen.
   - Stellen Sie das Einlasssystem auf die normale Betriebstemperatur.

- Geben Sie einen Druckwert von 25 psi oder Ihren normalen Betriebsdruck ein, falls dieser höher ist. Stellen Sie sicher, dass der Vordruck an der Gasversorgung 10 psi höher als der Druck im Einlasssystem ist.
- Stellen Sie den Gesamtfluss (Total Flow) auf 60 mL/Min. ein.
- Stellen Sie den Inlet auf die Split Mode.

Warten Sie einen Augenblick, damit sich Druck und Fluss equilibrieren können. Wenn der Druck nicht erreicht werden kann, dann existiert entweder ein großes Leck oder der Vordruck ist zu niedrig.

6. Stellen Sie entweder den Druck oder den Fluss aus. Da der Septum-Spülausgang und der Säulenanschluss mit Kappen versehen sind, sollte das eingeschlossene Gas im System verbleiben und der Druck annähernd konstant sein.
7. Beobachten Sie den Druck für 10 Minuten. Wenn der Druckabfall 0.5 psi (0.05 psi/Min.) oder weniger ist, können Sie annehmen, dass das Einlasssystem leckfrei ist.

   Sollte der Druck viel schneller abfallen, lesen Sie unter „Anleitung: Beseitigung von Lecks“ nach.

Anleitung: Lecktest an einem Nicht-EPC-Split/Splitless-Einlasssystem

In Einlasssystemen gibt es verschiedene Stellen, an denen Undichtigkeiten auftreten können. Dieses Verfahren zeigt Ihnen im Allgemeinen, ob das Einlasssystem ein Leck aufweist.
Zur genauen Lokalisation einer Undichtigkeit sollten Sie einen elektronischen Leckdetektor verwenden.

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

Benötigte Materialien:

- Ferrule ohne Loch
- 7/16"-Schraubenschlüssel
- Handschuhe (wenn der Injektor heiß ist)

- Septumschlüssel (Art. Nr. 19251-00100)
- 9/16"-Schraubenschlüssel
- 1/4" SWAGELOK Schraubkappe
- Gablasenzähler (Bubble Flow Meter)

1. Vorbereitende Schritte:
   - Speichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Lassen Sie den Ofen auf Raumtemperatur abkühlen und schalten Sie ihn aus.
   - Nach Abkühlen des Ofens schalten Sie den Einlassdruck aus.
   - Entfernen Sie die Säule, falls eine installiert ist. Verschließen Sie den Säulenanschluss mit einer Schraubkappe und einem Ferrule ohne Loch.
   - Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues. Nähere Informationen hierzu finden Sie auf Seite 320.
   - Überprüfen Sie den O-Ring und ersetzen Sie ihn, falls dieser hart, versprödet oder gerissen ist. Für weitere Anweisungen siehe Seite 323.
2. Verschließen Sie den Septum-Spülausgang mit einer 1/4" SWAGELOK Schraubkappe.
3. Stellen Sie den Ofen auf die normale Betriebstemperatur.
4. Stellen Sie das Einlasssystem auf die normale Betriebstemperatur. Prüfen Sie, ob der Vordruck an der Gasversorgung mindestens 35 psi ist.
5. Stellen Sie den Druck im Einlasssystem auf 25 psi oder auf Ihren normalen Betriebsdruck ein, wenn dieser höher sein sollte. Stellen Sie den Splitfluss auf 60 mL/Min. Warten Sie einen Augenblick,damit sich Druck und Fluss equilibrieren können. Wenn das System den vorgesehenen Druck nicht erreichen kann, dann existiert entweder ein Leck oder der Vordruck ist zu niedrig.
6. Prüfen Sie mit einem Seifenblasenfluss-Meter, ob der Septumspülfluss am Spülausgang Null beträgt.

7. Stellen Sie den Zufluss zum Einlasssystem durch Zudrehen des Carrier-Gasstroms am Flussregler ab. Dann drehen Sie den Rückdruckregler im Uhrzeigersinn um eine halbe Umdrehung.

   Beobachten Sie den Druck für weitere zehn Minuten. Wenn der Druckabfall kleiner als 0.5 psi/Min. ist, können Sie annehmen, dass das Einlasssystem leckfrei ist.

   Sollte der Druck viel schneller abfallen, so lesen Sie im nächsten Abschnitt unter Anleitung: Beseitigung von Lecks nach.

Anleitung: Beseitigung von Lecks

Benötigte Materialien:

- Elektronisches Lecksuchgerät
- Werkzeug, um die Verbindungen festzuziehen

1. Verwenden Sie den elektronischen Leckdetektor, um alle Bereiche des Einlasssystems zu überprüfen, die evtl. leck sein könnten. Es handelt sich um folgende Bereiche:
   - Der mit einer Schraubkappe versehene Spülausgang
   - Die verschlossene Säulenverschraubung
   - Das Septum und/oder die Septumschraube
   - Der Bereich der Gasanschlüsse am Einlasssystem – der O-Ring, die O-Ring-dMutter und die Basisdichtung am Einlass.
2. Beseitigen Sie mögliche Leckagen durch weiteres Zudrehen von Verschraubungen mit einem geeigneten Gabelschlüssel. Sie sollten dann den Lecktest nochmals durchführen.

   Wenn der Druckabfall kleiner als 0.03 psi/Min. ist, können Sie annehmen, dass das Einlasssystem leckfrei ist. Fällt der Druck schneller als der akzeptable Wert, so fahren Sie fort, nach weiteren Lecks zu suchen, und machen Sie erneut den Drucktest. Sind alle Verschraubungen leckfrei, das Einlasssystem verliert aber immer noch zu viel Druck, könnte es nötig sein, die Einlasskammer auszutauschen. Setzen Sie sich mit dem Kundendienst von Agilent in Verbindung.

Anleitung: Reinigung des Einlasssystemsss

Es ist unwahrscheinlich, dass das Einlasssystem häufig eine so sorgfältige Reinigung benötigt, wie sie hier beschrieben wird, jedoch können sich gelegentlich Ablagerungen der injizierten Proben im Split/Splitless-Injektor bilden. Vor der Reinigung des Einlasssystems ersetzen Sie zunächst verschmutzte Liner und Glaseinsätze durch saubere. Falls ein Austausch vorhandene Probleme nicht beseitigt, reinigen Sie das Einlasssystem.

Benötigte Materialien:

- Reinigungsbürstchen – Das FID-Reinigungs-Set enthält geeignete Bürstchen (Art. Nr. 9301-0985).
- Geeignetes Lösungsmittel, um die Ablagerungen im Einlass zu beseitigen
- Gefilterte, trockene Druckluft oder Stickstoff

1. Vorbereitende Schritte:
   - Speichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Schalten Sie alle beheizten Zonen aus – warten Sie, bis sie abgekühlt sind.
   - Drehen Sie alle Gasflüsse zum Einlass an der Gasversorgung ab.
   - Schalten Sie den GC ab und ziehen Sie das Netzkabel heraus.
   - Entfernen Sie den Liner.
   - Entfernen Sie den Säulenadapter. Sehen Sie hierzu im Kapitel Säulen und Filter nach.
   - Entfernen Sie die Basisdichtung. Für weitere Anweisungen siehe Seite 326.
2. Leuchten Sie von unten ins Innere des Einlasssystems und prüfen Sie auf irgendwelche Anzeichen einer Verunreinigung oder Ablagerung. Führen Sie die Bürste in den Injektor ein. Schrubben Sie die inneren Wände kräftig, um alle Ablagerungen zu entfernen.
3. Blasen Sie alle losen Partikel aus dem Detektor heraus und trocknen Sie den Einlass intensiv mit Druckluft oder Stickstoff, bevor Sie ihn wieder zusammenbauen.
4. Bauen Sie den Filter wieder zusammen. Verwenden Sie eine neue Basisdichtung. Stellen Sie die normalen Betriebsbedingungen wieder her.

15 Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen

Verwendung eines Einlasses mit Septumspülung für gepackte Säulen

Liner und Glaseinsätze

Anleitung: Installation von Linern
Anleitung: Installation von Glaseinsätzen

Säulen und Filter

Parametertabelle

Gepackte oder nicht definierte Säulen
Definierte Kapillarsäulen
Anleitung: Verwendung von gepackten und nicht definierten Kapillarsäulen
Anleitung: Verwendung von definierten Kapillarsäulen

Wartung eines Einlasssystems mit Septumspülung für gepackte Säulen

Anleitung: Austausch des Septums
Anleitung: Austausch des O-Rings
Anleitung: Lecktest der Gasversorgung
Anleitung: Lecktest an einem EPC-Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen
Anleitung: Lecktest an einem Nicht-EPC-Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen
Anleitung: Beseitigung von Lecks
Anleitung: Reinigung des Einlasssystems

Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen

Verwendung eines Einlasses mit Septumspülung für gepackte Säulen

Das Einlasssystem wird für Analysen mit gepackten Säulen benutzt, wenn hocheffiziente Trennungen nicht erforderlich sind. Es kann auch mit Widebore-Kapillarsäulen verwendet werden, vorausgesetzt, dass Flussraten größer als 10 ml/Min. akzeptabel sind.

Bei Kapillarsäulen und definierten Säulen ist der Einlass druckkontrolliert. Bei nicht definierten Säulen (gepackte Säulen und nicht definierte Kapillarsäulen) ist der Einlass flussgeregelt.

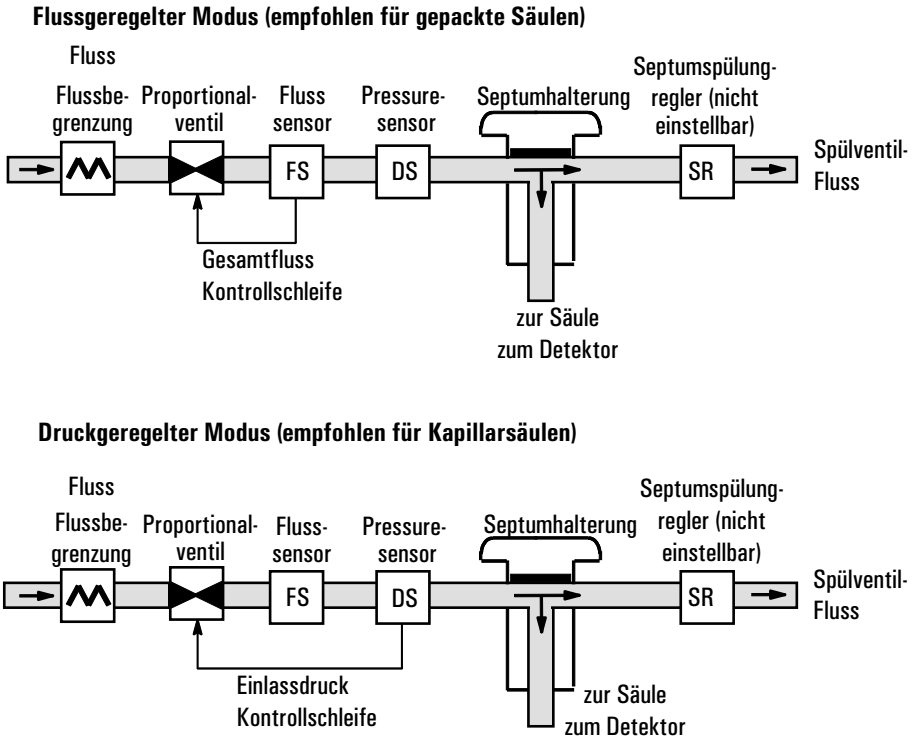


Abbildung 48 Einlass für gepackte Säulen mit elektronischer Pneumatiksteuerung (EPC)

Liner und Glaseinsätze

Liner. Die Wahl Ihres Liners hängt vom Typ der verwendeten Säule ab. Es gibt Liner für Wide-Bore-Kapillarsäulen und für gepackte Säulen mit 1/4" oder 1/8". Der Liner fungiert als Adapter zum Anschluss der Säulen an das Einlasssystem. Einbauanleitungen finden Sie auf Seite 339.

Glaseinsätze (Inserts). Glaseinsätze werden oft mit Linern aus Metall verwendet, um die Reaktivität zu verringern und nicht flüchtige Ablagerungen zu reduzieren. Sie werden immer zusammen mit Kapillarsäulen verwendet. Glaseinsätze werden von oben in den Einlass eingesetzt und sind vor der Säule zu installieren. Einbauanleitungen finden Sie auf Seite 341.

Der Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen wird mit einem Liner und einem Glaseinsatz zum Anschluss von Kapillarsäulen ausgeliefert; siehe Tabelle 36. Beachten Sie, dass Narrow-Bore-Kapillarsäulen nicht zum Einsatz für diesen Einlass empfohlen werden. Wenn Sie gepackte Säulen verwenden, konsultieren Sie Tabelle 37.

Tabelle 36 Liner und Glaseinsätze für Wide-Bore-Kapillarsäulen

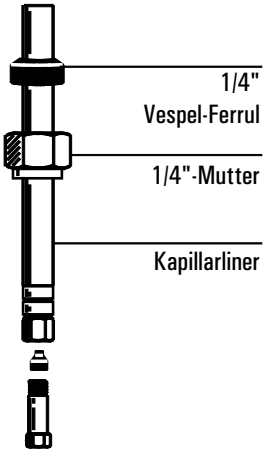
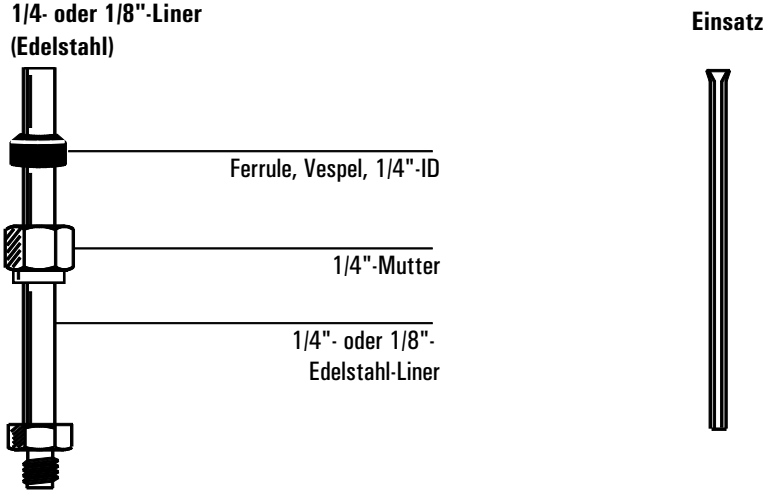
Säulentyp	Liner	Einsatz
530 µm oder 320 µm	19244-80540 	5080-8732 oder 5181-3382 (deaktiviert)

Tabelle 37 Liner und Glaseinsätze für Gepackte Säulen

Säulentyp	Liner	Einsatz
1/8" Metall	*1/8" Edelstahl* 19243-80510	kein
	19243-80530	5080-8732 oder 5181-3382*
1/4" Metall	*1/4" Edelstahl* 19243-80520	kein
	19243-80540	5080-8732 oder 5181-3382*
1/4" Glas	Kein Liner erforderlich. Säulenende fungiert als Liner. Auch 1/4"-Metall-Liner sind verwendbar.	nicht anwendbar

*Deaktiviert



Anleitung: Installation von Linern

Verwenden Sie die Anleitung zum Einbau aller Linertypen. Es empfiehlt sich, Graphit-Vespel-Ferrule zu verwenden, da Metall-Ferrule leicht auf dem Liner festbacken. Wenn bei der Verwendung von Metall-Ferrulen ein Leck auftritt, so muss der gesamte Liner ausgetauscht werden.

Benötigte Materialien:

- Liner, Messingmutter und Ferrul (siehe Tabelle 36 oder Tabelle 37)
- Fusselfreies Tuch
- Methanol
- 9/16"-Schraubenschlüssel

1. Drücken Sie [Oven] und stellen Sie den Ofen auf 35°C. Schalten Sie den Ofen aus, sobald diese Temperatur erreicht ist. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und schalten Sie die Heizung sowie den Druck oder Fluss für den Einlass aus.

WARNUNG Seien Sie vorsichtig. Der Ofen und die Einlassverschraubungen können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

2. Reinigen Sie das Ende des Liners mit einem fusselfreien Tuch, um Verunreinigungen wie Fingerabdrücke zu entfernen. Verwenden Sie dazu Methanol.
3. Schieben Sie eine Überwurfmutter aus Messing und ein Graphit/Vespel-Ferrul auf den Liner.
4. Öffnen Sie die Ofentür und suchen Sie das Einlass-Anschlussstück. Schieben Sie den Liner so weit wie möglich gerade von unten in den Einlass.
5. Halten Sie den Liner in dieser Position und ziehen Sie die Mutter mit der Hand an.
6. Ziehen Sie die Mutter mit einem Schraubenschlüssel eine weitere Vierteldrehung nach.
7. Installieren Sie die Säule.
8. Stellen Sie den Trägergasfluss zum Einlass ein und heizen Sie den Ofen und den Injektor auf Ihre Betriebstemperatur auf. Lassen Sie sie wieder abkühlen und ziehen Sie die Anschlüsse nach.

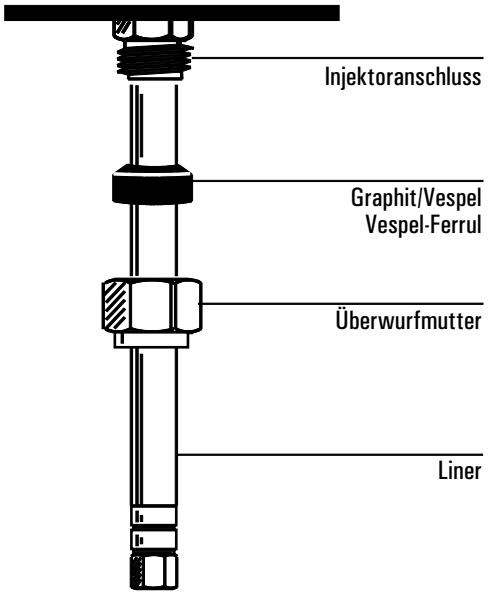


Abbildung 49 Einbau eines Liners

Anleitung: Installation von Glaseinsätzen

Benötigte Materialien:

- Glaseinsatz (siehe Tabelle 36 oder Tabelle 37)
- Pinzette oder spitze Zange
- Draht

1. Drücken Sie [Oven] und stellen Sie den Ofen auf 35°C. Schalten Sie den Ofen aus, sobald diese Temperatur erreicht ist. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und schalten Sie die Heizung sowie den Druck oder Fluss für den Einlass aus.

WARNUNG Seien Sie vorsichtig. Die Verschraubungen des Einlasssystems können sehr heiß sein und Verbrennungen verursachen.

2. Entfernen Sie die gerändelte Mutter oben am Einlasssystem.

3. Entfernen Sie vorsichtig den alten Einsatz. Ein dünner Draht (wie von einer Büroklammer) erleichtert das Herausheben des Einsatzes aus dem Einlass.
4. Greifen Sie mit einer Pinzette oder einem ähnlichen Werkzeug das obere Ende des Einsatzes und führen Sie diesen mit dem erweiterten Ende nach oben in den Einlass ein.
5. Wenn eine Kapillarsäule eingebaut ist und der Einsatz nicht richtig sitzt, müssen Sie die Kapillarsäule ausbauen, den Einsatz installieren und die Säule wieder einsetzen.
6. Bringen Sie die gerändelte Mutter wieder an und ziehen Sie sie mit der Hand an.

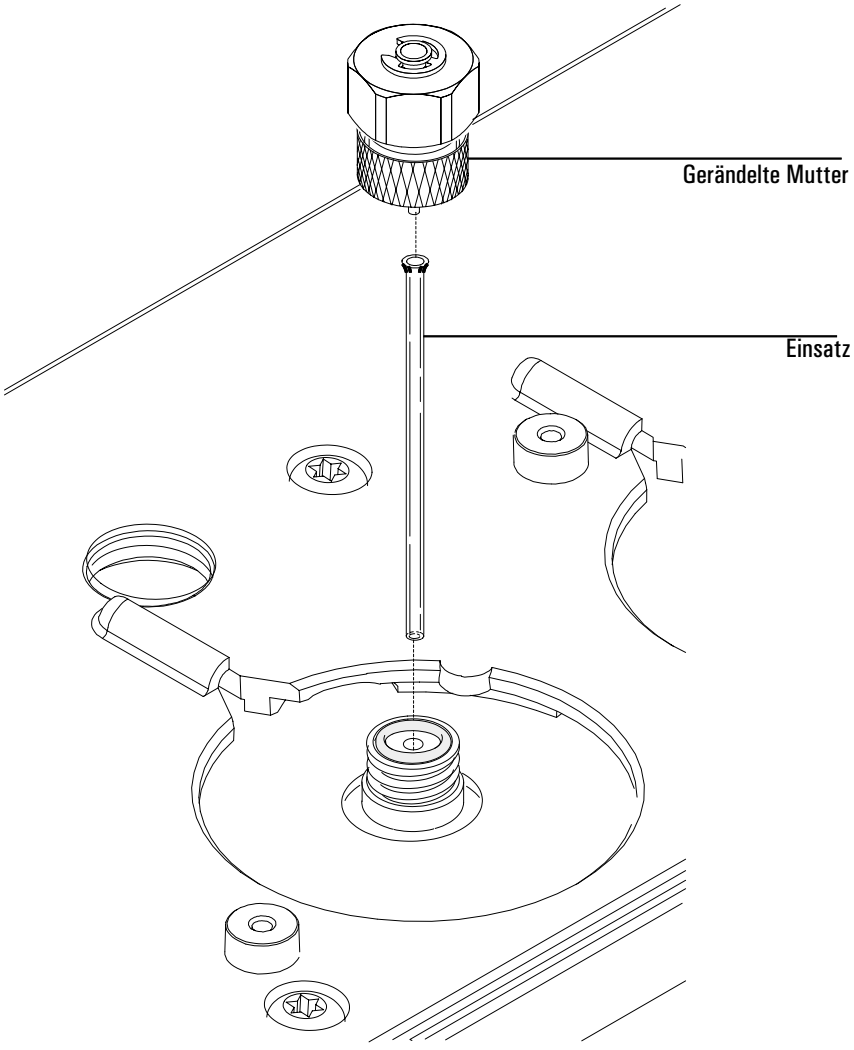
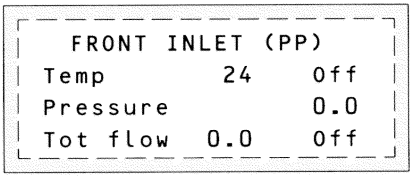


Abbildung 50 Einbau eines Glaseinsatzes in einen Einlass mit Septumspülung

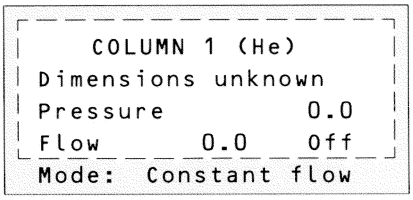
Parametertabelle

Gepackte oder nicht definierte Säulen

(Einlass)



(Säule)



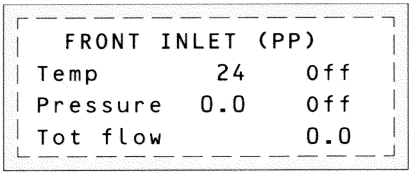
Temp – Aktuelle und eingestellte Temperaturwerte des Einlasssystems

Pressure – Aktueller Einlassdruck in psi, bar, oder kPa. Sie können hier keinen Sollwert eingeben.

Tot flow – Geben Sie hier den Sollwert ein, der aktuelle Wert wird angezeigt. Der Einlass ist massenflussgeregelt.

Definierte Kapillarsäulen

(definierte Säule)



Temp – Aktuelle und eingestellte Temperaturwerte des Einlasssystems

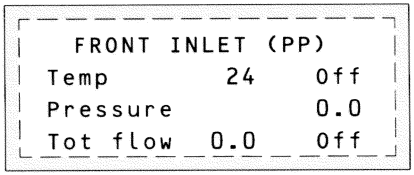
Pressure – Der Einlass ist druckgeregelt. Geben Sie den Sollwert hier ein (in psi, bar, oder kPa). Der aktuelle Wert wird angezeigt.

Tot flow – Der aktuelle Gesamtfluss zum Einlass. Dies ist kein Einstellwert, sondern ein Messwert.

Anleitung: Verwendung von gepackten und nicht definierten Kapillarsäulen

Wenn die Säule nicht definiert ist, so können nur die flussgeregelten Modi benutzt werden.

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
2. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und geben Sie eine Temperatur ein. (Der Fluss durch die Säule wurde in Schritt 4 eingegeben.)

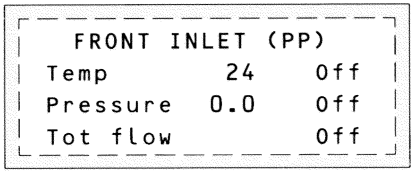


3. Injizieren Sie eine Probe.

Geben sie den Säulenfluss aus der Säulentabelle ein. Der Gesamtfluss in der Einlasstabelle ist die Summe des Säulenflusses und des Septum-Spülflusses.

Anleitung: Verwendung von definierten Kapillarsäulen

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
2. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und geben Sie eine Temperatur ein.



3. Injizieren Sie eine Probe.

Wartung eines Einlasssystems mit Septumspülung für gepackte Säulen

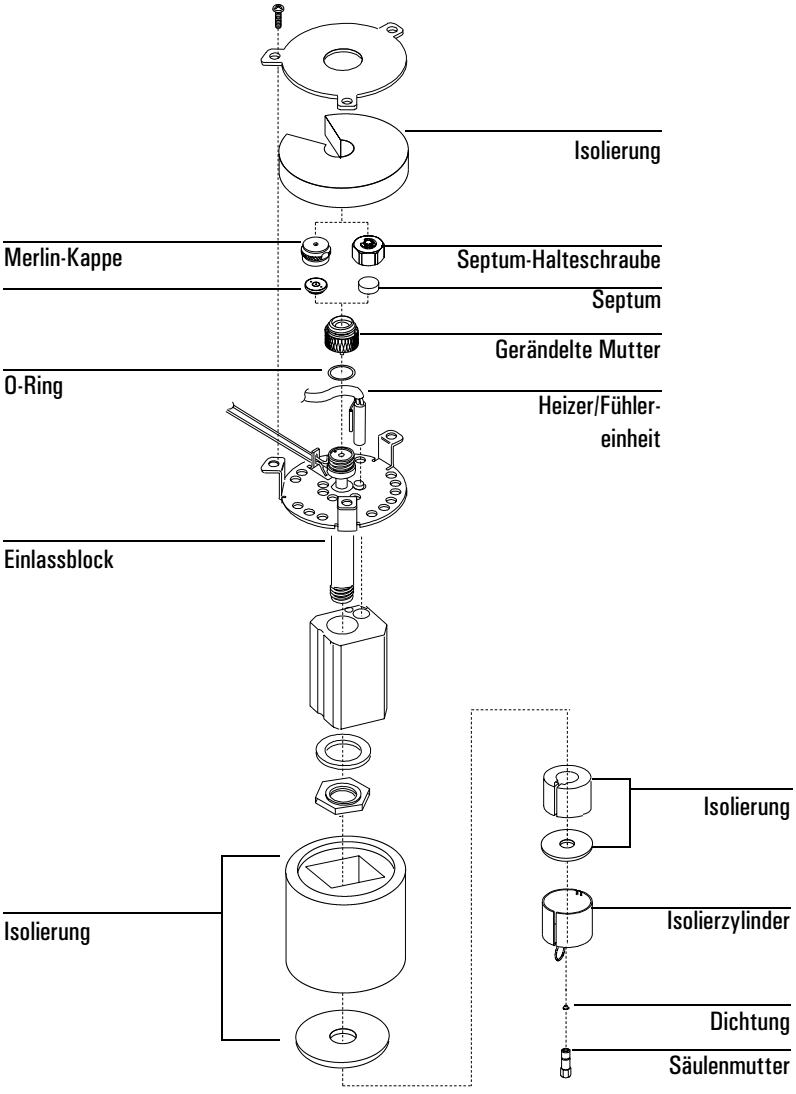


Abbildung 51 Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen

Anleitung: Austausch des Septums

Ist ein Septum undicht, ist dies an verlängerten oder driftenden Retentionszeiten, an geringerer Wiederfindung und/oder am Verlust des Säulenvordrucks zu erkennen. Des Weiteren steigt das Grundrauschen an.

Die Lebensdauer von Septen hängt von der Häufigkeit der Injektionen und der Nadelqualität ab. Scharten, scharfe Kanten, raue Oberflächen oder eine verbogene Spitze an der Nadel verringert die Lebensdauer des Septums. Ist das Gerät ständig in Betrieb, sollte das Septum täglich gewechselt werden.

Der zu wählende Septumtyp hängt von Ihren chromatographischen Erfordernissen ab. Eine weitere verfügbare Option ist das Merlin Microseal™ Septum, eine Lippendichtung (Duckbill Septum), die geringeres Bluten und längere Lebenszeit bringt, wenn sie zusammen mit dem 7683 Automatic Liquid Sampler und den empfohlenen Spritzen eingesetzt wird. Sie können Septen direkt von Agilent bestellen; für weitere Bestellinformationen sehen Sie im Agilent Verbrauchsmaterial- und Zubehörkatalog nach.

Tabelle 38 Geeignete Septen für das Einlasssystem für gepackte Säulen mit Septumspülung

Beschreibung	Bestellnr.
11-mm Septum, low-bleed rot	5181-1263
11-mm Septum mit Bohrung, low-bleed rot	5181-3383
11-mm Septum, low-bleed grau	5080-8896
Merlin Microseal Septum (30 psi)	5181-8815
11-mm Hochtemperatur-Silikon-Septum (350°C und höher)	5182-0739

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

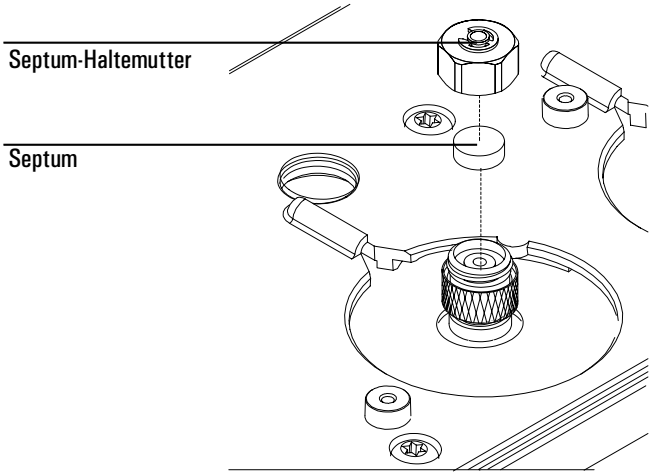
VORSICHT Während des Septumwechsels ist der Säulenfluss unterbrochen; da Säulen durch erhöhte Temperaturen ohne Trägergas zerstört werden können, kühlen Sie den Ofen auf Raumtemperatur, bevor Sie fortfahren.

Benötigte Materialien:

- Handschuhe (wenn der Injektor heiß ist)
- Neues Septum – Artikelnummern siehe Tabelle 38
- Septumschlüssel (Art. Nr. 19251-00100)
- ein spitzer Gegenstand aus Kunststoff oder Holz, um das Septum aus dem Einlass zu entfernen
- Stahlwolle fein (optional)
- Kornzange oder Pinzette
- Gefilterte Druckluft oder Stickstoff (optional)

1. Vorbereitende Schritte:
   - Sichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Schalten Sie den Säulenofen aus und lassen Sie ihn auf Raumtemperatur abkühlen.
   - Schalten Sie den Detektor aus.
   - Lassen Sie den Injektor auf Raumtemperatur abkühlen.
   - Schalten Sie den Gasdruck im Einlasssystem ab.

2. Tragen Sie bei heißem Einlass Handschuhe zum Schutz Ihrer Hände. Entfernen Sie die Septum-Haltemutter oder die Merlin-Kappe unter Verwendung eines Gabelschlüssels, falls die Mutter heiß ist oder festsitzt. Nehmen Sie das alte Septum oder das Merlin Microseal heraus.

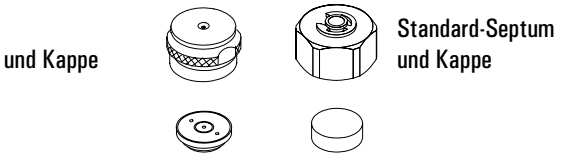


   Bei festsitzendem Septum scharfen Gegenstand zum Entfernen verwenden. Achten Sie darauf, dass Sie nichts beschädigen und alle Teile des alten Septums entfernen.

3. Sind Teile des Septums festgebacken, so nehmen Sie ein kleines Stückchen zusammengedrehte Stahlwolle mit einer Zange oder einer Pinzette, um die Rückstände an der Halteschraube und an der Septumhalterung wegzupolieren. Verwenden Sie Druckluft oder Stickstoff, um die Späne der Stahlwolle und die Septumpartikel herauszublasen.

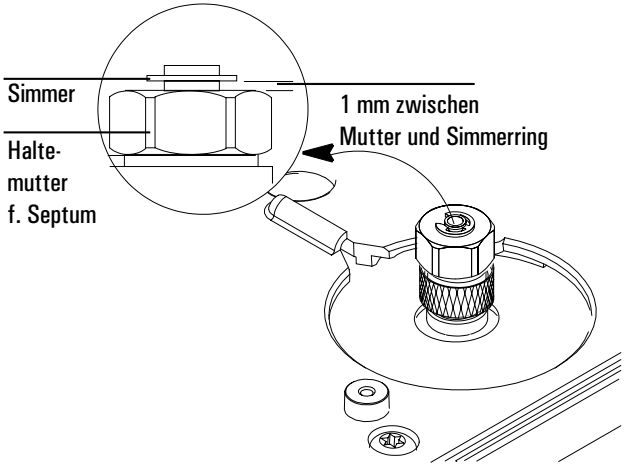
   Nehmen Sie eine Zange, um eine neues Septum oder ein Merlin Microseal einzusetzen. Drücken Sie es fest auf den Septumhalter.

4. Bei der Installation des Merlin Microseals beachten Sie, dass die Seite mit den sichtbaren Metallteilen nach unten zeigt (in Richtung auf den Ofen).



5. Bringen Sie die Halteschraube des Injektors oder die Merlin-Kappe wieder an.

   - Wenn Sie die Standard-Septum-Haltemutter einsetzen, dann ziehen Sie diese mit der Hand an bis sich der Simmerring etwa 1 mm oberhalb der Mutter befindet. Vermeiden Sie ein Überdrehen der Mutter.
   - Wenn Sie eine Merlin-Kappe verwenden, dann ziehen Sie sie fingerfest an, bis sie festsitzt (nicht lose).



Überdrehen Sie die Mutter nicht. Ein zu festes Anziehen drückt das Septum so zusammen, dass vorzeitiges Versagen auftreten kann und Stücke des Septums den Einlass kontaminieren könnten.

6. Stellen Sie die normalen Betriebsbedingungen wieder her.

Anleitung: Austausch des O-Rings

Der O-Ring soll in regelmäßigen Abständen ausgetauscht werden, da er ausleiert und die Ursache von Undichtigkeiten im Injektor sein kann. Um festzustellen ob der O-Ring undicht ist, führen Sie den Lecktest durch, der im Abschnitt „Anleitung: Lecktest an einem EPC-Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen“ beschrieben wird.

O-Ringe enthalten Weichmacher, die ihnen Elastizität geben. Der O-Ring dichtet das obere Ende des Einlasssystems und die Injektorbasis ab. Bei hohen Temperaturen jedoch verflüchtigen sich die Weichmacher, der O-Ring wird hart und kann nicht mehr dichten. Wenn Sie normalerweise bei hohen Injektortemperaturen arbeiten, kann es notwendig sein, den O-Ring öfter zu wechseln.

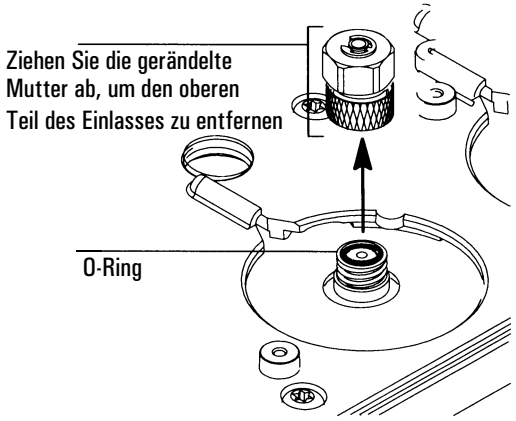
WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen. Tragen Sie Handschuhe zum Schutz Ihrer Hände, falls das Einlasssystem heiß ist.

Benötigte Materialien:

- Handschuhe (wenn der Injektor heiß ist)
- Einen neuen Vito- O-Ring (Art. Nr. 5080-8898)
- Septumschlüssel (Art. Nr. 19251-00100)
- Zange oder Pinzette (optional)

1. Vorbereitende Schritte:
   - Sichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Schalten Sie den Säulenofen aus und lassen Sie ihn auf Raumtemperatur abkühlen.
   - Schalten Sie den Detektor aus.
   - Lassen Sie den Injektor auf Raumtemperatur abkühlen.
   - Schalten Sie den Gasdruck im Einlasssystem ab.
2. Verwenden Sie bei heißem Einlasssystem den Septumschlüssel. Lösen Sie die gerändelte Mutter vollständig. Ziehen Sie die Mutter ab, um den oberen Teil des Einlasssystems zu entfernen.

Der O-Ring ist sichtbar. Enfernen Sie den alten O-Ring. Verwenden Sie bei Bedarf eine Zange, um ihn zu greifen. Mithilfe der Pinzette setzen Sie den neuen O-Ring ein.



3. Setzen sie den oberen Teil des Einlasses wieder ein und ziehen Sie die gerändelte Mutter so fest wie möglich an. Stellen Sie den GC wieder auf normale Betriebsbedingungen.

Anleitung: Lecktest der Gasversorgung

Lecks in der Gasversorgung können die chromatographischen Ergebnisse erheblich beeinflussen. Die folgende Anleitung prüft das Gassystem, nicht aber die Injektorkammer. Ist dieses Teilsystem leckfrei, so gehen Sie zur nächsten Anleitung über, um den Injektor und die Injektorkammer zu prüfen.

Flüssige Lecksuchmittel sind insbesondere in den Bereichen, wo es auf äußerste Sauberkeit ankommt, nicht empfehlenswert.

Sollten Sie dennoch ein Lecksuchspray verwenden, so spülen Sie es sofort wieder ab, um den Seifenfilm zu entfernen.

WARNUNG Ziehen Sie das Netzkabel vom GC ab, um einen möglichen Stromschlag bei der Verwendung eines Lecksuchsprays zu verhindern. Achten Sie darauf, die Seifenlösung nicht auf elektrische Bauelemente, insbesondere auf die Detektorheizung, zu bringen.

Benötigte Materialien:

- Elektronischer Leckdetektor, um Ihre Art von Trägergas zu detektieren, oder eine Lecksuchflüssigkeit. Wenn Sie ein flüssiges Lecksuchmittel verwenden, beseitigen Sie es nach dem Test wieder.
- Zwei 7/16"-Schraubenschlüssel

1. Prüfen Sie jede Verschraubung mit dem Leckdetektor.
2. Ziehen Sie undichte Verbindungen an. Überprüfen Sie diese. Fahren Sie fort die Verbindungen zu überprüfen, bis alle Verschraubungen leckfrei sind.

Anleitung: Lecktest an einem EPC-Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen

Dieses Verfahren zeigt Ihnen, ob das Einlasssystem ein Leck aufweist. Machen Sie den Lecktest am Einlasssystem bei normaler Betriebstemperatur, da der O-Ring ein Leck aufweisen kann, wenn er auf Raumtemperatur abgekühlt ist.

Benötigte Materialien:

- Handschuhe (wenn der Injektor heiß ist)
- Septumschlüssel (Art. Nr. 19251-00100)
- 1/8" SWAGELOK-Kappe (Art. Nr. 5180-4120)

Bei Verwendung von Kapillarsäulen:

- Ferrul ohne Loch
- 7/16"-Schraubenschlüssel

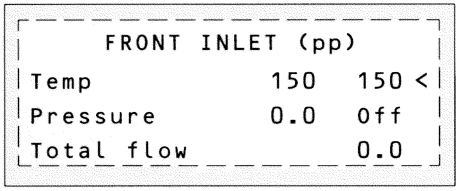
Bei Verwendung von gepackten Säulen:

- Blindstopfen aus Vespel
- 9/16"-Schraubenschlüssel

1. Vorbereitende Schritte:
   - Sichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Schalten Sie den Säulenofen aus und lassen Sie ihn auf Raumtemperatur abkühlen. Nach Abkühlen des Ofens schalten Sie den Einlassdruck aus.

- Entfernen Sie die Säule, falls eine installiert ist und verschließen Sie den Säulenanschluss mit dem Blindstopfen. Bei Verwendung von Kapillarsäulen setzen Sie ein Ferrul ohne Loch in die Säulenmutter als Stopfen ein. Bei gepackten Säulen verwenden Sie den Vespelstopfen.
- Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues. Nähere Informationen entnehmen Sie bitte dem Kapitel „Anleitung: Austausch des Septums“.
- Überprüfen Sie den O-Ring und ersetzen Sie ihn, falls dieser hart, versprödet oder gerissen ist. Weitere Informationen zum Austausch des O-Rings finden Sie auf Seite 350.
- Stellen Sie sicher, dass der Druck der Gasversorgung mindestens 35 psi beträgt.
- Verschließen Sie den Septum-Spülausgang mit einer 1/8" SWAGELOK Schraubkappe.
- Spezifizieren Sie eine Kapillarsäule, um den Einlass in den druckgesteuerten Modus (Pressure Control Mode) zu bringen. Geben Sie [Column 1] oder [Column 2] und irgendeinen Durchmesser (z.B. 320) und als Länge 0 ein. Geben Sie dann [Enter] ein.

2. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet], um die Parametertabelle zu öffnen.



3. Stellen Sie das Einlasssystem auf die normale Betriebstemperatur.
4. Stellen Sie den Druck im Einlasssystem auf 25 psi ein. Warten Sie ein paar Minuten, bis der Druck stabil ist. Der Druck kann während der Equilibrierung kurzzeitig den eingestellten Sollwert überschreiten. Wenn das System den vorgesehenen Druck nicht erreichen kann, dann existiert entweder ein großes Leck oder der Vordruck ist zu niedrig.

5. Schalten Sie den Gasdruck im Einlasssystem ab. Da der Säulenanschluss mit einer Kappe versehen ist, sollte der Druck annähernd konstant bleiben.

   Beobachten Sie den Druck für zehn Minuten. Wenn der Druckabfall 0.3 psi (0.03 psi/Min. oder weniger) ist, können Sie annehmen, dass das Einlasssystem leckfrei ist. Sollte der Druckabfall größer als 0.7 psi sein, dann lesen Sie unter „Beseitigung von Lecks“ auf Seite 357 nach.

Anleitung: Lecktest an einem Nicht-EPC-Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen

Dieses Verfahren zeigt Ihnen, ob das Einlasssystem ein Leck aufweist. Machen Sie den Lecktest am Einlasssystem bei normaler Betriebstemperatur, da der O-Ring ein Leck aufweisen kann, wenn er auf Raumtemperatur abgekühlt ist.

Benötigte Materialien:

- Handschuhe (wenn der Injektor heiß ist)
- Septumschlüssel (Art. Nr. 19251-00100)
- 1/8" SWAGELOK-Kappe (Art. Nr. 5180-4120)

Bei Verwendung von Kapillarsäulen:

- Ferrul ohne Loch
- 7/16"-Schraubenschlüssel

Bei Verwendung von gepackten Säulen:

- Blindstopfen aus Vespel
- 9/16"-Schraubenschlüssel

1. Vorbereitende Schritte:
   - Sichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Schalten Sie den Säulenofen aus und lassen Sie ihn auf Raumtemperatur abkühlen. Nach Abkühlen des Ofens schalten Sie den Einlassdruck aus.

- Entfernen Sie die Säule, falls eine installiert ist und verschließen Sie den Säulenanschluss mit dem Blindstopfen. Bei Verwendung von Kapillarsäulen setzen Sie ein Ferrul ohne Loch in die Säulenmutter als Stopfen ein. Bei gepackten Säulen verwenden Sie den Vespelstopfen.
- Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues. Nähere Informationen entnehmen Sie bitte dem Kapitel „Austausch des Septums“.
- Überprüfen Sie den O-Ring und ersetzen Sie ihn, falls dieser hart, versprödet oder gerissen ist. Weitere Informationen zum Austausch des O-Rings finden Sie im Kapitel „Austausch des O-Ringes“.
- Stellen Sie sicher, dass der Druck der Gasversorgung mindestens 30 psi beträgt.

2. Stellen Sie den Injektor auf seine normale Betriebstemperatur.
3. Verschließen Sie den Septum-Spülauslass mit einer 1/8" SWAGELOK-Kappe.
4. Stellen Sie das Gas zum Einlasssystem an der Bombe an und den Druck auf 30 psi ein. Öffnen Sie das Ventil vollständig, indem Sie den Knopf so weit wie möglich im Uhrzeigersinn drehen. Warten Sie zwei Minuten, um die Äquilibrierung sicherzustellen. Die Manometeranzeige auf der Vorderseite sollte stabil sein.
5. Stellen Sie den Säulenvordruck ab, indem Sie die Flusskontrolle im Uhrzeigersinn bis zum Ende drehen. Drehen Sie nicht zu weit, da Sie sonst den Ventilsitz beschädigen könnten.
6. Stellen Sie das Gas an der Bombe ab. Beobachten Sie den Druck für zehn Minuten. Sie können die Stoppuhrfunktion (Stopwatch) des GC benutzen. Ein Druckabfall von 0.7 psig (0.07psi/Min oder weniger) ist akzeptabel.

   Wenn der Druckabfall kleiner als 0.7 psi/Min ist, können Sie annehmen, dass das Einlasssystem leckfrei ist.

   Sollte der Druckabfall viel größer als 0.7 psi (0.07 psi/min) sein, dann lesen Sie unter „Anleitung: Beseitigung von Lecks“ nach.

Anleitung: Beseitigung von Lecks

Benötigte Materialien:

- Elektronischer Leckdetektor für den verwendeten Gastyp
- Werkzeug, um die Verbindungen des undichten Einlasses festzuziehen (wenn Lecks festgestellt wurden)

1. Verwenden Sie den Leckdetektor, um alle Bereiche des Einlasssystems zu überprüfen, die evtl. leck sein könnten. Es handelt sich um folgende Bereiche:

   - Das Septum und/oder die Septumschraube
   - Das 1/4"-Ferrul (bei Verwendung eines Liners)
   - Den O-Ring
   - Den mit einer Schraubkappe versehenen Spülausgang
   - Die verschlossene Säulenverschraubung
   - Die gerändelte Mutter
   - Den Anschluss der Gasleitung am Einlass

   Wenn kein Liner verwendet wird, muss die Säule mit einer 1/4" SWAGELOK Kappe oder etwas Ähnlichem verschlossen werden.

2. Beseitigen Sie mögliche Leckagen durch weiteres Zudrehen von Verschraubungen mit einem geeigneten Gabelschlüssel. Sie sollten dann den Lecktest nochmals durchführen.

   Wenn der Druckabfall kleiner als 0.03 psi/Min. ist, können Sie annehmen, dass das Einlasssystem leckfrei ist.

   Fällt der Druck schneller als der o.g. Wert, so fahren Sie fort, nach weiteren Lecks zu suchen und machen Sie erneut den Drucktest. Sind alle Verschraubungen leckfrei, aber das Einlasssystem verliert immer noch zu viel Druck, so könnte es notwendig sein, das ganze Einlassmodul auszutauschen. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.

Anleitung: Reinigung des Einlasssystems

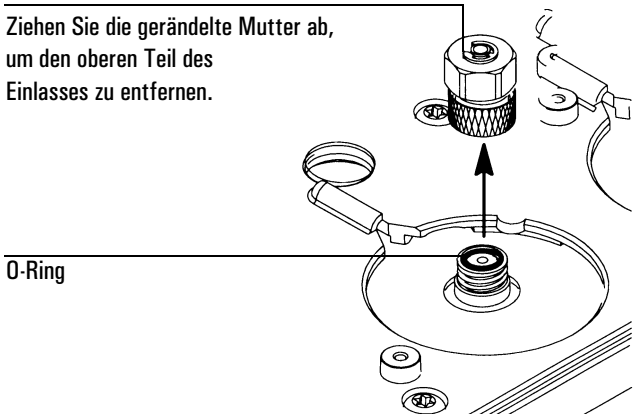
Es ist unwahrscheinlich, dass das Einlasssystem häufig eine so sorgfältige Reinigung benötigt, wie sie hier beschrieben wird, jedoch können sich gelegentlich Ablagerungen der injizierten Proben im Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen bilden. Vor der Reinigung des Einlasssystems ersetzen Sie zunächst verschmutzte Liner und Glaseinsätze durch saubere. Unter „Anleitung: Installation von Linern“ und „Anleitung: Installation von Glaseinsätzen“ finden Sie hierzu weitere Anweisungen. Falls ein Austausch Probleme nicht beseitigt, reinigen Sie das Einlasssystem.

Benötigte Materialien:

- Reinigungsbürstchen – Das FID-Reinigungs-Set enthält geeignete Bürstchen (Art. Nr. 9301-0985).
- Geeignetes Lösungsmittel, um die Ablagerungen im Einlass zu beseitigen,
- Gefilterte, trockene Druckluft oder Stickstoff

1. Vorbereitende Schritte:
    - Sichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
    - Schalten Sie alle beheizten Zonen aus – warten Sie bis sie abgekühlt sind.
    - Drehen Sie alle Gasflüsse zum Einlass an der Gasversorgung ab.
    - Schalten Sie den GC ab und ziehen Sie das Netzkabel heraus.
    - Ersetzen Sie das Septum, wenn es beschädigt oder schmutzig ist. Für weitere Anweisungen siehe „Anleitung: Austausch des Septums“.
    - Entfernen Sie die Säule, den Liner und den Glaseinsatz. Sehen Sie hierzu unter „Säulen und Filter“ nach.

2. Lösen Sie die gerändelte Mutter und ziehen Sie sie ab. Der O-Ring ist sichtbar. Enfernen Sie den alten O-Ring, falls dieser hart, versprödet oder gerissen ist. Die Anleitung hierzu finden Sie im Kapitel „Anleitung: Austausch des O-Rings“.



3. Verwenden Sie eine Lichtquelle, um die Innenwände des Einlasses vom Ofen aus zu beleuchten, während Sie von oben durch den Einlass schauen. Vorhandene Ablagerungen sollten so sichtbar sein.
4. Führen Sie die Bürste in den Injektor ein. Schrubben Sie die inneren Wände kräftig, um alle Ablagerungen zu entfernen. Gegebenenfalls feuchten Sie die Bürste mit Lösungsmittel an. Verwenden Sie Druckluft oder Stickstoff, um den Injektor trocken zu blasen und die gelösten Verunreinigungen zu entfernen.
5. Setzen Sie das Oberteil des Injektors wieder ein und ziehen Sie die gerändelte Mutter wieder fest. Setzen Sie die Säule wieder ein (die Anleitung dazu finden Sie im Kapitel „Verfahren zur Installation von gepackten Glassäulen“).
6. Stellen Sie den GC wieder auf normale Betriebsbedingungen ein.

16 Der Cool-On-Column-Einlass

Die Verwendung des Cool-On-Column-Einlasssystems

Hardware

Säulen und Filter

Automatische oder manuelle Injektion mit Septumhalterung

Septumhalterungen
Septen

Manuelle Probenaufgabe mit gekühlter Nadelführung und Lippendichtung (Duckbill Septum)

Anleitung: Austausch der Septumhalterung oder der gekühlten Nadelführung und des Septums
Anleitung: Installation des Einsatzes
Anleitung: Überprüfung des Größenverhältnisses Nadel zu Säule
Anleitung: Manuelle Probenaufgabe mit Septumhalterung
Anleitung: Manuelle Probenaufgabe mit gekühlter Nadelführung

Unbelegte Vorsäule (Retention Gap)

Temperatur im Einlass

Schnellabkühlung (CryoBlast, optional)
Ofennachführung (Track oven mode)
Temperaturprogrammierung
Betrachtungen zum Tieftemperaturbetrieb
Einstellbereiche
Anleitung: Programmierung der Temperatur
Anleitung: Arbeiten mit dem On-Column-Einlasssystem

Wartung eines Cool-On-Column-Einlasssystems

Probleme mit dem Cool-On-Column-Einlass

Der Einlass kühlt sehr langsam
Der Einlass erreicht die eingestellte Solltemperatur nicht
Die Spritzennadel verbiegt sich während der Probenaufgabe
Anleitung: Austausch der Quarz-Spritzennadel
Anleitung: Einbau einer Quarznadel

Austausch des Septums

Anleitung: Reinigung des Einlasssystems
Anleitung: Reinigung des Einlasssystems
Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung

Anleitung: Lecktest an einem Cool-On-Column-Einlasssystem
Anleitung: Beseitigung von Lecks

Der Cool-On-Column-Einlass

Die Verwendung des Cool-On-Column-Einlasssystems

Dieser Einlass bringt flüssige Proben direkt und unverdampft auf die Kapillarsäule. Dazu muss sowohl das Einlasssystem als auch der Säulenofen bei der Probenaufgabe mit Temperaturen am oder unterhalb des Siedepunktes des Lösungsmittels betrieben werden. Da die Probe nicht sofort im Einlass verdampft, werden Probleme mit der Probendiskriminierung und dem Probenzerfall minimiert. Bei sorgfältiger Ausführung liefert die Cool-On-Column Injektion akkurate und genaue Ergebnisse.

Der Einlass kann im so genannten Ofennachführmodus (Track Ofen Modus) betrieben werden, bei dem die Einlasstemperatur der Ofentemperatur folgt, oder Sie können bis zu drei Temperaturstufen programmieren. Es gibt auch die Möglichkeit der Kühlmittelkühlung, bei der CO_2 oder flüssiger Stickstoff (N_2) verwendet wird, um Temperaturen unterhalb der Umgebungstemperatur zu erreichen.

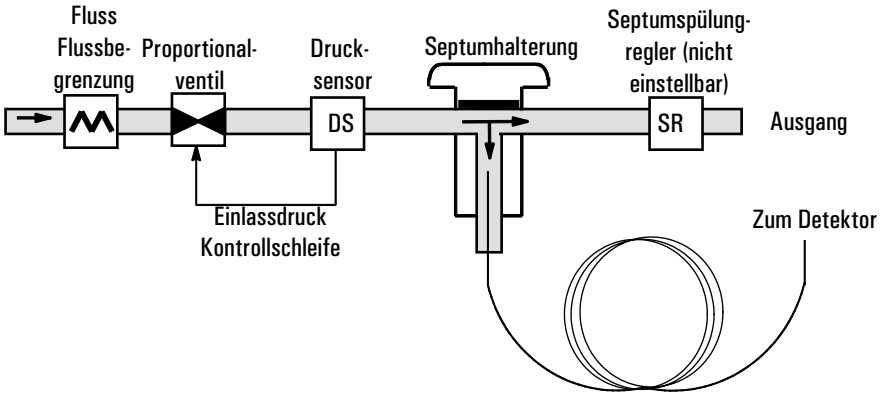


Abbildung 52 Cool-On-Column-Kapillareinlasssystem mit EPC

Hardware

Da die Probe direkt auf die Säule aufgetragen wird, wird der Großteil der benötigten Hardware vom Innendurchmesser der Säule bestimmt. Auch die Art der

Probenaufgabe, ob manuell oder automatisch, muss berücksichtigt werden. Tabelle 39 ist eine Checkliste zur Auswahl der Hardware und zeigt, wo die entsprechenden Anweisungen zur Installation der Hardware und zur Probenaufgabe zu finden sind.

Beachten Sie, dass Sie hier automatische Injektionen auf einer 250 µm/320 µm-Säule mit einem 7683 ALS durchführen. Sie müssen deshalb Ihren Autosampler für den On-Column-Einsatz adaptieren. Einzelheiten dazu finden Sie in den Betriebshandbüchern, die in der unten stehenden Tabelle 39 aufgeführt sind.

Tabelle 39 Checkliste zur Hardware und den Arbeitsanweisungen

Automatische Probenaufgabe	Manuelle Probenaufgabe mit Septumverschraubung	Manuelle Probenaufgabe mit gekühlter Nadelführung
Hardware		
Artikelnummern siehe Tabelle 40	Artikelnummern siehe Tabelle 40	Artikelnummern siehe Tabelle 41
❒ Septumverschraubung ❒ Einsatz ❒ Edelstahlnadel	❒ Septumverschraubung ❒ Septum ohne Bohrung ❒ Einsatz ❒ Edelstahlnadel	❒ gekühlte Nadelführung ❒ Lippendichtung (Duckbill Septum) ❒ Einsatz ❒ Quarznadel (Säulen ≥200 µm) oder ❒ Edelstahlnadel (Säulen ≥250 µm)
Wo sind die Anleitungen zu finden		
❒ Installation des Einsatzes, Seite 368 ❒ Austausch der Septumhalterung oder der gekühlten Nadelführung, Seite 367	❒ Installation des Einsatzes, Seite 368 ❒ Austausch der Septumhalterung oder der gekühlten Nadelführung, Seite 367	❒ Installation des Einsatzes, Seite 368 ❒ Austausch der Septumhalterung oder der gekühlten Nadelführung, Seite 367
❒ Überprüfen der Größenverhältnisse Nadel zu Säule, Seite 369 ❒ 7683 Automatischer Flüssigprobengeber Installationshandbuch, Teile Nr. G2613-90107 ❒ 7683 Automatischer Flüssigprobengeber Installationshandbuch, Teile Nr. G2612-90117	❒ Manuelle Probenaufgabetechnik mit Septumhalterung und Edelstahlnadel, Seite 369	❒ Manuelle Probenaufgabe mit gekühlter Nadelführung und Lippendichtung, Seite 370 *und* Austausch der Quarz-Spritzennadel, Seite 378

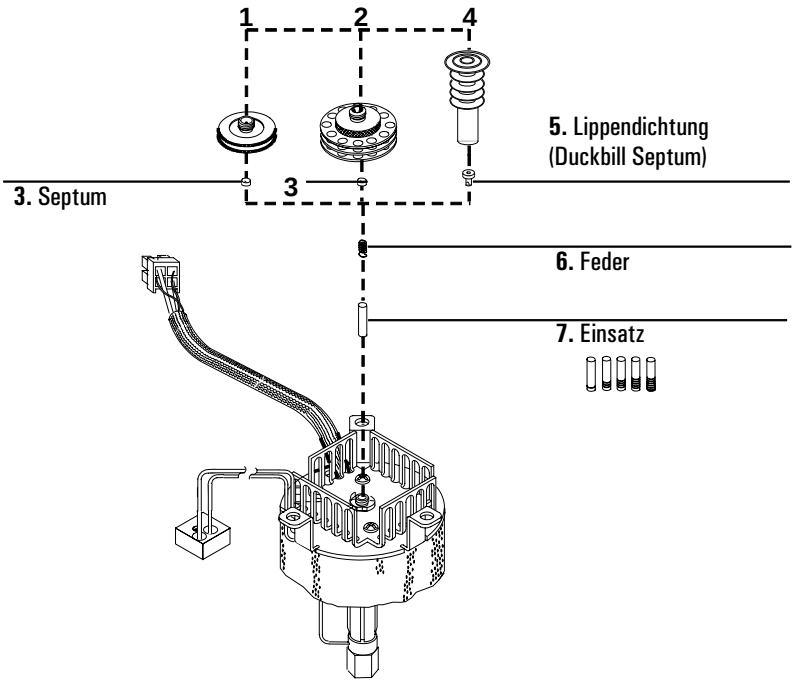


Abbildung 53 Hardware für den Cool On-Column-Einlass

Septumverschraubung und Septum, manuelle oder automatische Injektion

1. Septumverschraubung (Teile Nr. 19245-80521) zum Einsatz mit 250-µm- und 320-µm–Säulen. Siehe Probengeber-Handbuch für Informationen über Nadel
2. Septumverschraubung (Teile Nr. G1545-80520) zum Einsatz mit 530-µm-Säulen
3. Septum

Gekühlte Nadelführung und Lippendichtung, manuelle Injektion

4. Gekühlte Nadelführung (Art. Nr. 19320-80625)
5. Lippendichtung (Art. Nr. 19245-40050) für Säulen mit ID von 200 mm und größer

Für alle Anwendungen:

6. Feder, hält den Einsatz in Position
7. Einsatz, führt die Nadel gerade in die Säule. Die Auswahl erfolgt gemäß Säule und Nadel. Siehe Tabelle 40 und Tabelle 41

Automatische oder manuelle Injektion mit Septumhalterung

Wählen Sie eine Nadel, eine Septumhalterung und einen Glaseinsatz gemäß dem Innendurchmesser Ihrer Säule. Ziehen Sie Tabelle 40 zu Rate, um die Hardware für Ihre Probenaufgabe zu wählen. Bei manueller Probenaufgabe mit Lippendichtung verwenden Sie Tabelle 41.

Septumhalterungen

19245-80521

G1545-80520

Tabelle 40 Automatische oder manuelle Injektion mit Edelstahlnadel

Säulentyp und Innendurchmesser	Nadel Art. Nr.*	Septumhalterung Art. Nr.	Einsatz Art. Nr.
Quarz:			
530 µm id	5182-0832**	G1545-80520	19245-20580 (keine Ringe)
320 µm id	5182-0831	19245-80521	19245-20525 (5 Ringe)
250 µm id	5182-0833	19245-80521	19245-20515 (6 Ringe)
200 µm id	Verwenden Sie gekühlte Nadelführung und Lippendichtung		19245-20510 (1 Ring)
Aluminum-beschichtet, 530 µm id	5182-0832	G1545-80520	19245-20780 (4 Ringe)
Glas-Kapillarsäule			
320 µm id	5182-0831	19245-20670	19245-20550 (3 Ringe)
250 µm id	5182-0833	19245-20670	19245-20550 (3 Ringe)

* Bestellen Sie Spritzen mit austauschbarer Nadel, Art. Nr. 5182-0836. Bei manueller Probenaufgabe müssen Sie zusätzlich einen Kolbenknopf (plunger button) bestellen, Art. Nr. 5181-8866.

** Viele andere Nadeln können zur Injektion auf eine 530-µm-Säule verwendet werden. Hinweise finden Sie im Agilent Verbrauchsmaterial- und Zubehörkatalog.

Septen

Verwenden Sie ein Septum ohne Bohrung (5181-1261) für die manuelle Injektion oder ein durchbohrtes (Through-Hole) Septum (5181-1260) für den Autoinjektor.

Manuelle Probenaufgabe mit gekühlter Nadelführung und Lippendichtung (Duckbill Septum)

Benutzen Sie für diese Art der manuellen Probenaufgabe entweder Spritzen mit Quarznadeln oder mit austauschbaren Edelstahlnadeln. Wählen Sie in Tabelle 41 den richtigen Glaseinsatz und die passende Spritze.

Tabelle 41 Hardware für manuelle Probenaufgabe – gekühlte Nadelführung und Lippendichtung

Säulentyp und Innendurchmesser	Einsatz (Art. Nr.)
Quarz	
530 µm	19245-20580 (keine Ringe)
320 µm	19245-20525 (5 Ringe)
250 µm	19245-20515 (6 Ringe)
200 µm	19245-20510 (1 Ring)
Aluminum-beschichtet, 530 µm	19245-20780 (4 Ringe)
Glas-Kapillarsäule	19245-20550 (3 Ringe)
Spritze und Nadel	
Für Quarznadeln	
Quarznadel-Spritze	9301-0658
Ersatznadeln, Quarzglas, 0,18 mm (6 pk)	19091-63000
Ersatz Teflon® Ferrule für die Spritze	0100-1389
Für Edelstahlnadeln	
Austauschbare Spritzennadel, 10 µL	5182-9633
Ersatznadeln, 0,23 mm (3 pk)	5182-9645

Anleitung: Austausch der Septumhalterung oder der gekühlten Nadelführung und des Septums

Wenn der Einsatz ausgetauscht werden muss, lesen Sie auch den nächsten Abschnitt, „Anleitung: Installation des Einsatzes“.

1. Drücken Sie [Oven] und stellen Sie den Ofen auf 35°C. Schalten Sie den Ofen aus, sobald diese Temperatur erreicht ist. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und schalten Sie Heizung und Druck des Einlasses ab.

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Die Verschraubungen des Einlasssystems können sehr heiß sein und Verbrennungen verursachen.

2. Entfernen Sie die Septumhalterung oder die gekühlte Nadelführung an der Oberseite des Einlasssystems (siehe Abbildung 53). Bei Verwendung einer gekühlten Nadelführung greifen Sie die drei Ringe und schrauben sie ab. Bei Verwendung einer Septumhalterung greifen Sie die Rändelung und schrauben sie ab.

   An der Injektorbasis sollte sich eine kleine Feder befinden. Wenn die Feder in der Septumhalterung feststeckt, platzieren Sie die Feder wieder in der Injektorbasis.

3. Entfernen Sie bei einer *Septumhalterung* das alte Septum mit einer Pinzette oder einem anderen geeigneten Werkzeug. Verwenden Sie eine Pinzette zum Einsetzen des neuen Septums. Drücken Sie das Septum in die Septumhalterung, bis es korrekt sitzt.

   Lokalisieren Sie bei der *gekühlten Nadelführung* die Lippendichtung und installieren Sie diese an der Injektorbasis, sodass die Lippendichtung innerhalb der Spiralfeder sitzt.

4. Installieren Sie die Septumhalterung oder die gekühlte Nadelführung wieder und ziehen Sie die Verschraubungen fest an.

5. Überprüfen Sie vor dem Einspritzen einer Probe die Ausrichtung der gesamten Einheit.

Anleitung: Installation des Einsatzes

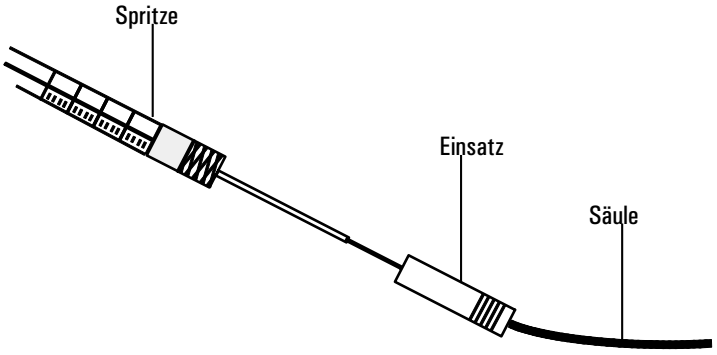
1. Wählen Sie einen passenden Einsatz. Ziehen Sie dazu Tabelle 40 oder Tabelle 41 zu Rate.
2. Drücken Sie [Oven] und stellen Sie den Ofen auf 35°C. Schalten Sie den Ofen aus, sobald diese Temperatur erreicht ist. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und schalten Sie Heizung und Druck des Einlasses ab.
3. Bauen Sie die Säule, die Säulenverschraubung und das Ferrul aus.
4. Entfernen Sie die Septumhalterung oder die gekühlte Nadelführung an der Einlassoberseite. Nehmen Sie das Septum nur dann aus der Septumhalterung, wenn Sie es ersetzen wollen. Bei Bedarf wird das vorhandene Septum bzw. die Lippendichtung durch ein neues Teil ersetzt. Ausführliche Anleitungen finden Sie im Kapitel „Wartung eines Cool-On-Column-Einlasssystems“. Legen Sie die Septumhalterung oder die gekühlte Nadelführung des Einlasses beiseite.
5. Ziehen Sie die Feder mit einem geeigneten Draht aus dem Einlass und legen diese zur Seite. Achten Sie darauf, die Feder nicht zu verlieren oder zu beschädigen, da sie dazu dient, den neuen Einsatz in der richtigen Position zu halten.
6. Nehmen Sie den Einsatz aus dem Einlass, indem Sie ihn vorsichtig von unten mit einem Draht oder einem Säulenstück herausschieben. Heben Sie den Einsatz für einen möglichen späteren Gebrauch auf.
7. Setzen Sie den neuen Einsatz gerade von der Oberseite in den Einlass ein.
8. Ersetzen Sie die Feder oben am Einsatz.
9. Montieren Sie die Septumhalterung oder die Lippendichtung und die gekühlte Nadelführung und ziehen Sie diese mit der Hand fest.
10. Bringen Sie die Säule, die Säulenverschraubung und das Ferrul wieder an.

Anleitung: Überprüfung des Größenverhältnisses Nadel zu Säule

VORSICHT Dies gilt nur für 250–µm- und 320-µm–Säulen.

Nach Wahl eines Einsatzes und vor dem Einbau einer Säule müssen Sie die Nadel-Säulen-Größe prüfen, um sicherzustellen, dass Ihre Nadel in die Säule passt. Die Nadel könnte sich verbiegen, wenn Sie versuchen, die Nadel in eine Säule mit einem kleinen Innendurchmesser zu schieben. Verwenden Sie den Einsatz, der die gleiche Größe wie Ihre Spritzennadel hat, um festzustellen, ob die vorgesehene Säule die richtige Größe aufweist.

1. Identifizieren Sie den passenden Einsatz.
2. Schieben Sie die Säule, wie in der nachfolgenden Abbildung zu sehen ist, in ein Ende des Einsatzes.



3. Schieben Sie die Spritzennadel durch das andere Ende des Einsatzes und in die Säule. Lässt sich die Nadel nicht leicht in die Säule schieben, drehen Sie den Einsatz um und versuchen es erneut.

Wenn die Nadel immer noch nicht in die Säule passt, haben Sie wahrscheinlich eine Säule mit einem falschen Innendurchmesser. Prüfen Sie, ob die Säule korrekt bezeichnet ist und versuchen Sie es mit einer anderen Säule.

Anleitung: Manuelle Probenaufgabe mit Septumhalterung

Vergewissern Sie sich vor der Probenaufgabe, dass die richtige Septumhalterung und das richtige Septum installiert sind.

1. Tauchen Sie die Spritze in die Probe; bewegen Sie den Spritzenkolben mehrfach auf und ab, um die Luft aus dem Spritzenkörper und der Nadel herauszudrücken.
2. Ziehen Sie die Probe in die Spritze auf.
3. Nehmen Sie die Nadel aus der Probe und ziehen Sie ungefähr 1 µl Luft in die Spritze.
4. Wischen Sie die Nadel trocken, falls sie feucht ist.
5. Führen Sie die Nadel gerade in die Septumhalterung ein, durchstechen Sie das Septum und schieben Sie die Nadel vollständig bis zum Ende in den Einlass.
6. Starten Sie den Analysenlauf, drücken Sie den Spritzenkolben *so schnell wie möglich* herunter und ziehen Sie die Spritze aus dem Einlass.

Diese Schritte sind schnell hintereinander, ohne große Verzögerung auszuführen.

Anleitung: Manuelle Probenaufgabe mit gekühlter Nadelführung

Vergewissern Sie sich bei der Probenaufgabe mit Quarz- oder Edelstahlnadeln, dass die gekühlte Nadelführung und die Lippendichtung am Einlass installiert sind. Der Anfangsdruck muss auf weniger als 30 psi gestellt werden. Höhere Drücke erschweren das Einführen der Nadel.

1. Tauchen Sie die Spritzennadel in die Probe und bewegen Sie den Spritzenkolben mehrfach auf und ab, um die Luft aus dem Spritzenkörper und der Nadel herauszudrücken.
2. Ziehen Sie die Probe in die Spritze auf. Lassen Sie der Flüssigkeit genügend Zeit, um durch die enge Bohrung der Nadel zu strömen.
3. Nehmen Sie die Nadel aus der Probe und ziehen Sie ungefähr 1 µL Luft in die Spritze. Wischen Sie die Nadel mit einem mit Lösungsmittel befeuchteten Tuch ab.
4. Drücken Sie die Oberseite der gekühlten Nadelführung mit einem Bleistift herunter, um die Lippendichtung zu öffnen.

WARNUNG Die gekühlte Nadelführung kann heiß sein!

5. Halten Sie die gekühlte Nadelführung heruntergedrückt und führen Sie die Nadel vollständig in den Einlass ein. Dabei kann ein Abfallen der Druckanzeige in der Parametertabelle beobachtet werden.

   Wenn sich die Nadel nicht ganz einschieben lässt, versuchen Sie die Spritze zu drehen und die gekühlte Nadelführung weniger stark herunterzudrücken.

   Wenn die Nadel immer noch nicht eingeführt werden kann, ist möglicherweise die Lippendichtung nicht durchgängig. Bauen Sie die Lippendichtung aus, öffnen Sie die Durchführung manuell und bauen Sie die Dichtung wieder ein.

6. Nachdem die Nadel in die Säule eingeführt ist, lassen Sie die gekühlte Nadelführung los und schieben Sie die Nadel weiter. Warten Sie ein bis zwei Sekunden, bis der Rückdruck an der Lippendichtung wieder für eine gute Dichtung um die eingeführte Nadel sorgt.

7. Starten Sie den GC, drücken Sie den Spritzenkolben so schnell wie möglich herunter und ziehen Sie die Nadel aus dem Einlass.

Unbelegte Vorsäule (Retention Gap)

Da die Probe direkt auf die Säule injiziert wird, empfiehlt es sich, zum Schutz Ihrer Trennsäule eine unbelegte Vorsäule – oder eine Vorsäule – einzusetzen. Eine unbelegte Vorsäule ist eine deaktivierte Säule, die zwischen den Einlass und die analytische Säule gesetzt wird. Die Länge der unbelegten Vorsäule sollte mindestens 1 m pro 1 µl injizierte Probenmenge betragen. Weitere Bestellinformationen finden Sie im Agilent Verbrauchsmaterial- und Zubehörkatalog

Bei Benutzung einer unbelegten Vorsäule mit einer *definierten Säule* kann die Länge der unbelegten Vorsäule Auswirkungen auf die Berechnung des Durchflusses und der linearen Geschwindigkeit durch Ihre Säule haben. Wenn die unbelegte Vorsäule denselben Innendurchmesser wie Ihre Trennsäule besitzt, sollten Sie die Länge der unbelegten Vorsäule zur Säulenlänge hinzurechnen, bevor Sie die Zahl in die Parametertabelle „Säule“ eingeben. Wenn der Innendurchmesser der unbelegten Vorsäule größer als Ihre Säule ist, ist dies nicht erforderlich.

Temperatur im Einlass

Schnellabkühlung (CryoBlast, optional)

CryoBlast verkürzt die Wartezeit zwischen zwei Analysen. Besitzt Ihr GC ein CO_2- oder N_2- Cryoventil und die Schnellabkühleinrichtung, kann der Einlass im Track Oven-Modus oder Temperaturprogramm-Modus bis auf –37°C heruntergekühlt werden.

Ofennachführung (Track oven mode)

Im Track oven-Modus bleibt die Temperatur im Einlass während des gesamten Temperaturprogramms 3°C höher als die Ofentemperatur. Sie können keine Temperatur einstellen – dies geschieht automatisch. Verfügt Ihr Gerät über die Schnellabkühlung, so folgt die Temperatur im Einlass der des Säulenofens bis –40°C; ohne Schnellabkühlung wird die untere Temperatur durch die Raumtemperatur bestimmt.

Temperaturprogrammierung

Dieser Modus gestattet die Eingabe von bis zu drei Temperaturstufen in der Parametertabelle „Einlass“, d.h. der Einlass und der Säulenofen sind unabhängig voneinander temperaturprogrammierbar. Dieser Modus wird für den Betrieb unterhalb von –20°C empfohlen.

Setzen Sie bei diesen tiefen Temperaturen den Einlass immer auf eine Temperatur von mindestens 20°C über der des Säulenofens. Für die Konzentrierung des Lösunsmittels ist dies mehr als ausreichend.

Bei Temperaturen über der Raumtemperatur sollte für eine korrekte Temperaturregelung im Einlass dieser immer mindestens 3°C wärmer als der Ofen eingestellt sein.

Das Ofentemperaturprogramm regelt den Analysenlauf. Wenn dies länger als das Temperaturprogramm für den Einlass ist, so bleibt der Einlass auf seiner Endtemperatur, bis das Ofenprogramm (und die Analyse) beendet ist.

Betrachtungen zum Tieftemperaturbetrieb

Wenn Sie die Ofennachführung (Track Oven) zusammen mit der Tieftemperatur-Schnellkühlung verwenden, müssen alle anderen Einlasssysteme abgeschaltet oder sich im „Track Oven-Modus“ befinden.

Einstellbereiche

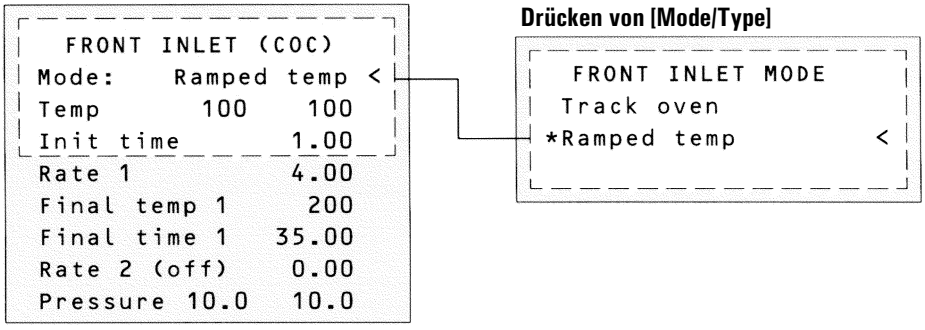
Diese Tabelle stellt die Einstellbereiche der Einlassparameter dar.

Temperatur	Einstellbereich
Ofennachführung (Track oven)	3°C über der Ofentemperaturhöher bis zu einem maximalen Wert von 450°C. Wenn Sie eine Schnellabkühlung (CryoBlast) haben, dann kann der Einlass auf Temperaturen bis hinunter auf –40°C gehalten werden, auch wenn die zugelassenen Sollwerte für den Ofen –60°C für CO_2 und –80°C für N_2 sind.
Temperaturprogramm *ohne* Schnellkühlung	24°C to 450°C
Temperaturprogramm *mit* Schnellkühlung	–40°C bis 450°C

Anleitung: Programmierung der Temperatur

1. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet].
2. Drücken Sie [Mode/Type] und wählen Sie Ramped temp.

Temperaturprogramm-Modus



3. Geben Sie eine Temperatur ein. Dies ist die Anfangstemperatur.
4. Geben Sie eine Anfangszeit ein (Init time) ein. Dies ist der Zeitabschnitt, bei dem der Injektor auf der Anfangstemperatur verbleibt.

5. Geben Sie eine Rate ein. Mit dieser Rate wird der Injektor aufgeheizt oder gekühlt. Bei einer Eingabe von 0 werden weitere Einstellungen unterdrückt.
6. Geben Sie eine Endtemperatur ein (Final temp). Dies ist die Endtemperatur am Ende der ersten Temperaturstufe.
7. Legen Sie die Endzeit fest (Final time). Während dieser Zeit wird der Einlass auf der Endtemperatur gehalten (Final temp).
8. Um eine zweite (oder dritte) Stufe zu programmieren, gehen Sie mit dem Cursor auf die Zeile Rate und wiederholen Sie die Schritte 5 bis 7.

Anleitung: Arbeiten mit dem On-Column-Einlasssystem

Vergewissern Sie sich, dass eine Säule, ein passender Einsatz und eine Septumhalterung oder eine gekühlte Nadelführung installiert sind. Achten Sie darauf, eine für die Säule passende Nadel zu verwenden.

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).

   Der Druck kann enweder in der Parametertabelle „Column“ oder „Inlet“ eingestellt werden. Im Konstantfluss- bzw. Flussprogramm-Modus wird der Druck durch die Anforderungen für den Säulendruchfluss bestimmt. Am besten legen Sie nur den Durchfluss fest.

Ofennachführ-Modus

```
FRONT INLET (COC)
Mode:     Track oven
Temp        24    Off
Pressure  10.0   10.0
```

Temperaturprogramm-Modus

```
FRONT INLET (COC)
Mode:     Ramped temp
Temp        100    100
Init time          1.00
Rate 1             4.00
Final temp 1        200
Final time 1      35.00
Rate 2 (off)       0.00
Pressure  10.0    10.0
```

2. Drücken Sie die Taste [Front Inlet] oder [Back Inlet].

a. Wählen Sie einen Temperaturmodus: Track oven oder Ramped temp.

b. Geben Sie bei der Temperaturprogrammierung (Ramped temp) die Temperaturstufen ein (Seite 373). In der Ofennachführung (Track oven) gibt es keine Einstellmöglichkeit.

3. Injizieren Sie eine Probe.

Wartung eines Cool-On-Column-Einlasssystems

Die Wartung des Cool-On-Column-Einlasses beinhaltet den Wechsel des Septums, die Reinigung der Einlasskomponenten, die Prüfung und Beseitigung von Lecks im System.

Die Hardware des Cool-On-Column-Einlasses hängt von der Art der Probenaufgabe (manuell oder automatisch), vom verwendeten Nadeltyp und der Säulengröße ab.

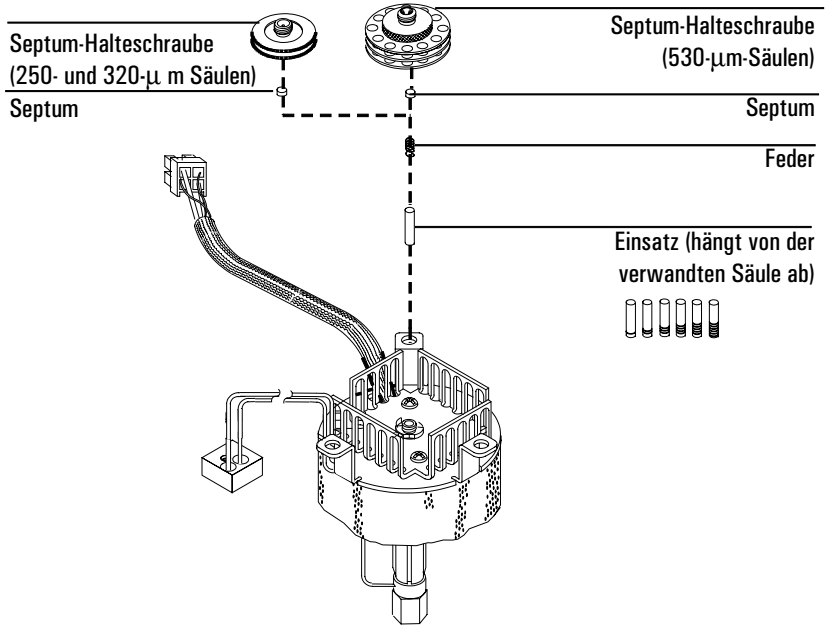


Abbildung 54 Der Cool-On-Column-Einlass bei einem System mit automatischer Probenaufgabe

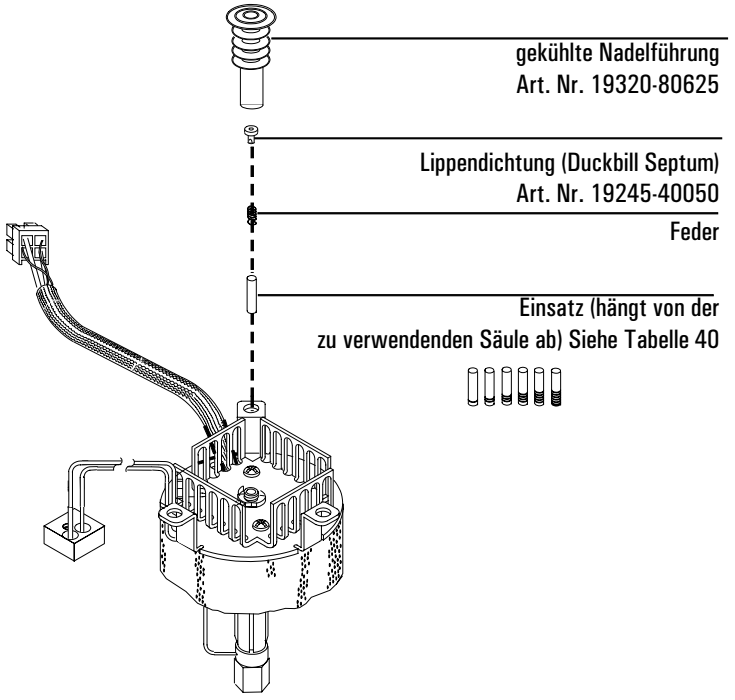


Abbildung 55 Der Cool-On-Column-Einlass bei einem System mit manueller Probenaufgabe

Probleme mit dem Cool-On-Column-Einlass

Der Einlass kühlt sehr langsam

- Der Einlasslüfter läuft nicht oder ist nicht auf den Einlass ausgerichtet. Überprüfen Sie den Lüfter auf korrekte Arbeitsweise. Sollte dies nicht der Fall sein, nehmen Sie Kontakt mit Ihrem nächstgelegenen Agilent Servicebüro auf.

Der Einlass erreicht die eingestellte Solltemperatur nicht

- Überprüfen Sie die Temperatur-Equilibrierzeit. Wenn diese Zeit zu kurz ist, kann die Temperatur schwanken. Erhöhen Sie die Equilibrierzeit.

- Vergewissern Sie sich, dass die Kühlmittelkühlung ausgeschaltet ist. Wenn sie bei Nichtgebrauch nicht ausgeschaltet ist, kann es möglich sein, dass sowohl Einlass wie auch Ofen nicht die eingestellte Temperatur erreichen, gerade wenn die Temperaturen nahe der Raumtemperatur liegen. Wenn trotz ausgeschalteter Kühlmittelkühlung der Einlass nicht die eingestellte Temperatur erreicht, so nehmen Sie Kontakt mit Ihrem nächstgelegenen Agilent Servicebüro auf.

Die Spritzennadel verbiegt sich während der Probenaufgabe

- Die Nadel war schon vor der Injektion defekt. Überprüfen Sie jede Spritze vor der Injektion, ob die Nadel gerade ist.
- Vergewissern Sie sich, dass die Nadelführung richtig installiert ist.
- Vergewissern Sie sich, dass der richtige Einlass korrekt installiert ist.
- Prüfen Sie die korrekte Ausrichtung des Septums und der Septumhalterung.
- Eventuell hat sich das Loch des Einlassseptums geschlossen. Tauschen Sie das Septum aus.

Bei Verwendung des automatischen GC Flüssig-Probengebers (GC ALS):

Sehen Sie im Handbuch des GC ALS für weiterführende Informationen nach.

- Die Probenfläschchen sind eventuell mit einer Krimpkappe verschlossen.
- Überprüfen Sie die gekühlte Nadelführung auf Abnutzung oder Beschädigungen. Bei Bedarf tauschen Sie die gekühlte Nadelführung aus.
- Überprüfen Sie die Ausrichtung des Einsatzes und des automatischen Probengebers.

Anleitung: Austausch der Quarz-Spritzennadel

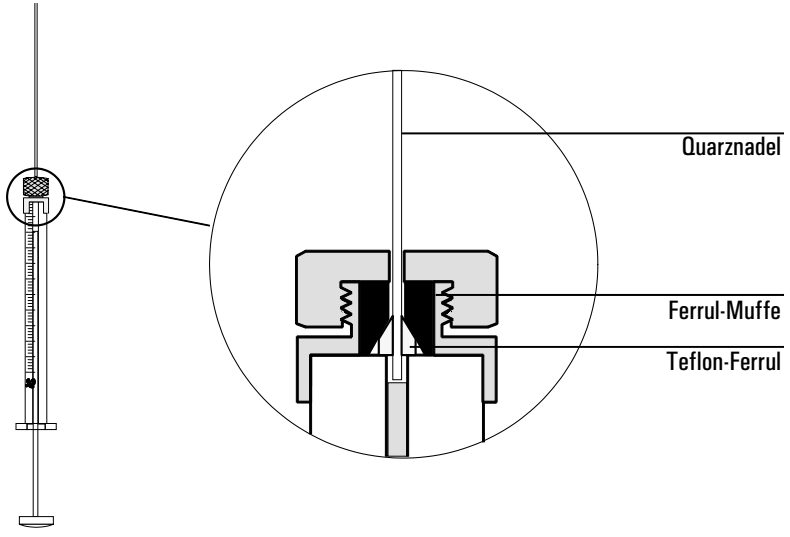
1. Halten Sie die Spritze senkrecht und schieben Sie die Quarznadel so, dass sie *innerhalb* des Spritzenkörpers sichtbar ist. Wenn die Quarznadel nicht in den Spritzenkörper eingeführt werden kann, ist möglicherweise das Teflon-Ferrul (Art. Nr. 0100-1389) blockiert. Dieses muss dann ausgetauscht werden. Drücken Sie den Spritzenkolben ganz nach unten. Die Nadel schließt nun genau mit dem Ende des Spritzenkolbens ab.

2. Wenn die Nadel eingesetzt ist, ziehen Sie die Befestigungsschraube *mit* der Hand an. Ziehen Sie vorsichtig an der Nadel, um sicherzustellen, dass das Teflon-Ferrul eine gute Dichtung mit der Nadel bildet. Ziehen Sie die Befestigungsmutter bei Bedarf weiter an.
3. Lösen Sie die Befestigungsschaube so weit, dass die Nadel frei kommt. Drücken Sie den Spritzenkolben langsam herunter, bis er die Nadel zum Ende des Spritzenkörpers schiebt. Ziehen Sie dann die Befestigungsschraube *mit* der Hand an.
4. Spülen Sie die Spritze mit einem Lösungsmittel und prüfen Sie auf Lecks oder Verstopfungen.
5. Lecks (Luftblasen können nicht beseitigt werden) können *möglicherweise* durch weiteres Anziehen der Mutter beseitigt werden. Bei Verstopfungen (oder großen Lecks) muss diese Prozedur wiederholt werden.

Das Teflon-Ferrul büßt im Laufe der Zeit seine Dichtigkeit ein. Wenn dies geschieht, ziehen Sie zunächst die Verschraubung neu an. Sollte die Dichtung immer noch undicht sein, bauen Sie ein neues Teflon-Ferrul und eine Nadel ein.

Wenn die Spritze nicht verwendet wird, lockern Sie die Verschraubung, um vorzeitige Leckagen zu verhindern.

Anleitung: Einbau einer Quarznadel



Wenn Sie sich Ihre Ersatznadeln selbst aus Quarz-Säulenmaterial schneiden:

1. Das Säulenmaterial zur Herstellung von Nadeln muss einen *kleineren* Außendurchmesser haben als der Innendurchmesser des On-Column-Einlasses (0.23 mm) und der Innendurchmesser der installierten Säule.
2. Die aktive stationäre Phase muss vollständig von dem Säulenmaterial entfernt sein.
3. Ritzen Sie das Säulenmaterial etwa 1/4" von seinem Ende entfernt ein. Brechen Sie das Ende ab und werfen Sie es weg. Messen Sie dann ein Stück von 115 $\pm$ 5 mm Länge ab, ritzen Sie die Glassäule ein, brechen Sie das Stück ab und verwenden Sie dieses als Spritzennadel.

Austausch des Septums

Ist ein Septum undicht, ist dies an verlängerten oder driftenden Retentionszeiten, an geringerer Wiederfindung und/oder am Verlust des Säulenvordrucks zu erkennen. Des Weiteren steigt das Grundrauschen an.

Die Lebensdauer von Septen hängt von der Häufigkeit der Injektionen und der Nadelqualität ab. Scharten, scharfe Kanten, raue Oberflächen oder eine verbogene Spitze an der Nadel verringern die Lebensdauer des Septums. Ist das Gerät ständig in Betrieb, sollte das Septum täglich gewechselt werden.

Der zu wählende Septumtyp hängt von Ihren chromatographischen Erfordernissen ab. Sie können Septen direkt von Agilent bestellen; für weitere Bestellinformationen sehen Sie im entsprechenden Agilent Verbrauchsmaterial- und Zubehörkatalog nach.

VORSICHT Die Vorgehensweise zum Austausch des Septums hängt davon ab, ob Ihr Cool-On-Column-Einlass eine gekühlte Nadelführung oder eine Septumverschraubung hat. Vergewissern Sie sich, dass Sie die für Ihren Einlass passende Vorgehensweise wählen!

Tabelle 42 Geeignete Septen für den Cool-On-Column-Einlass

Beschreibung	Bestellnr.
Septum ohne Bohrung für manuelle und automatische Probenaufgabe (50 pk)	5181-1261
Septum ohne Bohrung für automatische Probenaufgabe (25 pk)	5181-1260
Septum ohne Bohrung, Bleed- und Temperatur-optimiert (50 pk)	5182-0745
Septum mit Lippendichtung, nur für manuelle Probenaufgabe (die gekühlte Nadelführung muss mit Lippendichtung verwendet werden) (10 pk)	19245-40050

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

VORSICHT Während des Septumwechsels ist der Säulenfluss unterbrochen; da Säulen durch erhöhte Temperaturen ohne Trägergas zerstört werden können, kühlen Sie den Ofen auf Raumtemperatur, bevor Sie fortfahren.

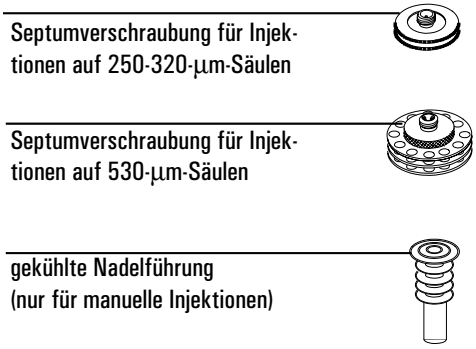
Anleitung: Austausch des Septums

Benötigte Materialien:

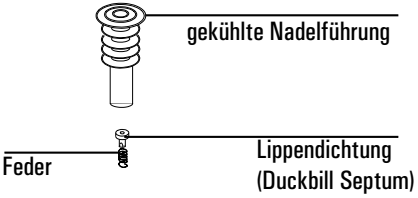
- Neues Septum – Artikelnummern siehe Tabelle 42
- Zange (oder Pinzette)
- Ein dünner Draht (0,2" Durchmesser), um das Septum aus dem Einlass zu entfernen

1. Vorbereitende Schritte:
   - Sichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Kühlen Sie den Ofen auf Raumtemperatur ab und schalten Sie den Ofen dann aus.
   - Kühlen Sie den Injektor auf Raumtemperatur ab und schalten Sie ihn dann ab.

Abhängig von Ihrer Analysen- und Injektionstechnik hat Ihr Einlass eine der folgenden Septumverschraubungen oder gekühlten Nadelführungen.

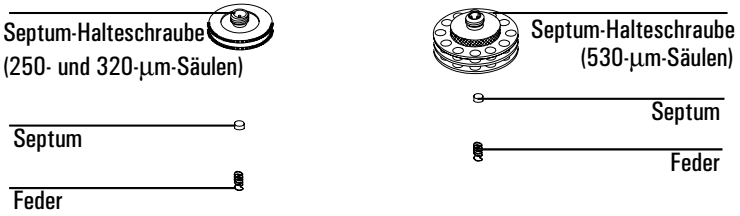


2. **Wenn eine gekühle Nadelführung (Cooling tower) installiert ist:**
   Entfernen Sie die Einheit durch Herausdrehen gegen den Uhrzeigersinn. Die Lippendichtung befindet sich unterhalb der gekühlten Nadelführung in einer Feder. Feder und Septum können aus dem Einlass herausspringen, wenn Sie die gekühlte Nadelführung entfernen. Verlieren Sie sie nicht. Falls Sie nicht herausfallen, so verwenden Sie einen dünnen Draht, um sie aus dem Einlass herauszuziehen.



   Stecken Sie die Lippendichtung in die Feder und und diese in das Einlasssystem. Befestigen Sie die gekühlte Nadelführung. Ziehen Sie sie mit der Hand an.

3. **Wenn eine Septumverschraubung installiert ist:**
   Entfernen Sie die Septumverschraubung durch Herausdrehen am geriffelten Rand. Das Septum ist möglicherweise mit der Verschraubung fest verbunden. Auch könnte die Feder beim Entfernen der Septumverschraubung herausspringen. Verlieren Sie sie nicht. Hängt das Septum nicht an der Mutter, verwenden Sie eine Pinzette, um sie zu entfernen.



   Vergewissern Sie sich, dass die Feder sich im Einlass befindet. Verwenden Sie eine Pinzette,um das neue Septum am Grund der Septumverschraubung zu platzieren und befestigen Sie die Septumverschraubung am Einlass. Ziehen Sie sie gut fest.

4. Stellen Sie die normalen Betriebsbedingungen am GC wieder her.

Anleitung: Reinigung des Einlasssystems

In den meisten Labors sind in der Luft Staubpartikel und Fussel, die sich auf der gekühlten Nadelführung und der Septumverschraubung ansammeln und mit der Injektionsnadel ins Innere des Einlasssystems gelangen können. Kleine Teilchen können das leichte Eindringen der Spritzennadel behindern. Wenn Schmutz in die Chromatographiesäule eindringt, kann dies zur Veränderung Ihrer chromatographischen Ergebnisse führen.

Sie können die Nadelführungen, Federn und Einsätze gemäß folgender Anleitung reinigen:

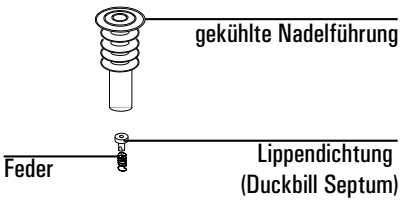
WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

Benötigte Materialien:

- 9/16"-Schraubenschlüssel

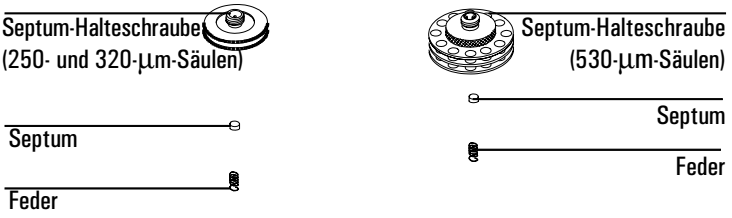
- Ein dünner Draht (0,02" Durchmesser) oder ein Stück einer (250-µm-Durchmesser), um die Feder und den Einsatz zu entfernen,
- Kleines Ultraschallbad mit flüssigem Detergens
- Destilliertes Wasser
- Methanol
- Gefilterte, trockene Druckluft oder Stickstoff

1. Vorbereitende Schritte:
   - Sichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Lassen Sie den Ofen und den Einlass abkühlen.
   - Drehen Sie alle Gasflüsse zum Einlass an der Gasversorgung ab.
   - Schalten Sie den GC ab und ziehen Sie das Netzkabel heraus.
   - Entfernen Sie die Säule. Sehen Sie hierzu unter „Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in Split/Splitless-Injektoren“ nach.
2. Wenn eine gekühlte Nadelführung (Cooling tower) installiert ist:
   Entfernen Sie die Einheit durch Herausdrehen gegen den Uhrzeigersinn. Die Lippendichtung befindet sich unterhalb der gekühlten Nadelführung in einer Feder. Feder und Septum können aus dem Einlass herausspringen wenn Sie die gekühlte Nadelführung entfernen. Verlieren Sie sie nicht. Falls Sie nicht herausfallen, so verwenden Sie einen dünnen Draht, um sie aus dem Einlass herauszuziehen.

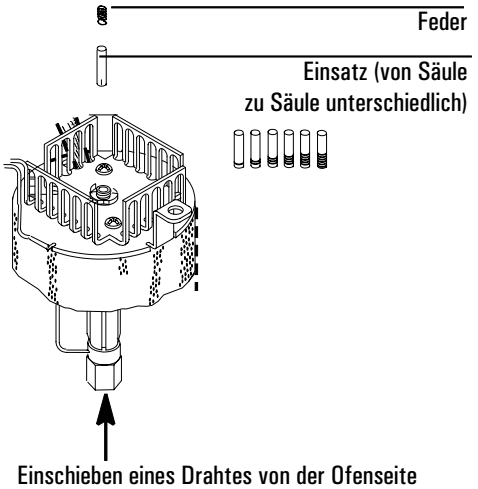


3. Wenn eine Septumverschraubung installiert ist:
   Entfernen Sie die Septumverschraubung durch Herausdrehen am geriffelten

Rand. Das Septum ist möglicherweise mit der Verschraubung fest verbunden. Auch könnte die Feder beim Entfernen der Septumverschraubung herausspringen. Verlieren Sie sie nicht.



4. Schieben Sie einen dünnen Draht (oder ein Stück Kapillare) ofenseitig in den Einlass ein, um Einsatz und Feder nach oben herauszudrücken (falls sie nicht schon vorher herausgefallen sind).



5. Reinigungsanweisung:

   a. Befüllen Sie ein Ultraschallbad mit Wasser und etwas Detergenz und legen Sie die Feder und den Einsatz hinein. Schalten Sie das Ultraschallbad eine Minute ein.

   b. Schütten Sie die Reinigungslösung ab und füllen Sie das Bad mit destilliertem Wasser. Schalten Sie das Ultraschallbad eine Minute ein.

c. Nehmen Sie die Teile aus dem Bad und spülen Sie sie gründlich mit Wasser und Methanol.

d. Trocknen Sie die Teile mit Druckluft oder Stickstoff.

6. Installieren Sie den Einsatz. Bei Verwendung einer Septumverschraubung stecken Sie die Feder oben auf den Einsatz.

7. Legen Sie das neue Septum in die Septumverschraubung ein. Bei Verwendung einer gekühlten Nadelführung legen Sie eine neue Lippendichtung in die Feder ein und stecken Sie diese in den Einlass.

8. Befestigen Sie die gekühlte Nadelführung. Ziehen Sie sie mit der Hand an. Installieren Sie die Säule wieder und stellen Sie die normalen Betriebsbedingungen am GC wieder her.

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung

Lecks in der Gasversorgung können die chromatographischen Ergebnisse erheblich beeinflussen. Die folgende Anleitung prüft das Gassystem, nicht aber die Injektorkammer. Ist dieses Teilsystem leckfrei, so gehen Sie zur nächsten Anleitung über, um den Injektor und die Injektorkammer zu prüfen.

Flüssige Lecksuchmittel sind insbesondere in den Bereichen, in denen es auf äußerste Sauberkeit ankommt, nicht empfehlenswert.

Sollten Sie dennoch ein Lecksuchspray verwenden, so spülen Sie es sofort wieder ab, um den Seifenfilm zu entfernen.

WARNUNG Ziehen Sie das Netzkabel vom GC ab, um einen möglichen Stromschlag bei der Verwendung eines Lecksuchsprays zu verhindern. Achten Sie darauf, die Seifenlösung nicht auf elektrische Bauelemente, insbesondere auf die Detektorheizung, zu bringen.

Benötigte Materialien:

- Elektronischer Leckdetektor, um Ihre Art von Trägergas zu detektieren, oder eine Lecksuchflüssigkeit. Wenn Sie ein flüssiges Lecksuchmittel verwenden, beseitigen Sie es nach dem Test wieder.
- Zwei 7/16"-Schraubenschlüssel

1. Prüfen Sie jede Verschraubung mit dem Leckdetektor.
2. Ziehen Sie undichte Verbindungen an. Überprüfen Sie diese. Fahren Sie fort, die Verbindungen zu überprüfen, bis alle Verschraubungen leckfrei sind.
3. Verschließen Sie den Septum-Spülauslass mit einer 1/8" SWAGELOK-Kappe.

Anleitung: Lecktest an einem Cool-On-Column-Einlasssystem

Im Einlasssystem gibt es verschiedene Stellen, an denen Undichtigkeiten auftreten können. Dieses Verfahren zeigt Ihnen im Allgemeinen, ob das Einlasssystem ein Leck aufweist.
Zur genauen Lokalisation einer Undichtigkeit sollten Sie einen elektronischen Leckdetektor verwenden.

Benötigte Materialien:

- Ferrul ohne Loch
- 1/4"-Schraubenschlüssel
- Handschuhe (wenn der Injektor heiß ist)

1. Vorbereitende Schritte:
   - Sichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Lassen Sie den Ofen auf Raumtemperatur abkühlen und schalten Sie ihn dann aus.
   - Nach Abkühlen des Ofens schalten Sie den Einlassdruck aus.
   - Entfernen Sie die Säule, falls eine installiert ist. Verschließen Sie den Säulenanschluss mit einer Schraubkappe und einem Ferrul ohne Loch.
   - Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues. Für nähere Informationen sehen Sie auf Seite 381 nach.
   - Stellen Sie sicher, dass der Druck der Träger-Gasversorgung mindestens 35 psi beträgt.
2. Verschließen Sie den Septum-Spülauslass mit einer 1/8" SWAGELOK-Kappe.

3. Drücken Sie [Oven], um die Parametertabelle zu öffnen. Stellen Sie den Ofen auf seine normale Betriebstemperatur ein.
4. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet].

   Stellen Sie den Injektor auf seine normale Betriebstemperatur ein.

   Stellen Sie einen Sollwert für den Druck auf den Wert von 25 psi oder geben Sie Ihren normalen Betriebsdruck, wenn er höher liegt, ein. Stellen Sie sicher, dass der Vordruck an der Gasversorgung 10 psi höher liegt als der Druck im Einlasssystem. Wenn der Druck nicht erreicht werden kann, dann existiert entweder ein großes Leck oder der Vordruck ist zu niedrig.
5. Warten Sie einige Minuten nach Erreichen des Drucks, bis sich der GC equilibriert hat. Der Druck kann während der Equilibrierung kurzzeitig den eingestellten Sollwert übersteigen.
6. Stellen Sie entweder den Druck oder den Fluss ab. Da der Säulenanschluss mit einer Kappe versehen ist, sollte der Druck annähernd konstant bleiben.
7. Beobachten Sie den Druck für zehn Minuten.
   - Wenn der Druckabfall 1.0 psi (0.1 psi/Min. oder weniger) ist, können Sie annehmen, dass das Einlasssystem leckfrei ist.

   Sollte der Druckabfall größer als 1.0 psi sein, gehen Sie zum nächsten Abschnitt, „Anleitung: Beseitigung von Lecks“ .

Anleitung: Beseitigung von Lecks

Benötigte Materialien:

- Elektronisches Lecksuchgerät
- 1/4"-Schraubenschlüssel

1. Verwenden Sie den elektronischen Leckdetektor, um alle Bereiche des Einlasssystems zu überprüfen, die evtl. leck sein könnten. Es handelt sich um folgende Bereiche:
   - Die verschlossene Säulenverschraubung

- Die Septumverschraubung, falls vorhanden
- Die gekühlte Nadelführung, falls vorhanden

2. Beseitigen Sie mögliche Leckagen durch weiteres Zudrehen von Verschraubungen mit einem geeigneten Gabelschlüssel. Sie sollten dann den Lecktest nochmals durchführen.
3. Wenn der Druckabfall kleiner als 0.03 psi/Min. ist, können Sie annehmen, dass das Einlasssystem leckfrei ist.

   Fällt der Druck schneller als der o.g. Wert, so fahren Sie fort, nach weiteren Lecks zu suchen und machen erneut den Drucktest. Sind alle Verschraubungen leckfrei, das Einlasssystem verliert aber immer noch zu viel Druck könnte es nötig sein, die Einlasskammer auszutauschen. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.

17 Das temperaturprogrammierbare Einlasssystem (PTV)

Einführung in das PTV von Agilent

Betriebsarten

Systemanforderungen

Systemkomponenten
- Injektorköpfe

Säulen und Filter

Aufheizen des Einlasssystems
- Weitere Temperatursteigerungen

Kühlen des Einlasssystems
- Einstellung des PTV Abschaltverhalten

Die Verwendung der Split-Modi

Flussdiagramm

Temperaturbetrachtungen
- Kaltaufgabe im Split-Modus
- Hochtemperaturaufgabe im Splitbetrieb

Parametertabelle – Split-Modus
- Anleitung: Verwendung des Split-Modus mit definierter Säule
- Anleitung: Verwendung des Split-Modus mit nicht definierter Säule

Druckstoß-Modi

Die Parametertabelle – Druckstoß-Split-Modus
- Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Split-Modus mit definierter Säule
- Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Split-Modus mit nicht definierter Säule

Verwendung des Splitless-Modus

Flussdiagramme

Temperaturbetrachtungen
- Kaltaufgabe im Splitless-Modus
- Heißaufgabe im Splitless-Modus

Parametertabelle – Splitless-Modus
- Anfangswerte
- Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus mit definierter Säule
- Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus bei nicht definierter Säule

Druckstoß-Splitless-Modus
- Parametertabelle – Druckstoß-Splitless-Modus
- Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Splitless-Modus mit definierter Säule

Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Splitless-Modus mit nicht definierter Säule

Verwendung des Lösungsmittelentfernungsmodus (Solvent Vent Mode)

Flussdiagramme

Betrachtungen zur Temperatur, zum Druck und zum Fluss

Betriebsablauf

Zeitablaufdiagramm

Wann beginnt die Analyse (Start Run)?

Parametertabelle – Solvent Vent-Modus

Anleitung: Verwendung des Solvent Vent-Modus mit definierter Säule

Anleitung: Verwendung des Solvent Vent-Modus mit nicht definierter Säule

Injektion großer Volumina

Anforderungen an die ChemStation

Berechnete Werte

Mögliche Feinabstimmungen

Wartung eines PTV

Einlassadapter

Anleitung: Austausch des Einlassadapters

Anleitung: Einbau von Säulen

Der septumfreie Kopf

Anleitung: Entfernen des septumfreien Kopfes

Anleitung: Reinigen des septumfreien Kopfes

Anleitung: Austausch des Teflon-Ferruls

Der Septumkopf

Anleitung: Enfernung des Septumkopfes

Anleitung: Austausch des Septums

Glasliner

Anleitung: Austausch des Liners

Ersetzen der Filterkartusche des Splitausgangsfilters

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung

Anleitung: Lecktest des PTV-Einlasses

Beseitigung von Lecks

Potentielle Punkte für Lecks

Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile

Das temperaturprogrammierbare Einlasssystem (PTV)

Einführung in das PTV von Agilent

Betriebsarten

Das temperaturprogrammierbare Einlasssystem von Agilent (Programmed Temperature Vaporization (PTV) Inlet System) kann in fünf unterschiedlichen Betriebsarten angewandt werden:

- Der *Split-Modus* wird grundsätzlich für die Analyse von Hauptkomponenten verwendet.
- Der *Druckstoß-Split-Modus* entspricht dem Split-Modus, mit der Ausnahme, dass während des Probenauftrags im Einlass eine Druckerhöhung stattfindet, um die Probe schneller auf die Säule aufzutragen.
- Der *Splitless-Modus* wird zur Spurenanalytik verwendet.
- Der *Druckstoß-Splitless-Modus* ermöglicht die Anwendung eines Druckstoßes beim Probenauftrag.
- Der *Modus zum Lösungsmittel entfernen (solvent vent mode)* wird für die Injektion großer Volumina eingesetzt. Bei jedem Lauf können entweder einzelne oder mehrere Injektionen erfolgen.

Systemanforderungen

Der PTV-Einlass kann sowohl mit manueller als auch mit automatischer Injektion betrieben werden.

Zur mehrfachen Injektion einer Probe (Injektion großer Volumina) ist ein Agilent GC- oder eine MSD-ChemStation erforderlich. Diese Funktion ist nicht mit dem 6890 allein verfügbar (siehe „Verwendung des Lösungsmittelentfernungsmodus (Solvent Vent Mode)“).

Systemkomponenten

1. Das Pneumatikmodul, das sich im oberen Teil an der Rückseite des GCs befindet
2. Der Einlassblock, der stets an der Vorderseite des Einlasssystems angebracht ist
3. Die Trap, die sich in der Splitleitung, links im Pneumatikteil, oben hinten im Gaschromatographen, befindet
4. Das Steuerventil zur Kühlung. Bei der Verwendung von flüssigem Stickstoff befindet sich dieses Ventil an der linken Außenseite des Säulenofens. Bei flüssigem Kohlendioxid sitzt es in der Zuleitung des Pneumatikgases. Diese Ventile sind *nicht* untereinander austauschbar – wechseln Sie das Kühlmittel, so müssen Sie ebenfalls die Anschlussleitungen des Kühlmittels, das Ventil und das Einlassgehäuse austauschen.
5. Die Regelplatine der Thermoelemente. Sie wandelt die Messdaten der Thermoelemente aus dem Einlasssystem zur weiteren Verwendung im GC um. Diese Platine befindet sich in der Nähe der Trap.

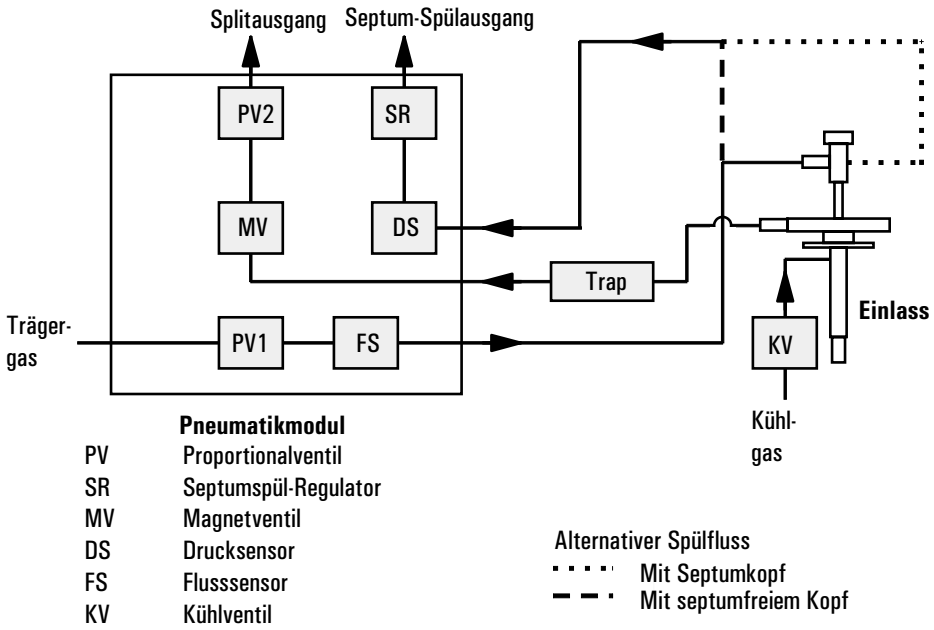


Abbildung 56 PTV Systemkomponenten

Injektorköpfe

Für das PTV-Einlasssystem sind zwei Köpfe erhältlich.

- Der Septumkopf verwendet entweder ein normales Septum oder ein Merlin Microseal, um die Spritzennadel abzudichten. Ein Gasstrom umspült die Innenseite des Septums und tritt aus dem Spülausgang des Gassystems aus. Es kann entweder zusammen mit einer automatischen oder manuellen Injektion verwendet werden.

VORSICHT Bei Temperaturen des Einlasssystems unterhalb 40°C ist es möglich, dass das Merlin Microseal nicht vollständig dichtet. Verwenden Sie in diesem Fall ein normales Septum.

- Der septumfreie Kopf verwendet ein Ventil statt des Septums, um die Spritzennadel abzudichten. Es kann entweder zusammen mit einer automatischen oder manuellen Injektion verwendet werden.

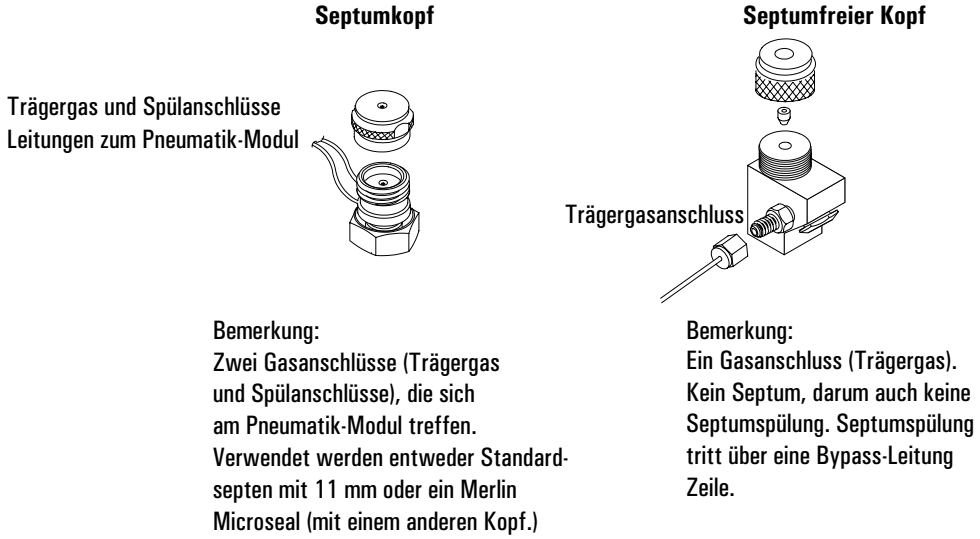


Abbildung 57 Injektorköpfe

Die Flussdiagramme im weiteren Verlauf dieses Buches zeigen den installierten Septumkopf mit einer getrennten Zeichnung für die septumlose Leitungsführung.

Aufheizen des Einlasssystems

Die Einstellwerte zur PTV-Temperaturprogrammierung entsprechen denen für den Säulenofen, sind aber durch Eingabe von [Front Inlet] zugänglich. Zur Temperaturprogrammierung sind eine Anfangstemperatur und drei weitere Temperaturstufen erlaubt. Die Steigerungsraten können zwischen 0.1 und 720°C/Min. eingestellt werden. Siehe Kapitel „Konfigurierung des Ofens“ für weitere Informationen.

VORSICHT Liegen die Anfangstemperatur des Injektors und die Anfangstemperatur des Ofens zu dicht beieinander, ist es möglich, dass der Injektor nicht in der Lage ist, seinen Sollwert einzuhalten. Empfohlen wird ein Mindestunterschied von 6°C, höher oder niedriger.

Weitere Temperatursteigerungen

Der PTV ist im Allgemeinen so konzipiert, dass er die Probe im Liner des Einlasssystems sammelt, bis die gesamte Probe – mehrere Injektionen sind möglich – aufgetragen wurde. Daraufhin wird der PTV sehr schnell aufgeheizt, um die Probe auf die Säule aufzubringen. Der vollständige Transfer der Probe zur Säule kann mit anfänglicher Temperaturkonstanz, einer einzigen Steigerungsstufe oder konstanter Temperatur am Ende des Temperaturprogramms erfolgen.

Zwei weitere Temperaturgradienten sind für verschiedene Anwendungsmöglichkeiten einstellbar:

- Das Einlasssystem kann auf eine hohe Temperatur aufgeheizt werden, um den Liner zur nächsten Analyse auszuheizen.
- Der Einlass kann auch temperaturverringernd programmiert werden – stellen Sie einfach die Endtemperatur niedriger als die Anfangstemperatur –, um eine thermische Belastung des Injektors zu verringern.
- Ein negativer Temperaturgradient kann dazu verwendet werden, den Injektor zur nächsten Analyse vorzubereiten. Dies führt zu einer verkürzten Equilibrierzeit und einem höheren Probendurchsatz.

Kühlen des Einlasssystems

Die Probe kann entweder in die gekühlte oder aufgeheizte Injektorkammer eingebracht werden. Die anfängliche Kammertemperatur kann auf -60°C (mit CO_2-Kühlung) oder auf -160°C (mit flüssigem N_2) gesenkt werden.

VORSICHT Liegen die Anfangstemperatur des Injektors und die Anfangstemperatur des Ofens zu dicht beieinander, ist es möglich, dass der Injektor nicht in der Lage ist, seinen Sollwert einzuhalten. Empfohlen wird ein Mindestunterschied von 6°C, höher oder niedriger.

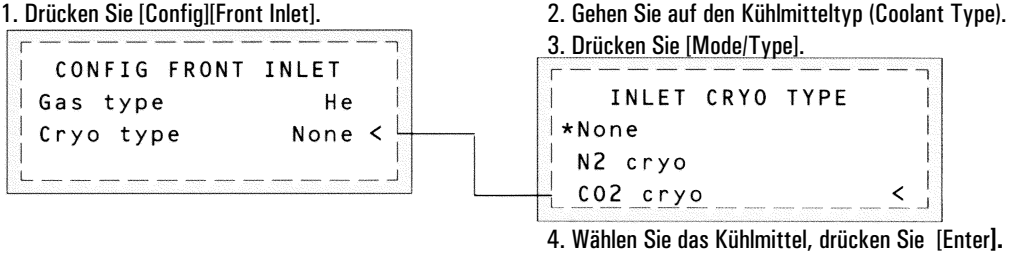
Der 6890 GC erlaubt gleichzeitig nur eine Art Kühlmittel.

Ist einmal ein Kühlmittel ausgewählt, muss das gleiche Kühlmittel für alle weiteren zu kühlenden Bereiche inkl. Säulenofen verwendet werden.

Da der GC erkennen kann, welches Kühlmittel bei installierter Ofenkühlung im Ofenbereich verwendet wird, muss dieses gleichzeitig Kühlmittel für alle anderen Bereiche sein.

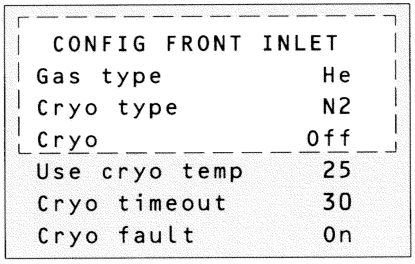
Einstellung des PTV

Um den PTV einzustellen, drücken Sie die Tasten [Config] [Front Inlet]. Sollte das Einlasssystem noch nicht konfiguriert sein, wird Folgendes angezeigt.



Ist die Ofenkühlung eingestellt, steht Ihnen nur das Ofenkühlmittel oder keines (`None`) zur Auswahl. Ist die Ofenkühlung nicht gewählt, müssen Sie das Kühlmittel nach folgender Anleitung einstellen.

Steht in der Zeile Kühlung `Cryo Type Selection` irgendetwas anderes als `None`, erscheinen weitere Parameter.



`Cryo` – [ON] schaltet die Kühlmittelkühlung im Einlasssystem ein, sobald der Säulenofen seine Anfangstemperatur erreicht hat. [OFF] unterdrückt die Kühlung.

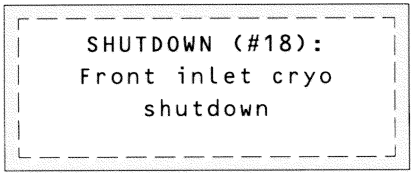
`Use cryo temp` – Bei `Cryo` ON steht hier die Temperaturschwelle, bei der die Kühlmittelkühlung einsetzt, um den Injektor auf seinem Sollwert zu halten. Ist der Sollwert höher als diese Schwelle, so kühlt die Kühlmittelkühlung den Einlass zum Einstellwert herunter, hält ihn aber nicht auf dieser Stufe.

`Cryo timeout` – Wird nach der Equilibrierung des Ofens der Analysenlauf nicht innerhalb einer bestimmten Zeit gestartet (Bereich zwischen 5 und 120 Minuten, voreingestellt sind 30 Minuten), so tritt `Cryo timeout` auf und die Heizungsregelung des Injektors wird abgeschaltet. Ein Einstellwert in der Zeile cryo timeout auf `OFF` verhindert diese Möglichkeit. Wir empfehlen dass `Cryo timeout` auf `ON` gestellt wird, weil damit Kühlmittel am Ende einer Analysensequenz oder bei einer Störung gespart wird. Es kann dafür auch eine `Post Sequence`-Methode für das Ende einer Analysensequenz verwendet werden.

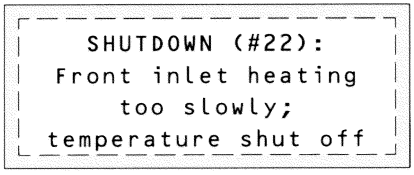
`Cryo fault` – Schaltet die Heizungsregelung im Einlasssystem aus, wenn nicht nach 16 Minuten kontinuierlicher Kühlmittelkühlung der Einstellwert erreicht wurde. Beachten Sie, dass damit nicht die Zeit zur Stabilisierung des Einstellwertes und zur Betriebsbereitschaft, sondern die Zeit zum *Erreichen* des Einstellwertes gemeint ist.

Abschaltverhalten

Sowohl `Cryo timeout` als auch `Cryo fault` können eine Abschaltung des Kühlsystems verursachen. Geschieht dies, wird die Heizung im Einlasssystem abgeschaltet und das Kryoventil geschlossen. Der GC gibt ein Lautsignal und folgende Meldung:



Um eine Überhitzung des Heizsystems im Einlass zu vermeiden, wird es ständig überwacht. Ist die Heizpatrone länger als zwei Minuten unter Volllast, wird die Heizung abgeschaltet. Der GC gibt ein Lautsignal und folgende Meldung aus:



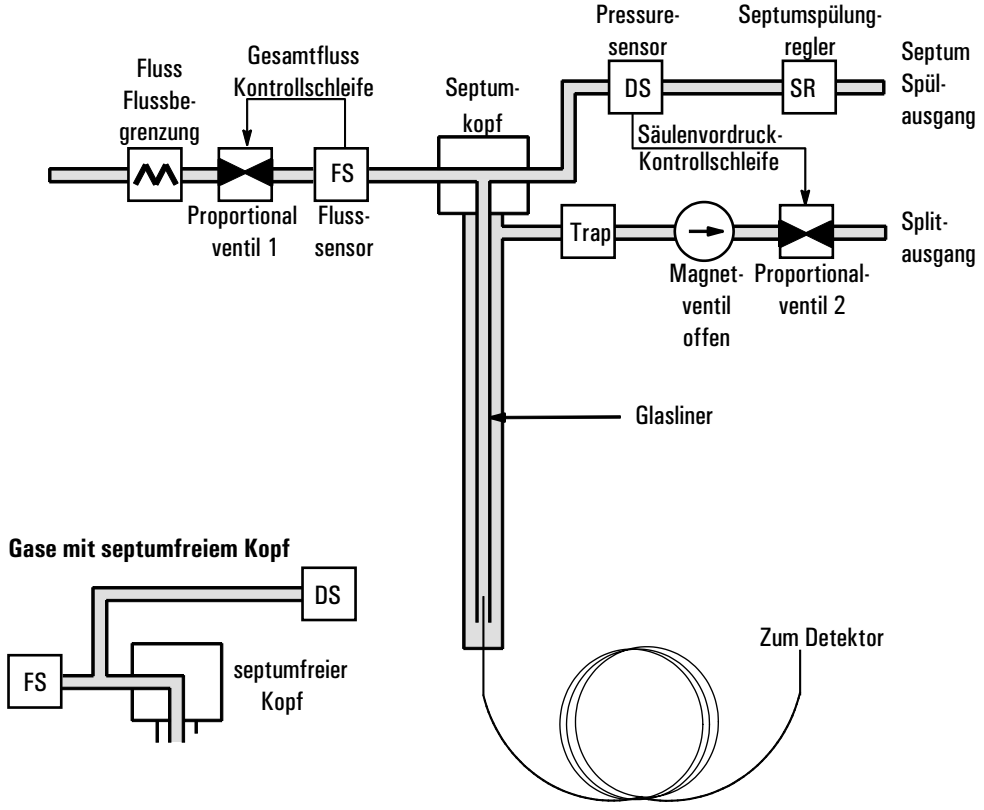
Um diesen Zustand wieder aufzuheben, schalten Sie den GC aus und wieder an oder geben Sie einen neuen Sollwert ein.

Die Verwendung der Split-Modi

Flussdiagramm

In beiden Split-Modi – mit oder ohne Druckstoß – wird der in den Injektor eintretende Gasstrom aufgeteilt und zwar auf den Säulenfluss, über ein Magnetventil auf den Splitfluss und schließlich auf den Septumspülfluss. Das Verhältnis von Splitfluss zum Säulenfluss wird Splitverhältnis genannt.

Die Abbildung zeigt den Verlauf der Gasführung bei eingesetztem Septumkopf. Der Verlauf der Gasführung mit septumfreiem Kopf ist gleich, mit der Ausnahme, dass der Septumspülfluss am Injektorkopf vorbeigeleitet wird (links unten).



Temperaturbetrachtungen

Kaltaufgabe im Split-Modus

Bei der Kaltaufgabe mit Split wählen Sie eine Injektortemperatur unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels. Wenn das Linervolumen ausreicht, um das ganze Dampfvolumen des Lösungsmittels aufzunehmen, beginnen Sie mit einem Temperaturgradienten von 0.1 Minute mit einer Heizrate von 500°C/Min. oder höher. Die Endtemperatur sollte hoch genug sein, um die am schwersten flüchtige Komponente in der Probe zu verdampfen. Dann sollte diese Linertemperatur mindestens fünf Minuten gehalten werden. Eine Endtemperatur von 350°C für fünf Minuten ist sicherlich ausreichend, um eine C_{44}-Komponente quantitativ auf die Säule aufzutragen.

Halten Sie bei größeren Injektionsvolumina die Anfangstemperatur solange konstant, bis das Lösungsmittel aus dem Splitausgang ausgetreten ist, und steigern Sie dann die Injektortemperatur. Verwenden Sie einen schnellen Temperaturanstieg für thermisch stabile Stoffe. Geringere Temperatursteigerungen tragen zur Minimierung thermischer Fragmentierungen im Einlass bei.

Für den Injektionsprozess ist eine Temperaturrampe ausreichend. Die übrigen Temperaturstufen können dazu verwendet werden, den Liner zu reinigen, oder dazu, die Injektortemperatur zur nächsten Injektion abzusenken.

Hochtemperaturaufgabe im Splitbetrieb

Stellen Sie die Anfangstemperatur bei der Hochtemperaturaufgabe mit Split auf einen so hohen Wert, dass der Analyt vollständig verdampft. Es werden dabei keine weiteren Temperaturparameter benötigt, da das Einlasssystem während des Analysenlaufs auf dieser Temperatur verbleibt.

Wegen des geringen Linervolumens (etwa 120 Mikroliter), hat der PTV-Einlass nur ein begrenztes Probenvolumen bei der Hochtemperaturaufgabe mit Split. Injektionsvolumina über 1 µl überladen den Injektor beim Probenauftrag und führen zu analytischen Problemen. Die Kaltaufgabe im Splitbetrieb ist die Lösung für dieses Problem.

Parametertabelle – Split-Modus

`Mode` – Der verwendete Modus – split

`Temp` – Aktuelle Werte und Sollwerte der Anfangstemperaturen des Einlasssystems

`Init time` – Zeitspanne, während der das Einlasssystem auf der Anfangstemperatur verbleibt

`Rate #` – Temperaturraten des Injektors 1, 2, und 3

`Final temp #` – Endtemperaturen im Einlass der Stufen 1, 2, und 3

`Final time #` – Wartezeit bei den Endtemperaturen 1, 2, und 3

`Pressure` – Aktueller und eingestellter Druck des Einlasssystems

`Split Ratio (Splitverhältnis)` – Das Verhältnis der Flüsse zum Split und zur Säule. Der Säulendurchfluss wird in den Parametertabellen zur Säule1 oder Säule 2 eingestellt. Diese Zeile erscheint nicht, wenn Ihre Säule nicht spezifiziert wurde.

`Split Flow` – Dies ist der Fluss in mL/Min aus dem Split/Spülausgang. Diese Zeile erscheint nicht, wenn Ihre Säule nicht spezifiziert wurde.

`Total flow` – Die Zeile Gesamtfluss zeigt den momentanen Fluss und den Sollwert des Flusses ins Interface an. Er stellt die Summe aus Splitfluss, Säulenfluss und Septum-Spülfluss dar. Bei Veränderung des Gesamtflusses werden sowohl das Splitverhältnis als auch der Splitfluss geändert, während der Säulenfluss und der Druck unverändert bleiben.

Anleitung: Verwendung des Split-Modus mit definierter Säule

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Flu- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
2. Drücken Sie [Front Inlet].
   a. Gehen Sie mit dem Cursor auf `Mode`: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie `Split.`

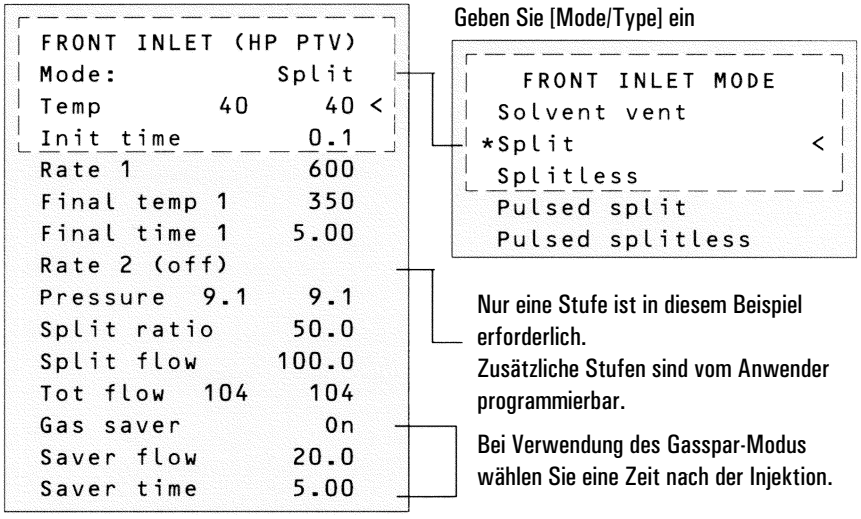
Splitverhältnis = Splitfluss / Säulenfluss

b. Stellen Sie die Einlasstemperatur und die gewünschten Temperaturstufen ein.

c. Wenn Sie ein bestimmtes Splitverhältnis einstellen möchten, so gehen Sie mit dem Cursor auf `Split Ratio` und geben Sie eine Zahl ein. Der Splitfluss wird daraufhin berechnet und selbsständig eingetragen.

d. Wenn Sie einen bestimmten Splitfluss einstellen möchten, so gehen Sie mit dem Cursor auf `Split flow` und geben Sie eine Zahl ein. Das Splitverhältnis wird berechnet und für Sie angezeigt.

e. Falls gewünscht, schalten Sie den `Gasspar-Modus (Gas saver)` ein. Stellen Sie die `Saver time` auf einen Zeitpunkt nach der Injektion ein.



3. Drücken Sie [Prep Run], bevor Sie eine Probe manuell injizieren, wenn der Gassparmodus eingeschaltet ist (siehe Seite 298).

Anleitung: Verwendung des Split-Modus mit nicht definierter Säule

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).

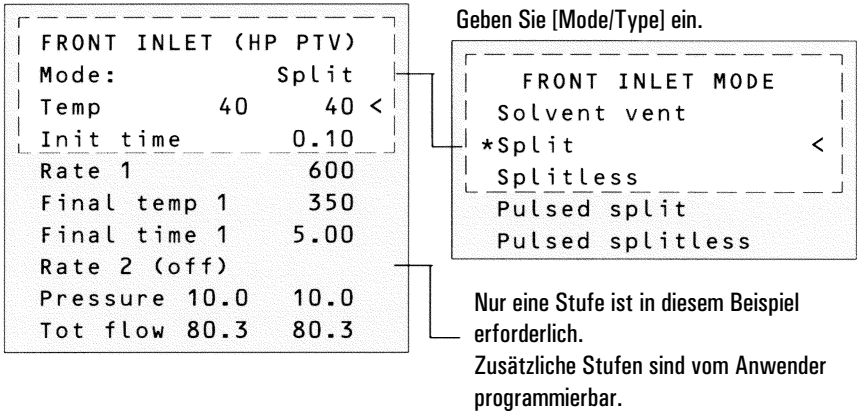
2. Drücken Sie [Front Inlet].

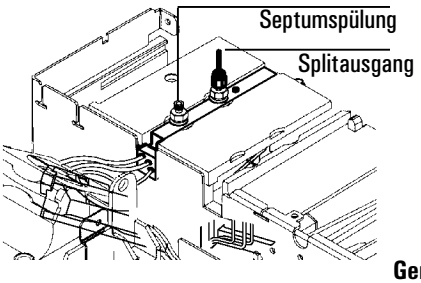
   a. Stellen Sie die Temperatur ein.

b. Stellen Sie den Gesamtfluss zum Einlass ein. Messen Sie den Fluss am Splitausgang und am Septum-Spülausgang mit einem Durchflussmessgerät (Flow Meter).

c. Subtrahieren Sie den Septum-Spülfluss vom `Gesamtfluss`, um den Splitfluss zu erhalten.

d. Berechnen Sie das Splitverhältnis. Stellen Sie es neu ein, falls erforderlich.





Gerätevorderseite

Druckstoß-Modi

Bei den Probeaufgabetechniken mit Druckstoß (Split und Splitless) wird der Druck im Einlasssystem kurz vor dem Analysenlauf erhöht und nach einer festgelegten Zeit wieder auf den normalen Einstellwert zurückgesetzt. Der Druck-

stoß führt dazu, dass die Probe schneller vom Verdampferrohr auf die Säule überführt wird, und verringert somit eine mögliche Fragmentierung der Probe im Injektor. Sollten die chromatographischen Resultate dadurch verschlechtert werden, so kann ein Stück deaktivierte Vorsäule (Retentionsgap) hilfreich sein, um die Peakform wiederherzustellen.

Sie müssen vor manueller Injektion im Druckstoß-Modus die [Prep Run]-Taste drücken.

Sie können sowohl die Druckprogrammierung als auch die Flussprogrammierung im Druckstoß Modus durchführen. Jedoch hat der Druckstoß gegenüber der Druck- oder Flussprogrammierung Vorrang.

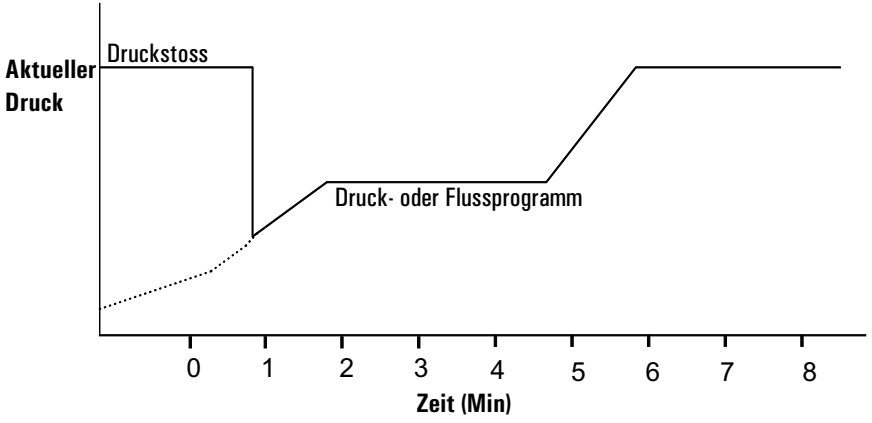


Abbildung 58 Druckstoß und Säulenfluss oder -druck

Die Parametertabelle – Druckstoß-Split-Modus

`Mode` – Aktueller Betriebsmodus – Split mit Druckstoß

`Temp` – Aktuelle und eingestellte Temperaturwerte des Einlasssystems

`Init time` – Wartezeit bei der anfänglichen Einlasstemperatur

`Rate #` – Temperaturraten des Injektors 1, 2, und 3

`Final temp #` – Endtemperaturen im Einlass der Stufen 1, 2, und 3

`Final time #` – Wartezeit bei den Endtemperaturen 1, 2, und 3

`Pressure` – Aktuelle und eingestellte Einlassdrücke zu Beginn und am Ende des Druckstoßes. Er legt den Startpunkt eines Druckprogramms oder eines fest eingestellten Drucks fest.

`Pulsed pres` – Der gewünschte Druck im Einlass zu Beginn einer Analyse. Der Druck steigt bis zu diesem Wert an, nachdem [Prep Run] gedrückt wurde, und verbleibt auf diesem Wert, bis der Einstellwert `Pulse time` abgelaufen ist. Dann geht der Druck auf den `Pressure`-Wert zurück.

`Pulse time` – Der Druck geht nach dieser Zeit auf den Ausgangswert zurück.

`Split Ratio (Splitverhältnis)` – Das Verhältnis der Flüsse zum Split und zur Säule. Der Säulendurchfluss wird in den Parametertabellen zur Säule1 oder Säule 2 eingestellt. Diese Zeile erscheint nicht, wenn Ihre Säule nicht spezifiziert wurde.

`Split flow` – Der Fluss in mLMin. aus dem Ausgang des Splits. Diese Zeile erscheint nicht, wenn Ihre Säule nicht spezifiziert wurde.

`Total flow` – Dies ist der Gesamtfluss als Summe aus Splitfluss, Säulenfluss und Septumspülfluss. Bei Veränderung des Gesamtflusses werden sowohl das Splitverhältnis als auch der Splitfluss geändert, während der Säulenfluss und der Druck unverändert bleiben. Wird die Druckstoßoption verwendet, so steigt der Gesamtfluss an, um das Splitverhältnis beizubehalten.

Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Split-Modus mit definierter Säule

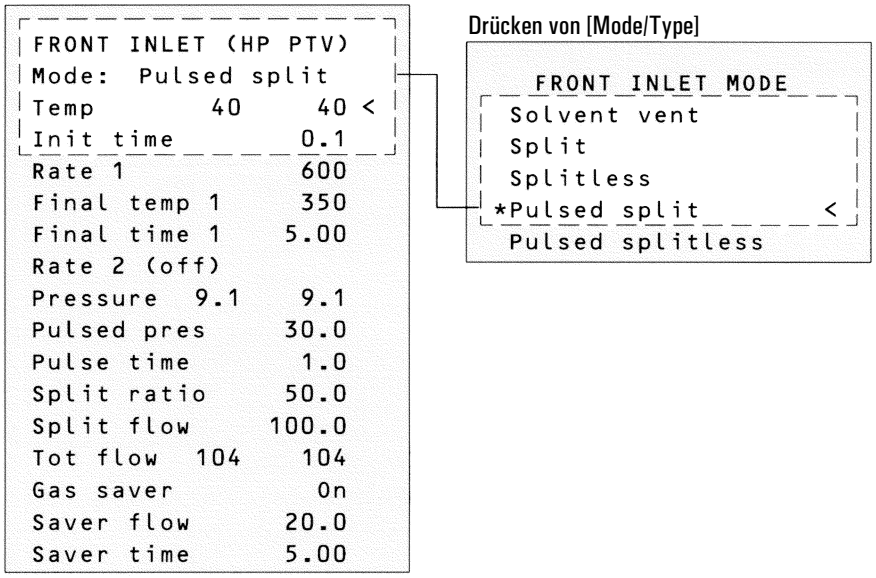
1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
2. Drücken Sie [Front Inlet].
   a. Bewegen Sie den Cursor auf `Mode`: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie `Pulsed Split`.
   b. Stellen Sie die Einlasstemperatur und die gewünschten Temperaturstufen ein.
   c. Geben Sie die Werte für `Pulsed Pres` und `Pulse time` ein.

Splitverhältnis = Splitfluss / Säulenfluss

d. Wenn Sie ein bestimmtes Splitverhältnis einstellen möchten, so gehen Sie mit dem Cursor auf `Split ratio` und geben Sie eine Zahl ein. Der Splitfluss wird errechnet und für Sie eingestellt.

e. Wenn Sie einen bestimmten Splitfluss einstellen möchten, so gehen Sie mit dem Cursor auf `Split flow` und geben Sie eine Zahl ein. Das Splitverhältnis wird berechnet und für Sie angezeigt.

f. Aktivieren Sie, wenn gewünscht, den `(Gas saver)`. Stellen Sie die Gassparzeit (Saver time) auf einen Zeitpunkt nach der `Pulse time` ein.



3. Drücken Sie [Prep Run] (siehe Seite 298) vor der manuellen Injektion einer Probe.

Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Split-Modus mit nicht definierter Säule

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).

2. Drücken Sie [Front Inlet].

   a. Bewegen Sie den Cursor auf `Mode`: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie `Pulsed Split`.

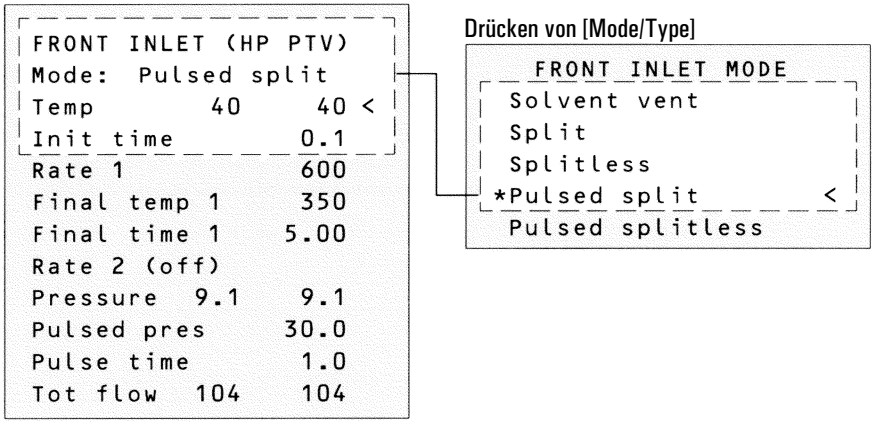
b. Stellen Sie die Einlasstemperatur und die gewünschten Temperaturstufen ein.

c. Geben Sie die Werte für `Pulsed Pres` und `Pulse time` ein.

d. Stellen Sie den Gesamtfluss zum Einlass ein. Messen Sie den Fluss am Splitausgang und am Septum-Spülausgang mit einem Durchflussmessgerät (Flow Meter).

e. Subtrahieren Sie den Septum-Spülfluss vom Gesamtfluss (`Total flow`).

f. Berechnen Sie das Splitverhältnis. Stellen Sie es neu ein, falls erforderlich.



Verwendung des Splitless-Modus

Flussdiagramme

In diesen Modi – mit oder ohne Druckstoß – ist das Magnetventil während der Injektion und Verdampfung der Probe geschlossen. Es verbleibt in diesem Zustand, während die Probe auf die Säule aufgetragen wird. Nach einer genau definierten Zeit wird das Ventil geöffnet, um die verbleibenden Dampfreste im Liner aus dem Splitausgang herauszutransportieren. Dies verhindert das sog. Tailing des Lösungsmittels, welches durch das große Einlassvolumen und die geringen Säulenflussraten verursacht wird:

Die Abbildung zeigt den Verlauf der Gasführung bei eingesetztem Septumkopf. Der Verlauf der Gasführung mit septumfreiem Kopf ist gleich, mit der Ausnahme, dass der Septumspülfluss am Injektorkopf vorbeigeleitet wird (links unten).

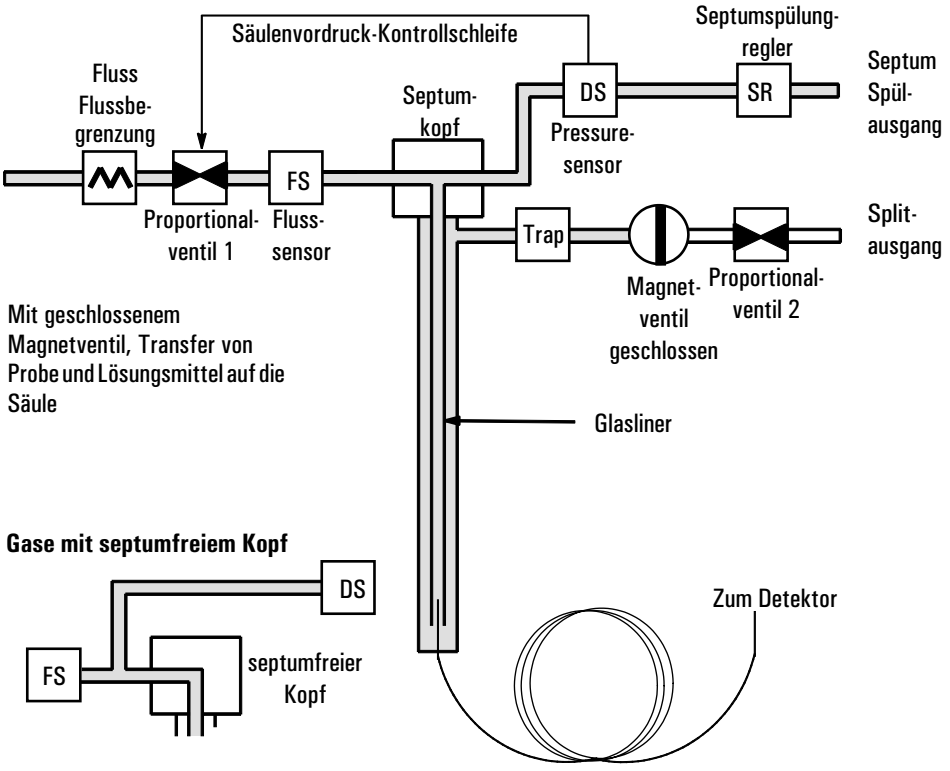


Abbildung 59 Stufe 1. Injektion der Probe

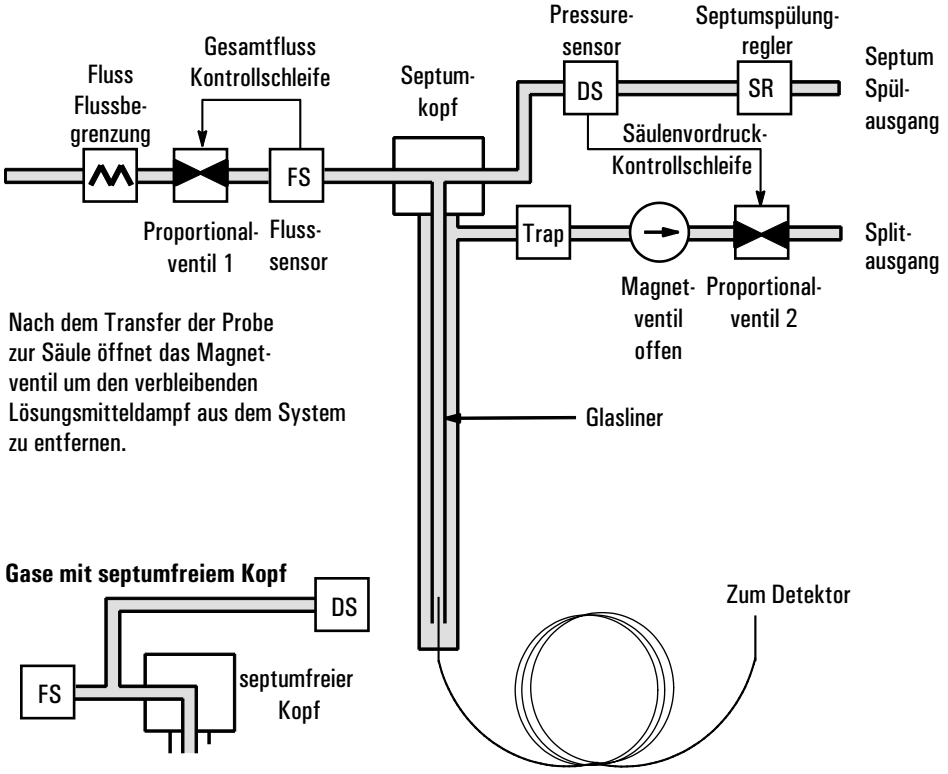


Abbildung 60 Stufe 2. Spülvorgang

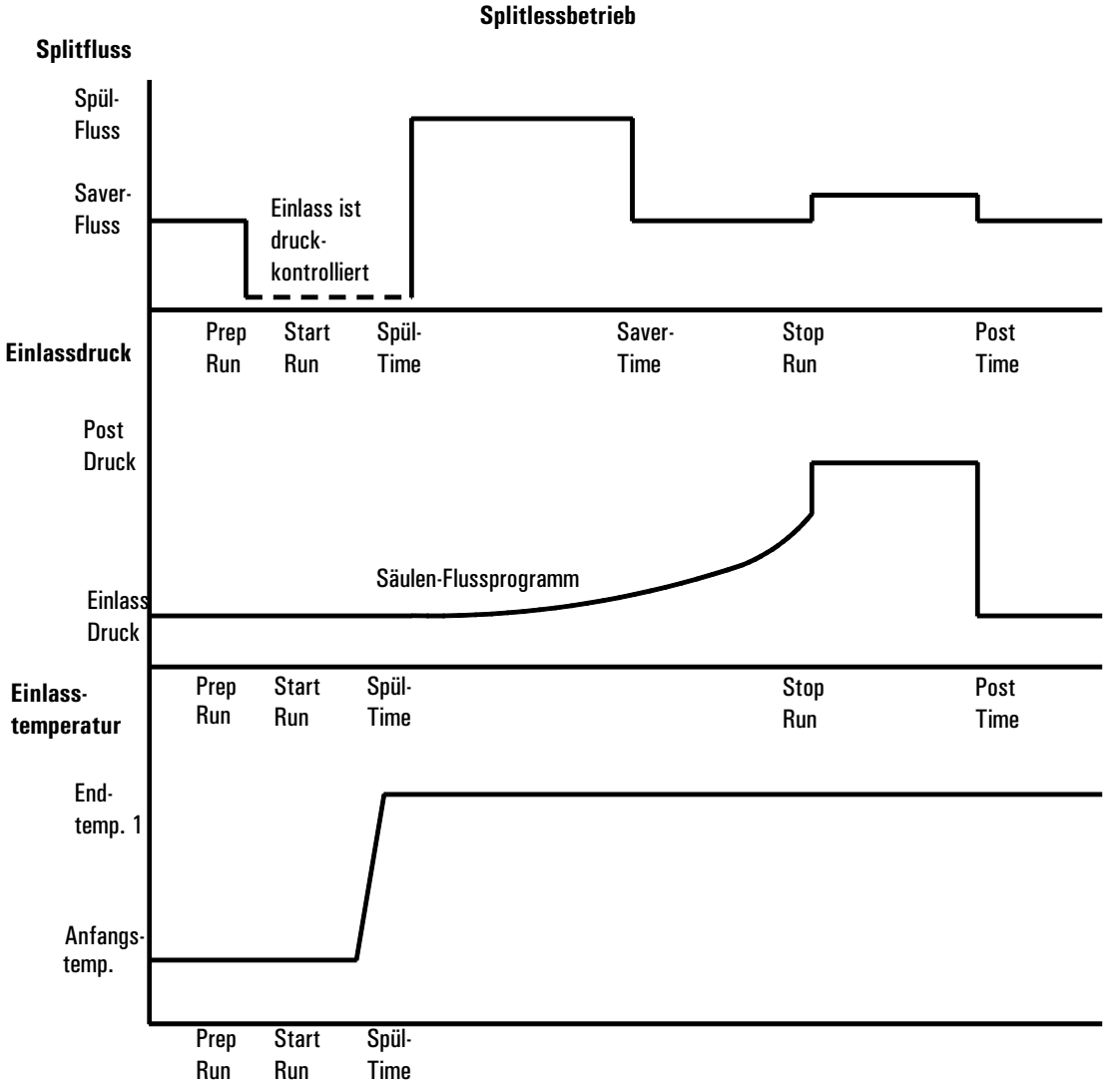


Abbildung 61 Flüsse, Drücke und Temperaturen

Temperaturbetrachtungen

Kaltaufgabe im Splitless-Modus

Wählen Sie bei der Kaltaufgabe ohne Split eine Injektortemperatur unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels. Mit einem Temperaturgradienten von 0.1 Minute erreichen Sie bei den meisten Lösungsmitteln einen guten Transfer zur Säule und eine gute Reproduzierbarkeit. Für thermisch stabile Komponenten ist ein Programm mit einer Heizrate von 500°C/Min. oder höher geeignet. Eine Endtemperatur von 350°C für fünf Minuten ist sicherlich ausreichend, um eine C_{44}-Komponente quantitativ auf die Säule aufzutragen.

Ein großer Vorteil der Temperaturprogrammierung besteht darin, dass das Einlasssystem langsam aufgeheizt werden kann, um problematische Analyten auf die Säule aufzutragen. Wenn die Ofentemperatur anfangs zu gering ist, um die Substanzen auf der Säule zu fokussieren, kann die Heizrate geringer eingestellt werden (z.B. 120°C/Min.). Dies reduziert den thermischen Abbau im Einlass und führt zu einer besseren Peakform und Quantifizierbarkeit.

Bei den meisten Applikationen mit Kaltaufgabe im Splitlessbetrieb reicht eine Temperaturstufe aus. Daher können die verbleibenden Stufen dazu verwendet werden, um das Einlasssystem zu reinigen oder die Einlasstemperatur zur nächsten Injektion abzusenken.

Heißaufgabe im Splitless-Modus

Stellen Sie die Anfangstemperatur bei der Heißaufgabe ohne Split auf einen so hohen Wert, dass der Analyt vollständig verdampft. Es werden dabei keine weiteren Temperaturparameter benötigt, da das Einlasssystem während des Analysenlaufs auf dieser Temperatur verbleibt.

Wegen des geringen Linervolumens (etwa 120 µl) kann der PTV-Einlass nur ein begrenztes Probenvolumen beim Heißauftrag verkraften. Injektionsvolumina über 1 µl überladen den Injektor beim Probenauftrag und führen zu analytischen Problemen. Für dieses Problem ist die Kaltaufgabe im Splitlessbetrieb die geeignete Lösung.

Parametertabelle – Splitless-Modus

`Mode` – Der aktuelle Betriebszustand – splitless

`Temp` – Aktuelle und eingestellte Temperaturwerte des Einlasssystems

`Init time` – Wartezeit bei der anfänglichen Einlasstemperatur

`Rate #` – Temperaturraten des Injektors 1, 2, und 3

`Final temp #` – Endtemperaturen im Einlass der Stufen 1, 2, und 3

`Final time #` – Wartezeit bei den Endtemperaturen 1, 2, und 3

`Pressure` – Aktuelle und eingestellte Einlassdrücke in psi, Bar oder kPa

`Purge time` – Die Spülzeit nach dem Beginn des Analysenlaufs, zu der das Spülventil öffnet

`Purge flow` – Der Fluss in ml/Min am Spülausgang während dieser Spülzeit (`Purge time`). Dieser Wert kann nicht eingestellt werden, wenn Ihre Säule nicht spezifiziert (*column not defined)* wurde.

`Total flow` – Die Zeile Gesamtfluss zeigt den momentanen Fluss zum Einlasssystem während des Pre Run-Status und während eines Analysenlaufs vor der Spülzeit an (die Pre Run-Anzeige leuchtet und blinkt *nicht*). Sie können während dieser Zeitabschnitte keine Sollwerteinstellung vornehmen. Zu allen anderen Zeitabschnitten zeigt `Total flow` sowohl den Sollwert als auch den momentanen Wert an.

Anfangswerte

Eine erfolgreiche Splitless-Injektion beinhaltet folgende Schritte:

1. Injizieren Sie die Probe und heizen Sie das Einlasssystem auf, um die Probe zu verdampfen.
2. Verwenden Sie einen geringen Säulenfluss und eine geringe Ofentemperatur, um am Anfang der Säule eine Lösungsmittel-gesättigte Zone zu schaffen.
3. Diese Zone am Säuleneingang dient dazu, die Probe aufzunehmen und zu konzentrieren.

4. Warten Sie, bis die gesamte Probe oder zumindest ein Großteil davon in die Säule eingedrungen ist. Die im Einlass verbleibende gasförmige Probe – die hauptsächlich aus Lösungsmittel besteht – wird durch Öffnen des Spülventils abgeleitet. Dadurch wird das lange Tailing des Lösungsmittelpeaks, das sonst dadurch verursacht würde, vermieden.

5. Erhöhen Sie die Ofentemperatur, um die Probe zu analysieren.

Einiges Ausprobieren ist notwendig, um die Betriebsbedingungen zu optimieren. Tabelle 43 zeigt Ihnen Anfangswerte für kritische Parameter.

Tabelle 43 Einlass-Parameter im Splitless-Modus

Parameter	Einstellbereich	Vorgeschlagener Anfangswert
Ofentemperatur	Ohne Kühlung, Raumtemp. + 10°C bis 450°C CO_2 Kühlung, –60°C bis 450°C N_2 Kühlung, –80°C bis 450°C	10°C unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels
Ofeninitialisierung	0 bis 999.9 Minuten	≥ Spülzeit
Spülzeit für den Einlass	0 bis 999.9 Minuten	$\frac{\text{Linervolumen}^*}{\text{Säulenfluss}}$ x 5
Gasspar-Zeit	0 bis 999.9 Minuten	nach Spülzeit
Gasspar-Fluss	15 bis 1000 ml/Min	15 ml/Min. höher als der maximale Säulenfluss
Temperatur im Einlass	Ohne Kühlung, Ofentemperatur + 10°C CO_2 Kühlung, –50°C bis 450°C N_2 Kühlung, –60°C bis 450°C	10°C unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels. Halten für 0.1 Min., dann aufheizen

* Linervolumen beträgt etwa 120 µL

Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus mit definierter Säule

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).

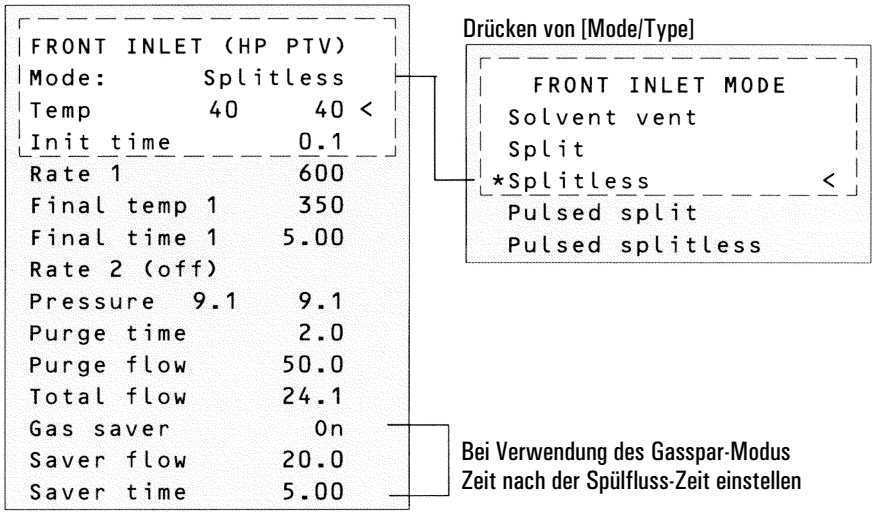
2. Drücken Sie [Front Inlet].

   a. Gehen Sie mit dem Cursor auf `Mode`: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie `Splitless`.

   b. Stellen Sie die Einlasstemperatur und die gewünschten Temperaturstufen ein.

   c. Legen Sie die Spülzeit und den Spülfluss fest.

   d. Aktivieren Sie, wenn gewünscht, den Gassparmodus (`Gas saver`). Stellen Sie die Saver time auf einen Zeitpunkt *nach* der Spülzeit ein.



3. Drücken Sie [Prep Run] (siehe Seite 298) vor der manuellen Injektion einer Probe.

Anleitung: Verwendung des Splitless-Modus bei nicht definierter Säule

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).

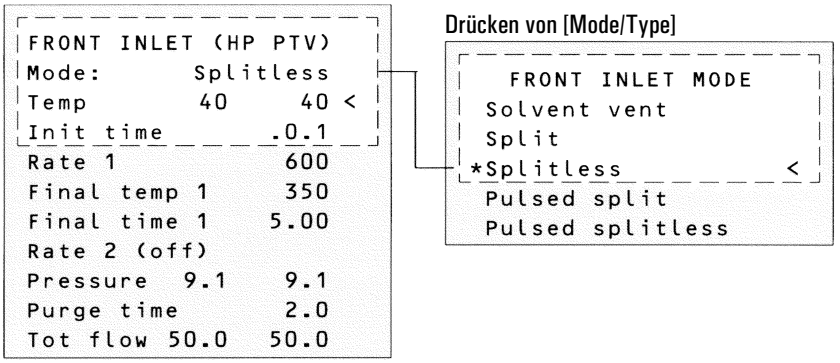
2. Drücken Sie [Front Inlet].

   a. Gehen Sie mit dem Cursor auf `Mode`: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie `Splitless`.

b. Stellen Sie die Einlasstemperatur und die gewünschten Temperaturstufen ein.

c. Geben Sie eine Spülzeit ein.

d. Stellen Sie den Gesamtfluss (total flow) auf einen höheren Wert ein, wie die Summe aus Säulenfluss und Septum-Spülfluss (ca. 3 bis 6 mL/Min), um ausreichenden Säulenfluss zu gewährleisten.



3. Drücken Sie [Prep Run] (siehe Seite 298) vor der manuellen Injektion einer Probe.

Druckstoß-Splitless-Modus

Weitere Informationen über die Druckstoß-Modi entnehmen Sie bitte Seite 404.

Parametertabelle – Druckstoß-Splitless-Modus

`Mode` – Aktueller Betriebsmodus – Splitless-Druckstoß-Modus

`Temp` – Aktuelle und eingestellte Temperaturwerte des Einlasssystems

`Init time` – Wartezeit bei der anfänglichen Einlasstemperatur

`Rate #` – Temperaturraten des Injektors 1, 2, und 3

`Final temp #` – Endtemperaturen im Einlass der Stufen 1, 2, und 3

`Final time #` – Wartezeit bei den Endtemperaturen 1, 2, und 3

`Pressure` – Aktuelle und eingestellte Einlassdrücke zu Beginn und am Ende des Druckstoßes. Er legt den Startpunkt eines Druckprogramms oder eines fest eingestellten Drucks fest.

`Pulsed pres` – Der gewünschte Druck im Einlass zu Beginn einer Analyse. Der Druck steigt bis zu diesem Wert an, nachdem [Prep Run] gedrückt wurde, und verbleibt auf diesem Wert, bis der Einstellwert `Pulse time` abgelaufen ist. Dann geht der Druck auf den `Pressure`-Wert zurück.

`Pulse time` – Der Druck geht nach dieser Zeit auf den Ausgangswert zurück.

`Purge time` – Der Zeitpunkt nach dem Beginn des Analyselaufs, zu dem das Spülventil geöffnet werden soll. Stellen Sie die Spülzeit 0.1 bis 0.5 Minuten vor Pulse Time ein.

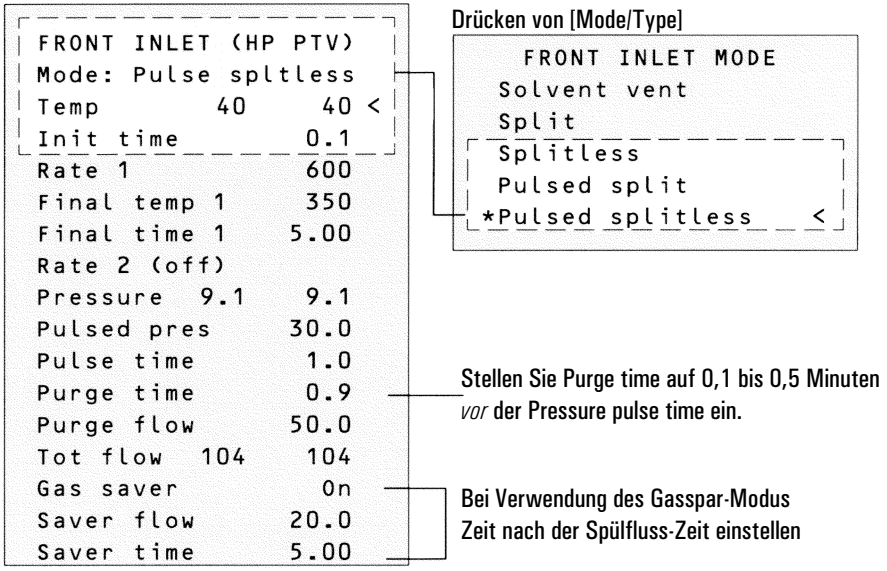
`Purge flow` – Der Fluss in mL/Min am Spülausgang während dieser Spülzeit (`Purge time`). Die Säule muss spezifiziert sein.

`Total flow` – Dies ist der Gesamtfluss. Er ist die Summe aus Säulenfluss und Septumspülfluss.

Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Split-Modus mit definierter Säule

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
2. Drücken Sie [Front Inlet].
   a. Bewegen Sie den Cursor auf `Mode`: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie `Pulsed Splitless`.
   b. Stellen Sie die Einlasstemperatur und die gewünschten Temperaturstufen ein.
   c. Geben Sie die Werte für `Pulsed Pres` und `Pulse time` ein.
   d. Geben Sie die Zeit ein (`Purge time`), bei der das Spülventil öffnen soll.
   e. Geben Sie `Purge flow` ein.

f. Aktivieren Sie, wenn gewünscht, den Gassparmodus (`Gas saver`). Stellen Sie die Gassparzeit auf einen späteren Zeitpunkt nach der *Purge flow time* ein.



3. Drücken Sie [Prep Run] (siehe Seite 298), bevor Sie manuell injizieren.

Anleitung: Verwendung des Druckstoß-Splitless-Modus mit nicht definierter Säule

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).

2. Drücken Sie [Front Inlet].

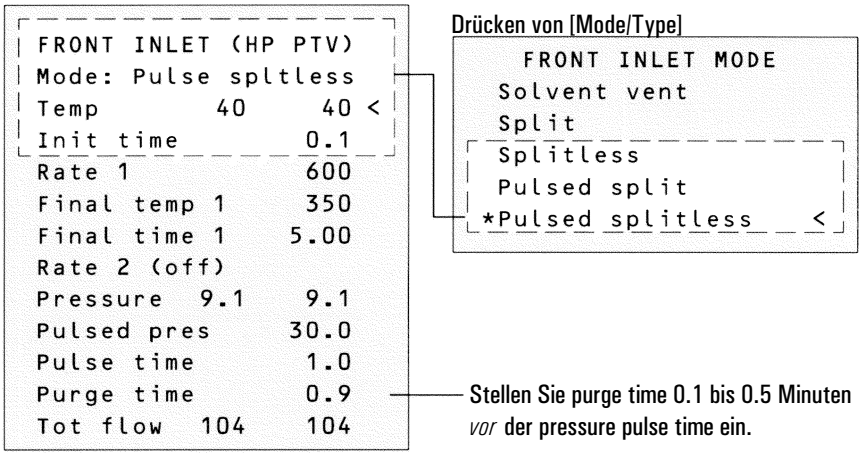
   a. Bewegen Sie den Cursor auf `Mode:` und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie `Pulsed Splitless`.

   b. Stellen Sie die Einlasstemperatur und die gewünschten Temperaturstufen ein.

   c. Geben Sie die Werte für `Pulsed Pres` und `Pulse time` ein.

d. Geben Sie die Zeit ein (`Purge time`), bei der das Spülventil öffnen soll.

e. Geben Sie `Purge flow` ein.



3. Drücken Sie [Prep Run] (siehe Seite 298), bevor Sie manuell injizieren.

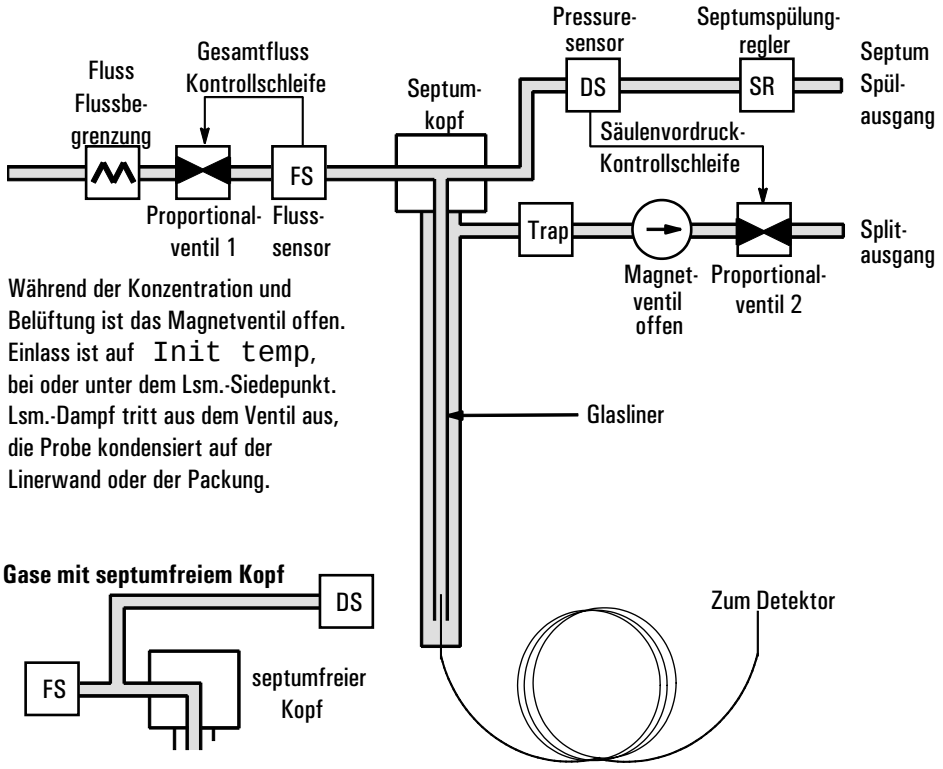
Verwendung des Lösungsmittelentfernungsmodus (Solvent Vent Mode)

Flussdiagramme

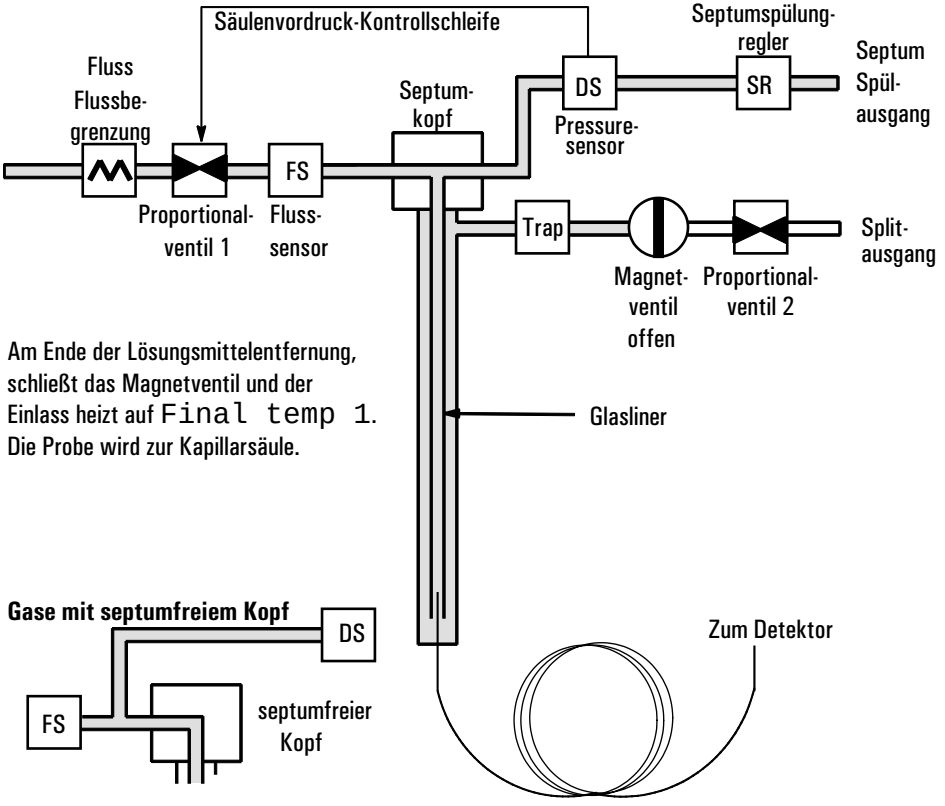
Die Probe wird ins kalte Einlasssystem injiziert. Bei geeigneten Betriebsbedingungen und geeigneter Probe sammeln sich die Substanzen der Probe im Liner des Einlasssystems, das Lösungsmittel verdampft und wird ausgespült. Große Probemengen oder multiple Injektionen können zur Konzentration von Substanzen im Einlass verwandt werden, bevor diese zur Säule transportiert werden.

Die Abbildung zeigt den Verlauf der Gasführung bei eingesetztem Septumkopf. Der Verlauf der Gasführung mit septumfreiem Kopf ist gleich, mit der Ausnahme, dass der Septumspülfluss am Injektorkopf vorbeigeleitet wird (links unten).

Stufe 1. Probenkonzentration und Belüftung



Stufe 2. Probentransfer (zur Säule)



Stufe 3. Spülen und Reinigen

Das Magnetventil öffnet sich erneut und das Gerät kehrt zur Stufe 1, aber mit veränderten Betriebsparametern, zurück. Der PTV-Einlass wird gespült. Weitere Temperaturstufen sind ebenfalls möglich, um z.B. das Einlasssystem zu reinigen oder aber, um die Einlasstemperatur nach dem Probentransfer abzusenken. Dies kann die Lebensdauer des Liners erhöhen.

Betrachtungen zur Temperatur, zum Druck und zum Fluss

Der Modus zur Entfernung des Lösungsmittels (Solvent Vent) wird in drei unabhängigen, pneumatischen Stufen durchgeführt; dem Belüftungsvorgang, dem Transfer der Probe zur Säule und dem Spülvorgang. Der Belüftungsvorgang kann durch Justierung des Drucks im Einlasssystem und des Entlüftungsflusses auf optimale Entfernung des Lösungsmittels eingestellt werden. Der Tranferzustand simuliert den traditionellen Splitless-Modus und bringt die Probe vom Liner (Verdampferrohr) zur Säule. Der Spülvorgang gestattet es dem Anwender, das Einlasssystem auf die nächste Injektion vorzubereiten.

Ein gravierendes Problem beim Modus zum Entfernen des Lösungsmittels ist es, dass möglicherweise leicht flüchtige Komponenten im Analyten zusammen mit dem Lösungsmittel entfernt werden. Aber es gibt für dieses Problem eine Reihe von Lösungsmöglichkeiten.

- Der Liner im Einlasssystem kann mit einer Packung, z.B. Tenax, gefüllt werden. Dies bewirkt, dass eine flüchtige Komponente weitgehend zurückgehalten wird, kann aber die Wiederfindung höher siedender Komponenten verschlechtern.
- Ein Teil des Lösungsmittels kann beim Transfer der Probe zur Säule im Liner verbleiben. Dabei fungiert das verbliebene Lösungsmittel quasi als stationäre Phase, die leicht flüchtige Substanzen zurückhält, dies wird aber durch einen größeren Lösungsmittelpeak erkauft.
- Reduktion der Temperatur im Einlass. Dies reduziert den Dampfdruck der flüchtigen Komponenten und verspricht höhere Wiederfindungsraten.

Die Entfernung des Lösungsmittels wird beschleunigt durch:

- Reduktion des Drucks im Einlasssystem während des Probenauftrags durch den Parameter `Vent pressure`
- Erhöhung des Durchflusses im Einlass – der `Vent flow`-Parameter

Diese Möglichkeiten machen die Handhabung des PTV zwar komplizierter, stellen aber eine höhere Flexibilität und ein neues Potential zur Lösung komplizierter Problemstellungen zur Verfügung.

Betriebsablauf

Einige Schritte einer typischen Analyse im Solvent Vent-Modus (zur Entfernung des Lösungsmittels).

Stufe		Parameter	Wert
1	**Vor der Injektion**	Fluss am Splitausgang (Split Vent)	Spülfluss oder Gassparfluss
		Einlassdruck	Vom Einstellwert der Säule
	Das System verbleibt im Spülfluss (oder Sparfluss, falls eingestellt).		
2	**Prep Run beginnt**	Fluss am Splitausgang (Split Vent)	Einstellwert Vent Flow
		Einlassdruck	Einstellwert Vent pressure
	Die Werte werden zur Injektion verändert. Beim Ready Signal des GC wird injiziert. Die Init-Zeiten von Einlass und Ofenprogramm beginnen. Die Entfernung des Lösungsmittels und die Konzentration der Probe beginnen.		
3	**Beim Ende der Belüftung (Vent end time)**	Fluss am Splitausgang (Split Vent)	Keiner, Magnetventil geschlossen
		Einlassdruck	Einstellwert Column pressure
	Die Beseitigung des Lösungsmittels endet, die Probe wird durch Heizen des Einlasssystems auf die Säule aufgetragen.		
4	**Zur Spülzeit (Purge time)**	Fluss am Splitausgang (Split Vent)	Einstellwert Purge flow
		Einlassdruck	Einstellwert Column pressure
	Der Tranfer der Probe wird beendet, Einlass wird gespült, Analyse beginnt.		
5	**Beim Gassparmodus (Saver time)**	Fluss am Splitausgang (Split Vent)	Einstellwert Saver flow
		Einlassdruck	Einstellwert Column pressure
	Analyse beendet, Trägergasfluss wird verringert, um Gas zu sparen (bei Saver on).		

Einige wichtige Gesichtspunkte

- Der Säulenfluss wird durch den Einlassdruck bestimmt. Dies wird während der Analyse vom Fluss- oder Druckeinstellwert des Programms *(under column)* geregelt.
- Die einzelnen Steuerabschnitte müssen in der gezeigten Abfolge erfolgen; die Vent end time *vor* Purge time *und vor* Saver time.
- Das Ende der Belüftung (Vent end time) sollte vor dem Aufheizen des Einlasssystems und der Freisetzung der Probe liegen.
- Die Spülzeit (Purge time) sollte vor der Beheizung des Ofens und somit vor der Trennung der Probe auf der Säule liegen.

Zeitablaufdiagramm

Die Zeitachse erstreckt sich von oben nach unten; alle anderen Größen steigen von links nach rechts.

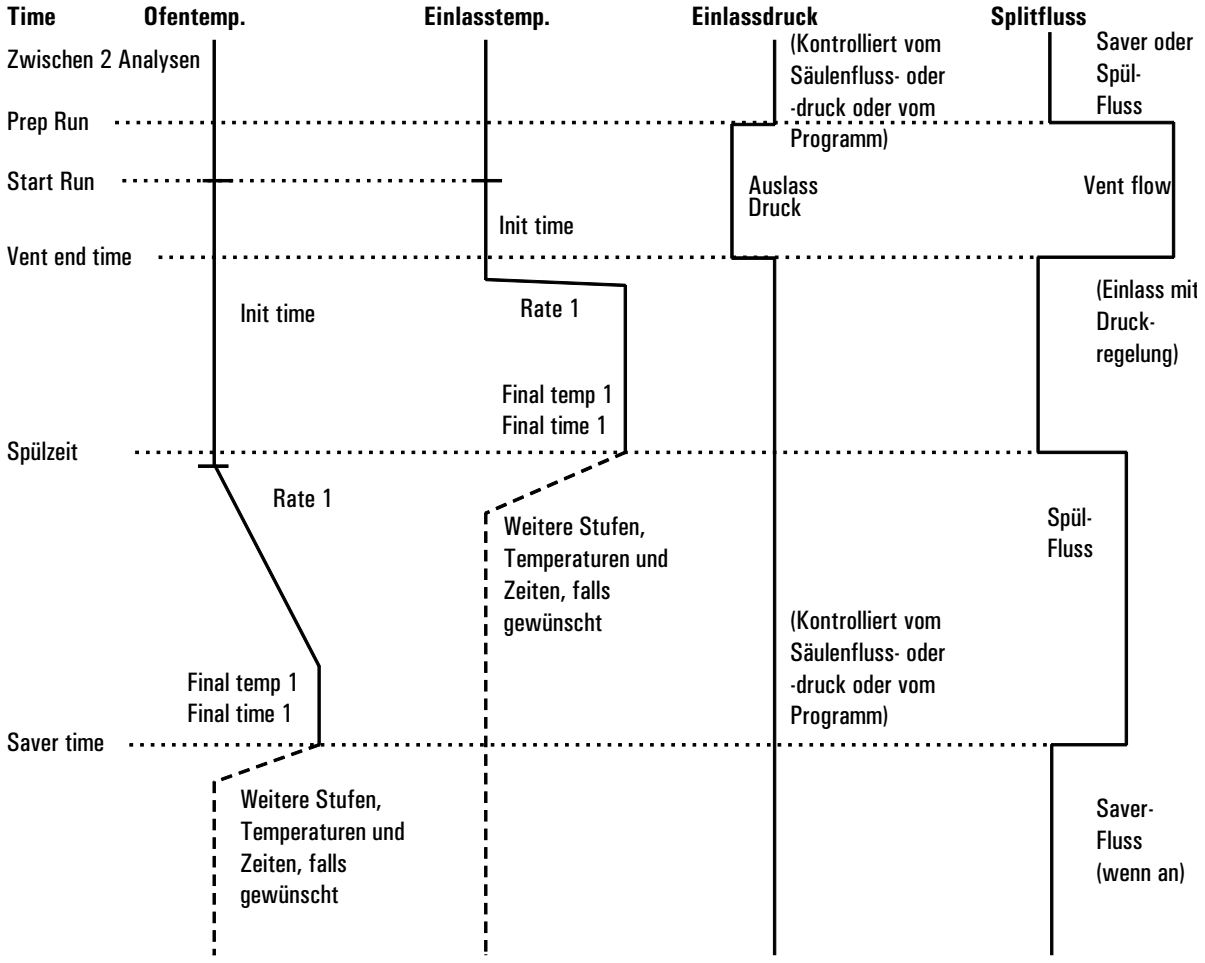


Abbildung 62 Zeitbeziehungen

Wann beginnt die Analyse (Start Run)?

Sowohl das Temperaturprogramm des Einlasssystems als auch das Ofentemperaturprogramm beginnnen mit Start Run. Alle anderen Zeiteinstellwerte – wie z.B. Purge time – werden ab Start Run gezählt. Wann beginnt Start Run?

- wenn die Probe manuell injiziert wurde, beim Druck auf die Start Run-Taste,
- bei einfacher Injektion mit einem Probengeber bei der Injektion per Spritze,
- bei multiplen Injektionen für einen Analysenlauf mitttels Probengeber bei der ersten Injektion der Serie. Es werden keine weiteren Start Run-Signale für die weiteren Injektionen erzeugt.

  Diese zusätzlichen Injektionen benötigen natürlich auch Zeit. So sollten die Temperaturprogramme für das Einlasssystem und den Säulenofen, insbesondere die Werte für `Init time`, diesbezüglich angepasst werden. Das Gleiche gilt für die anderen Einstellwerte die den Betrieb des Einlasssystems kontrollieren. Detailliert wird dies im Kapitel „Injektion großer Volumina“ beschrieben.

Parametertabelle – Solvent Vent-Modus

`Mode` – Der aktuelle Betriebsmodus – Solvent Vent

`Temp` – Aktuelle Werte und Sollwerte der Anfangstemperaturen des Einlasssystems.

`Init time` – Zeitspanne ab Start Run, wenn die Initial-Temperatur des Einlasssystems beendet wird. Normalerweise muss der Wert größer als `Vent End Time` sein.

`Rate #` – Temperaturraten des Injektors 1, 2, und 3

`Final temp #` – Endtemperaturen im Einlass der Stufen 1, 2, und 3

`Final time #` – Wartezeit bei den Endtemperaturen 1, 2 und 3. Diese Zeitspanne ist ein Zeitintervall der *nicht* ab Start Run gemessen wird.

`Pressure` – Aktueller Druck und Sollwert des Drucks im Einlass vor und nach der Belüftungsperiode. Stellt den Startwert des des Säulenvordrucks dar

`Vent pressure` – Druck im Einlass während der Belüftungsperiode. Eine Verminderung des Druckes bei der Belüftung führt zur schnelleren Eliminierung des Lösungsmittels. Gleichermaßen vermindert die Druckreduktion in dieser Phase die Trägergasmenge und damit auch die Gasmenge, die in die Säule eindringt.

Die Eingabewerte liegen zwischen 0 und 100 psi. Wird 0 gewählt, so stellt das Einlasssystem den kleinstmöglichen Druck beim gegebenen Belüftungsfluss (vent flow) ein. Tabelle 44 zeigt ungefähre Werte für diesen Minimaldruck bei verschiedenen Belüftungsflüssen (vent flows) von Helium. Drücke, die unter denen in der Tabelle liegen, sind nur bei reduziertem Fluss möglich.

Tabelle 44 Minimal erreichbare Drücke

Vent flow (ml/Min.)	Einstellwert für vent pressure bei „0“ psi	Einstellwert für vent pressure bei „0“ kPa
50	0.7	5
100	1.3	10
200	2.6	18
500	6.4	44
1000	12.7	88

`Vent flow` – Der Trägergasstrom, der während dem Belüftungsvorgang aus dem Splitausgang austritt. Höhere Flussraten spülen den Liner schneller und reduzieren den Zeitaufwand zur Entfernung des Lösungsmittels. Bei den meisten Säulen führt ein Fluss von 100 ml/Min. (vent flow) zu einer akzeptablen Geschwindigkeit der Lösungsmittelentfernung, trägt aber minimale Mengen auf die Säule auf.

`Vent end time` – Ist die Zeit ab dem Start Run, bei der der Belüftungsvorgang endet. Bei großen Injektionsvolumina sollte diese Zeit normalerweise länger eingestellt werden als das System zur Komplettierung der Injektion benötigt.

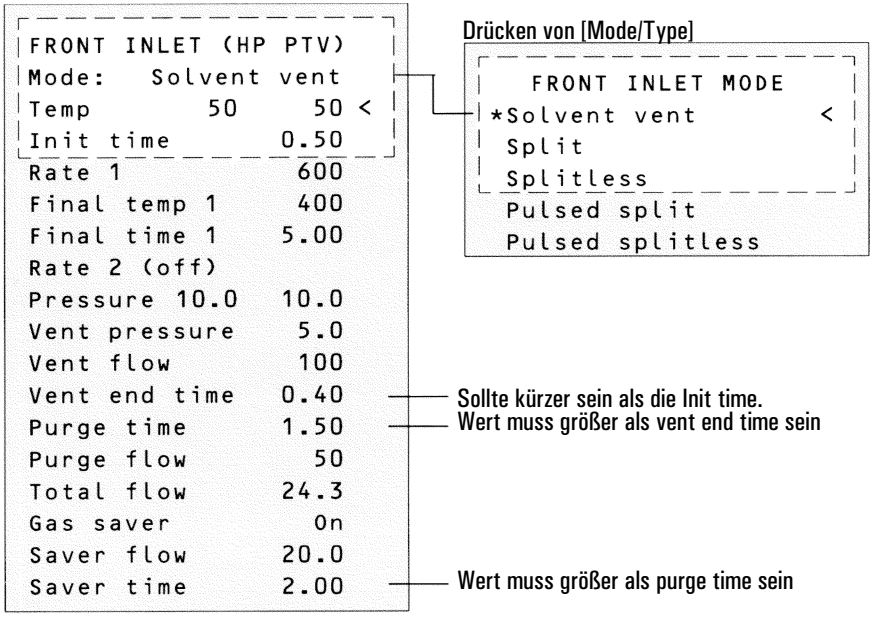
`Purge time` – Die Zeit ab Start Run, wo der Transfer der Probe auf die Säule endet. Beginnt bei `Vent end time`.

`Purge flow` – Der Trägergasfluss zum Injektor, der bei `Purge time` begann,

`Total flow` – Zeigt den aktuellen Fluss im Einlasssystem.

Anleitung: Verwendung des Solvent Vent-Modus mit definierter Säule

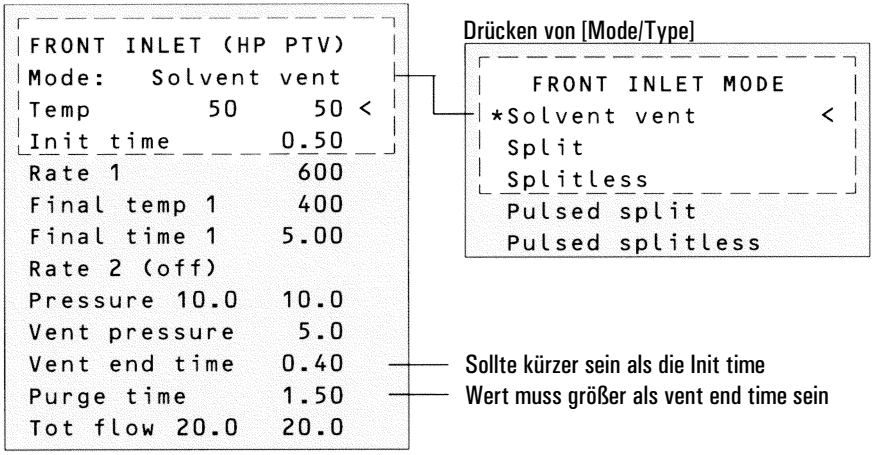
1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
2. Drücken Sie [Front Inlet].
   a. Bewegen Sie den Cursor auf `Mode:` und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie `Solvent vent`.
   b. Geben Sie einen Wert für Vent pressure, Vent flow und Vent end time ein.
   c. Stellen Sie die Einlasstemperatur und beliebige gewünschte Stufen ein.
   d. Legen Sie die Spülzeit und den Spülfluss fest.
   e. Aktivieren Sie wahlweise den Gassparmodus (`Gas saver`). Stellen Sie die Gassparzeit (Saver time)auf einen späteren Zeitpunkt *nach* der Purge time ein.



3. Drücken Sie [Prep Run] (siehe Seite 298) vor manueller Injektion.

Anleitung: Verwendung des Solvent Vent-Modus mit nicht definierter Säule

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
2. Drücken Sie [Front Inlet].
   a. Bewegen Sie den Cursor auf `Mode:` und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie `Solvent vent`.
   b. Geben Sie einen Wert für Vent end time und Vent pressure ein.
   c. Stellen Sie die Einlasstemperatur und beliebige gewünschte Stufen ein.
   d. Geben Sie eine Spülzeit ein, die größer als Vent end time sein muss.
   e. Stellen Sie den Gesamtfluss (Total flow) höher als die Summe aus Säulenfluss und Septum-Spülfluss ein (etwa 6 ml/Min.), um einen geeigneten Säulenfluss zu garantieren.



3. Drücken Sie [Prep Run] (siehe Seite 298) vor manueller Injektion.

Injektion großer Volumina

Die meisten Einlasssysteme sind für die Injektion von Flüssigkeiten im Bereich von 1 bis 5 µl konzipiert. Bei größeren Injektionsmengen wird das Einlasssystem durch die Dampfwolke, die bei der Verdampfung der Probe entsteht, überladen, die Chromatographie verschlechtert. Beim PTV liegt der Injektionsbereich des Liners bei:

Tabelle 45 Kapazitäten des Liners

Liner	Nominale Kapazität	Beständigkeit
Offen, mit Drossel	5 µl	groß
Gepackt mit Glaswolle	25 µl	geringer, wegen der größeren Oberfläche

Im Solvent Vent-Modus werden die Substanzen durch das Temperaturgefälle im Liner gesammelt und dabei das Lösungsmittel entfernt. Ist das Lösungsmittel abgedampft, so kann erneut Probe in den Liner eingebracht werden. Die Injektion kann mehrere Male durchgeführt werden, um den Analyten einer großen Probe auf zu konzentrieren. Nach Injektion und Entfernung des Lösungsmittels werden die Probensubstanzen auf die Säule aufgetragen. Dies kann die Notwendigkeit einer Konzentration vor der Analyse erübrigen und Probenverluste vermeiden helfen.

Mehrfache Injektionen eines Probengebers und somit die Injektion großer Probenmengen können mit dem PTV-Einlass verwirklicht werden. Die ChemStation kontrolliert den Vorgang.

Anforderungen an die ChemStation

Eine GC oder MSD ChemStation ist zur mehrfachen Injektion erforderlich, da die benötigten Einstellungen nicht über die Tastatur am GC selbst eingegeben werden können.

- GC ChemStation Software Revision A.04.02 oder später

  oder Software Revision A.04.01 *plus* die Software, die mit dem PTV geliefert wird
- MSD ChemStation Software Revision A.03.00 oder später

Tabelle 46 Einstellungen – Untermenü der Injektorkonfiguration

Parameter	Bereich	Voreinstellung
Syringe size	0.1 to 100 µl	10 µl
Nanoliter Adapter	Präsent oder nicht präsent	Nicht präsent
Mehrfachinjektion	Einfach oder Mehrfach	Einfach

- `Syringe size` – Volles Volumen der Spritze.
- `Nanoliter Adapter` – Über eine Checkbox kontrolliert. Ist diese markiert, so heißt das, dass ein Nanoliter-Adapter am Injektor angebracht ist. Wenn *nicht* markiert, so ist kein Adapter vorhanden. Der Adapter ist *immer* auf dem G2613A-Injektor vorhanden.
- `Mehrfache Injektionen` – gesteuert über ein Kontrollkästchen (Checkbox). Wenn er angekreuzt, dann macht der Probengeber vor jedem Lauf mehrere Injektionen in den Einlass, entsprechend den anderen Parametern. Ist diese markiert, so heißt das, dass der Probengeber entsprechend den anderen Parametern mehrfache Injektionen einer Probe durchführt. Es wird nur ein Start Run-Signal bei der ersten Injektion ausgegeben.

  Ist *nichts* markiert, führt der Injektor nur eine Injektion durch und emittiert ein Start Run-Kommando bei jeder Injektion. Dies ist die voreingestellte (default) Funktion.

Tabelle 47 Einstellungen – Injektormenü

Parameter	Bereich	Voreinstellung
Inject **X** µl **Y** times	**X**: 0.1 bis 0.5 × Spritzenvolumen **Y**: 1 bis 100	**X**: 0.1 × Spritzenvolumen **Y**: 1
Delay between injections	0 bis 100 Sekunden	0
Preinjection washes	0 Um den15	0
Postinjection washes	0 Um den15	0
Pumps	0 Um den15	0

- `Inject Xµl Ytimes` – **X** ist die Menge, die injiziert werden soll; **Y** ist die Anzahl der Injektionen. Ist der Nanoliter-Adapter im Injektor-Konfigurationsmenü angewählt, ist der Bereich 0.02 bis 0.4 x das Spritzenvolumen.
- `Delay` – Wartezeit zwischen den Injektionen. Wird zu der Zeit addiert, die das System benötigt, einen Injektionszyklus abzuschließen
- `Preinjection washes` – Anzahl der Waschvorgänge der Spritze mit Lösungsmittel und/oder Probe *vor der ersten Injektion*. Keine Waschvorgänge bei den weiteren Injektionen bei mehrfacher Injektion
- `Postinjection washes` – Anzahl der Waschvorgänge der Spritze mit Lösungsmittel *nach der letzten Injektion*. Keine Waschvorgänge bei den anderen Injektionen bei mehrfacher Injektion
- `Preinjection pumps` – Anzahl der Pumpvorgänge des Spritzenkolbens vor dem Aufziehen der Probe. Pumpvorgänge werden nur vor der ersten Injektion einer Mehrfachinjektion durchgeführt.

Berechnete Werte

Die Software berechnet und zeigt an:

- Auf der Injektoranzeige: `Total` Produkt von X (Volumen pro Injektion) und Y (Injektionen pro Analyse)
- Auf der Inletsanzeige: `Estimated total injection time` Zirkaangabe der Gesamtzeit in Minuten für die mehrfache Injektion und die Zeit der mechanischen Injektionszyklen des Geräts gemäß den voreingestellten Parametern. Beinhaltet die Zeit zwischen den Injektionen (`Delay between injections`), Vorlauf- und Nachlaufzeiten bei der Injektion, und Verzögerungen durch die Viskosität der Probe

Ein Beispiel

Diese Einstellungen wurden für eine Probe mit einem breiten Spektrum an Siedepunkten verwendet.

Allgemeine Parameter	
Name	**Wert**
Probe	C_{10}- bis C_{44}-Kohlenwasserstoffe in Hexan
Modus	Lösungsmittel entfernen
PTV Liner	Gepackt mit Glaswolle
Injektionsvolumen	Eine 10.0 µl Injektion (25–µl-Spritze)
Injektions-geschwindigkeit	Schnell
Säule	30 m x 320 µm x 0.25 µm -5, p/n 19091J-413
Säulenfluss	4 ml/Min. Konstantfluss (constant flow)

Einlassparameter			
Name	**Wert**	**Name**	**Wert**
Init temp	40°C	Rate 2 (off)	
Init time	0.3 Min.	Pressure-	15.6 psi
Rate 1	720°C/Min.	Vent pressure	0.0 psi
Final temp 1	450°C	Vent flow	100 ml/Min.
Final time 1	5 Min.	Vent end time	0.2 Min.
Rate 2	100°C/Min.	Spülzeit	2.0 Min.
Final temp 2	250°C	Spülfluss	50 ml/min
Final time 2	0 min		

Ofenparameter	
Name	**Wert**
Init temp	40°C
Init time	2.5 Min.
Rate 1	25°C/Min.
Final temp 1	320°C
Final time 1	10.0 Min.
Rate 2 (off)	

Detektorparameter	
Name	**Wert**
Detektor	FID
Detektor temp	400°C
Hydrogen flow	40 ml/min
Luftfluss	450 ml/Min.
Makeup (N_2)	45 ml/Min.

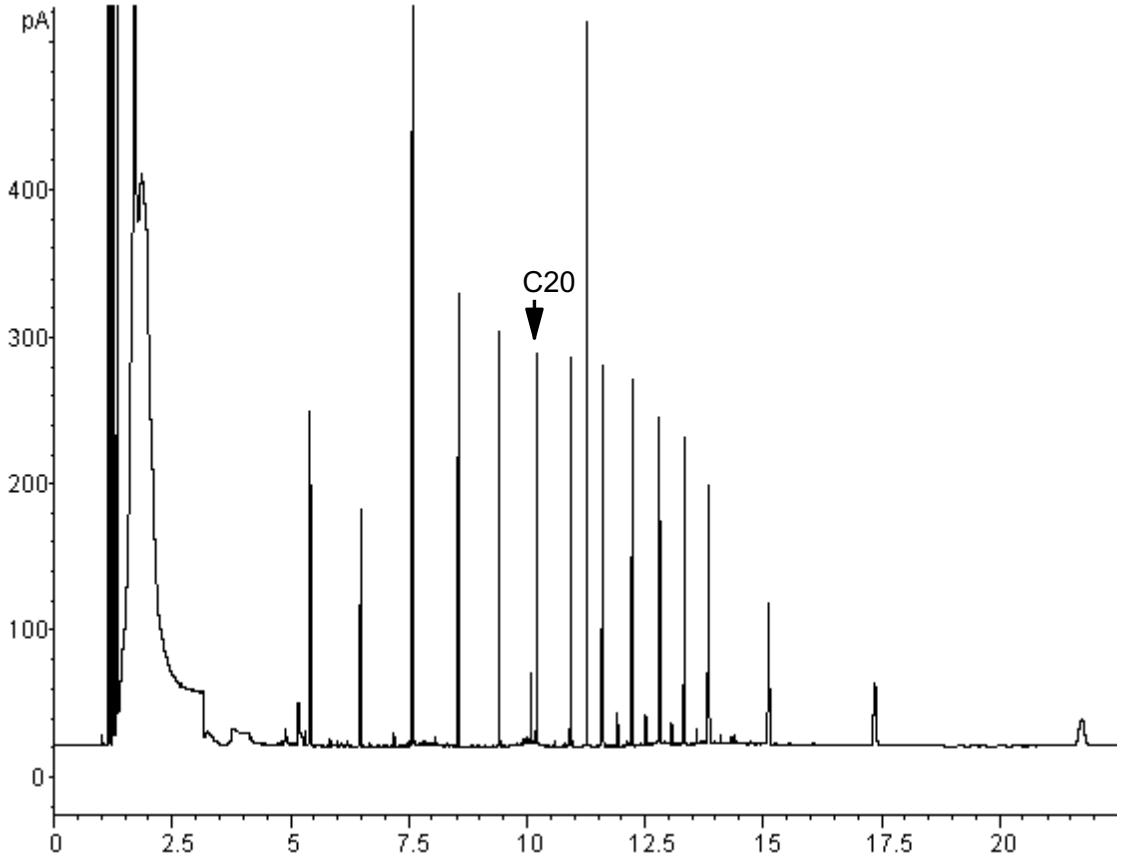


Abbildung 63 Chromatogramm einer 10–µL-Injektion

Diese Ergebnisse wurden mit einer Splitlessanalyse derselben Probe mit nahezu 100prozigen Wiederfindung verglichen. Diese Vergleich zeigt, dass alle Verbindungen größer C_{20} vollständig wieder gefunden wurden und diese Wiederfindung unabhängig vom Injektionsvolumen war. Komponenten kleiner C_{20} wurden teilweise mit dem Lösungsmittel entfernt.

Mögliche Feinabstimmungen

Abhängig von der Anwendung gibt es eine Reihe von Feinabstimmungen.

Um mehr Lösungsmittel zu entfernen:

- erhöhen Sie die vent end time, inlet initial time und purge time. Dies beeinflusst nicht die Substanzen der Probe. Diese werden quantitativ im Liner konzentriert, aber ein größerer Anteil des Lösungsmittelpeaks entfernt;
- erhöhen Sie vent flow, um den Liner schneller zu spülen. Eine Erhöhung des vent flow erhöht den Druck im Einlass, falls dieser auf Null gesetzt wurde. Es wird mehr Lösungsmittel auf die Säule aufgetragen;
- erhöhen Sie die initial temperature des Einlasssystems. Das bringt eine höhere Verdampfung des Lösungsmittels und eliminiert mehr Lösungsmittel. Dies führt aber gleichzeitig zu höheren Verlusten an niedrig siedenden Komponenten, da ebenfalls deren Dampfdruck erhöht wird.

Verbesserung der Wiederfindung niedrig siedender Verbindungen:

- Reduzieren Sie die Einlasstemperatur, um den Dampfdruck der Probe zu verringern und um sie effektiver zu konzentrieren. Dies reduziert aber gleichfalls den Dampfdruck des Lösungsmittels, der daher längere Zeit benötigt, um entfernt zu werden.
- Verwenden Sie das Packungsmaterial im Liner. Materialien wie z.B. Tenax bewirken höhere Wiederfindungsraten flüchtiger Verbindungen, halten aber schwer flüchtige Stoffe zurück. Dies muss bei der Quantifizierung höher siedender Komponenten berücksichtigt werden.
- Belassen Sie mehr Lösungsmittel im Liner. Das Lösungsmittel fungiert quasi als stationäre Phase und hält flüchtige Substanzen zurück. Dies muss gegen die Toleranz des Detektors gegenüber Lösungsmitteln abgewogen werden.

Ein Beispiel – Fortsetzung

Die einfache Injektion im vorigen Beispiel zeigt deutlich, dass eine 10-µl-Injektion den mit Glaswolle befüllten Liner nicht überlädt. Das bedeutet, dass mehrere Injektionen mit 10 µl möglich sind.

In diesem Beispiel werden zehn Injektionen pro Analysenlauf mit einer Kapazität von 10 µl je Probe durchgeführt. Dies erhöht die analytische Empfindlichkeit erheblich. Es wurden keine weiteren Feinabstimmungen bzgl. der niedrig siedenden Komponenten gemacht, da das Ziel der Analyse die Detektion und Analyse der höher siedenden Substanzen war.

Die ChemStation ermittelt, dass die zehn Injektionen insgesamt 1,3 Minuten benötigen. Die folgenden Veränderungen im Timing wurden eingegeben:

Parameter	angehoben von	bis
Inlet Init time	0.3 Minuten	1.6 Minuten
Vent end time	0.2 Minuten	1.5 Minuten
Spülzeit	2.0 Minuten	3.0 Minuten
Oven Init time	2.5 Minuten	3.0 Minuten

Das Ergebnis ist in Abbildung 64 dargestellt.

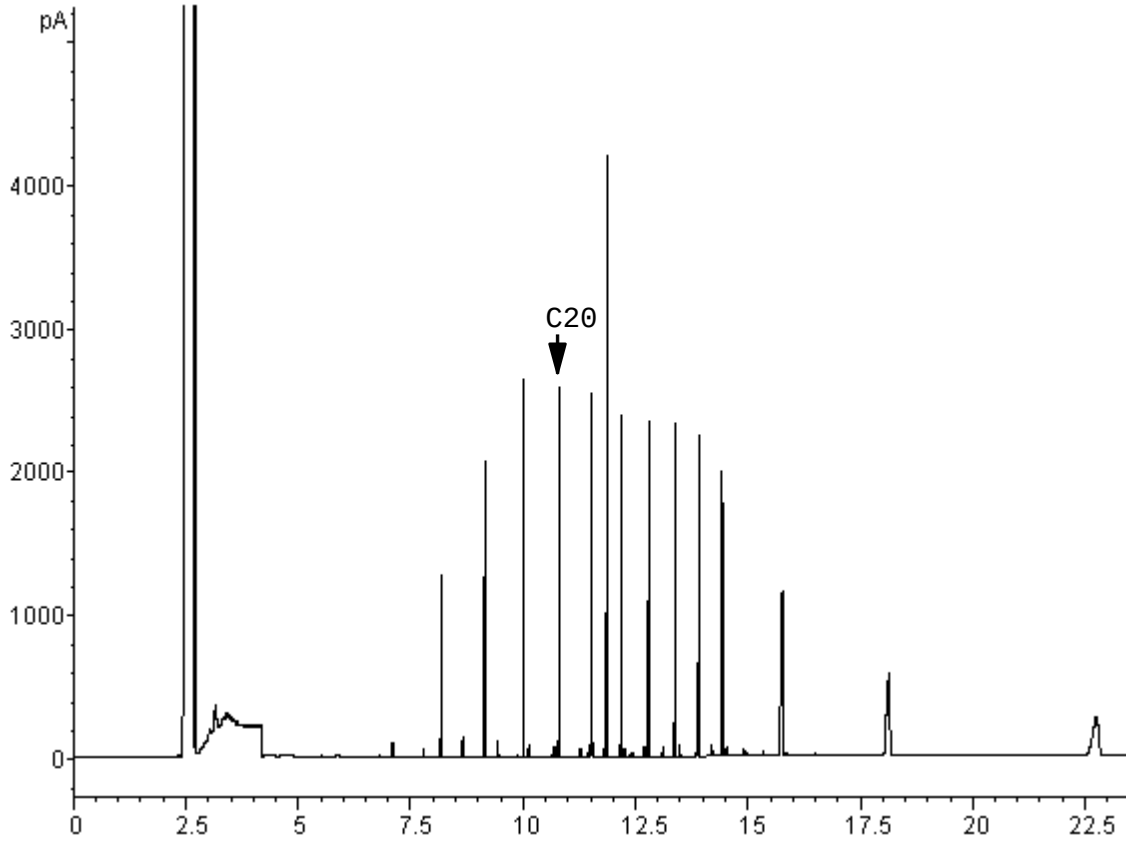


Abbildung 64 Chromatogramm von zehn x 10-µL-Injektionen

Wartung eines PTV

Einlassadapter

Der Graphpak™2M Connector (Einlassadapter) an der Basis des Injektors ist an den Durchmesser der verwendeten Säule angepasst. Wird eine Säule mit einem anderen Durchmesser eingebaut, muss auch der Adapter gewechselt werden.

Die Nummer des Adapters ist auf dessen Seite eingeprägt. Wählen Sie den Adapter mit der kleinsten Öffnung der Ihre Säule aufnehmen kann.

Tabelle 48 Einlassadapter

ID der Säule	Nummer des Einlassadapters	Menge	Bestellnr.
200 µm	31	1	5182-9754
250 µm	45	1	5182-9761
320 µm	45	1	5182-9761
530 µm	70	1	5182-9762

Anleitung: Austausch des Einlassadapters

1. Schrauben Sie die Säulenverschraubung am Adapter ab. Entfernen Sie die Mutter und die Säule vom Einlass.
2. Schrauben Sie den Einlassadapter mit einem 6-mm-Gabelschlüssel ab. Verlieren Sie dabei die silberfarbene Dichtungsscheibe nicht. Heben Sie den Adapter für später auf.
3. Wählen Sie zur Säule, die Sie installieren wollen, einen geeigneten Einlassadapter. Legen Sie eine neue silberne Dichtungsscheibe in den Adapter ein (Art. Nr. 5182-9763, 5 St./Pckg.) und schrauben Sie ihn fingerfest ein. Drehen Sie den Adapter mit einem 6-mm-Gabelschlüssel eine zusätzliche 1/16- bis 1/8-Umdrehung weiter.

   Überdrehen Sie ihn nicht. Das Einlasssystem kann bei zu festem Zuziehen beschädigt werden. Sollte der Adapter leck sein, überprüfen Sie die silberne Dichtung und ersetzen Sie sie gegebenenfalls.

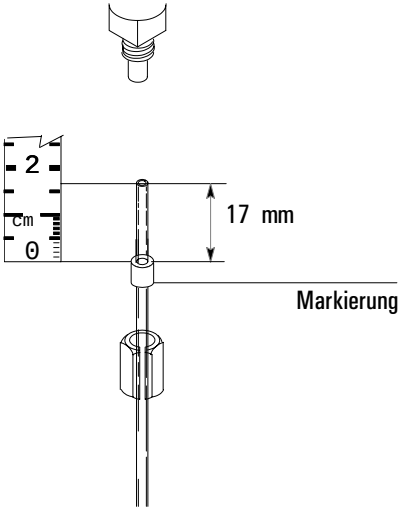
Anleitung: Einbau von Säulen

Graphpack-2M Ferruls sind auf den Außendurchmesser der Säule abgestimmt.

Tabelle 49 Säulen und Ferrule

ID der Säule	Graphpack Ferrule Bohrung mit ID	Menge	Bestellnr.
200 µm	0.31 mm	10	5182-9756
250 µm	0.40 mm	10	5182-9768
320 µm	0.45 mm	10	5182-9769
530 µm	0.70 mm	10	5182-9770

1. Stecken Sie ein geeignetes Graphpack Ferrul auf die Säule und schieben Sie es etwa 30 mm auf die Säule.
2. Schneiden Sie mit einem Glasschneider oder einem Quarzschneider etwa 10 mm von der Säule ab, um eine Verunreinigung mit Graphit zu entfernen.
3. Positionieren Sie das Ferrul so, dass es 17 mm vom Ende der Säule enfernt ist. Markieren Sie hinter dem Ferrul die Position (Schreibmaschinen-Korrekturflüssigkeit ist dafür gut geeignet). Wenn Sie sich sicher sind, dass der Abstand stimmt, stecken Sie die Säule in den Einlassadapter.



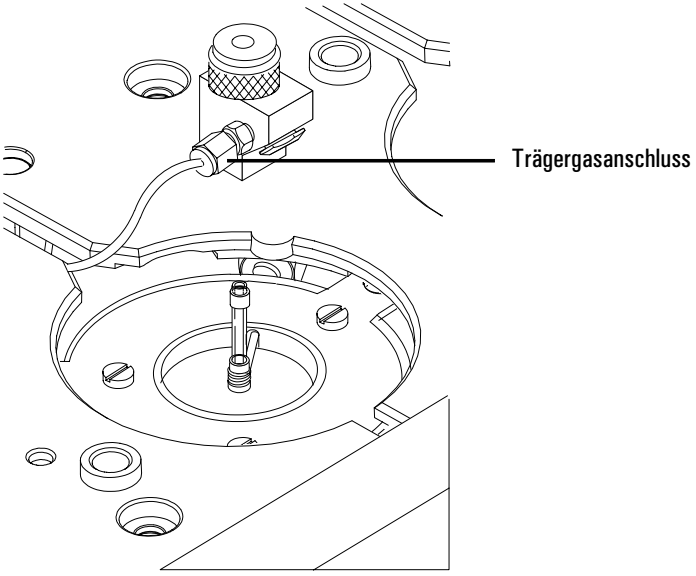
4. Befestigen Sie die Säulenverschraubung mit der Hand. Ziehen Sie die Mutter um eine weitere 1/8- bis 1/4- Umdrehung mit einem 5-mm-Gabelschlüssel an. Überdrehen Sie sie nicht.
5. Überprüfen Sie die Verbindungen auf Undichtigkeiten. Gibt es ein Leck, so ziehen Sie diese mit dem mitgelieferten Gabelschlüssel etwas weiter an.

Der septumfreie Kopf

Dieser Injektorkopf verwendet ein Ventil statt eines Septums, um die Spritzennadel abzudichten. Es kann entweder zusammen mit einer automatischen oder manuellen Injektion verwendet werden. Die Spritzen müssen eine Nadel mit 23 Gauge besitzen (siehe Kapitel „Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile“).

Anleitung: Entfernen des septumfreien Kopfes

1. Lassen Sie den Injektor auf Raumtemperatur abkühlen.
2. Entfernen Sie den Trägergasanschluss.
3. Abschrauben des septumfreien Kopfs gegen den Uhrzeigersinn vom Einlass.
4. Befestigen Sie den neuen Kopf am Einlasssystem. Ziehen Sie ihn mit der Hand an und dann um eine weitere 1/8-Umdrehung fest.

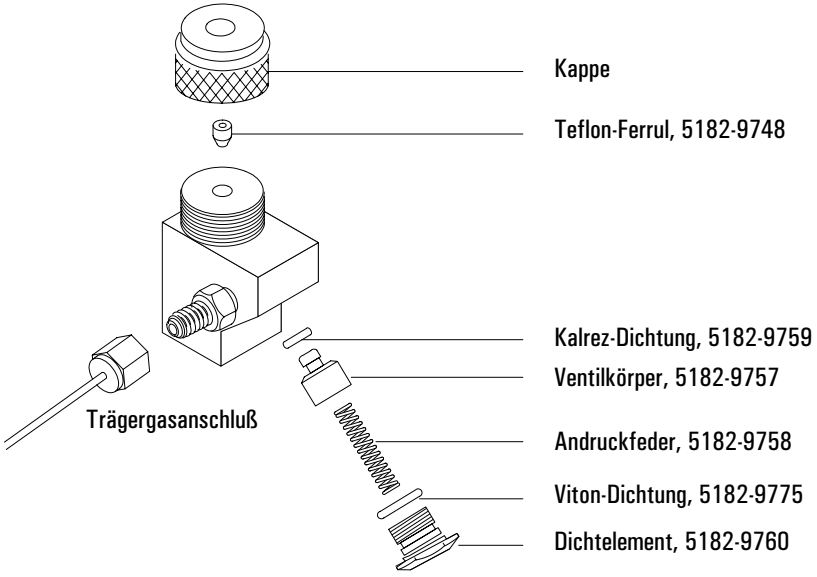


5. Befestigen Sie den Trägergasanschluss.
6. Überprüfen Sie alle Anschlüsse auf Undichtigkeiten. Ziehen Sie diese bei Bedarf mit der Hand nach.

Anleitung: Reinigen des septumfreien Kopfes

Im Injektorkopf können sich geringfügige Ablagerungen der Probensubstanzen festsetzen. Staub und Abrieb können zusammen mit der Injektionsnadel eindringen. Diese können eventuell zu Undichtigkeiten führen. Es wird empfohlen, dass der Injektorkopf regelmäßig gereinigt wird.

1. Lassen Sie den Injektor auf Raumtemperatur abkühlen.
2. Entfernen Sie den Trägergasanschluss und schrauben Sie den Injektorkopf vom Einlasssystem ab.
3. Schrauben Sie das Dichtelement aus dem Injektorkopf heraus. Entfernen Sie vorsichtig die Viton-Dichtung und die Andruckfeder.



4. Entfernen Sie die Kappe vom Injektorkopf und ziehen Sie das Teflon-Ferrul heraus.

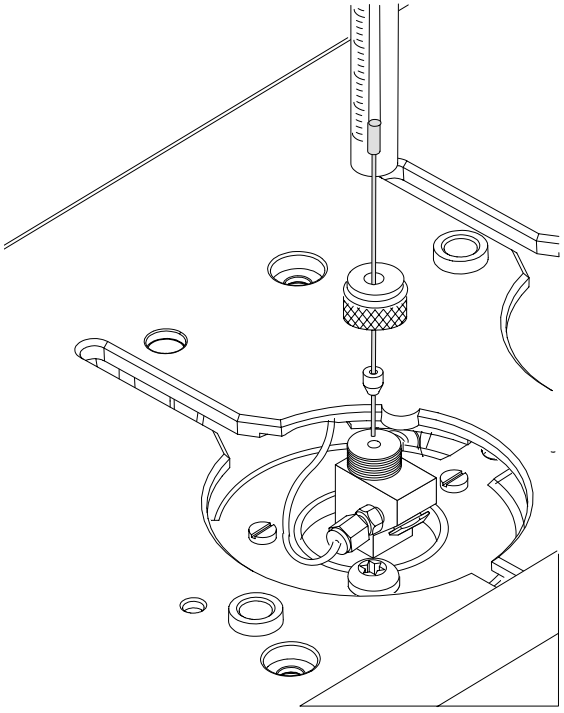
VORSICHT Verwenden Sie *keinen* spitzen Gegenstand, um den Ventilkörper herauszuziehen, dies kann ihn verkratzen und Lecks verursachen.

5. Stecken Sie eine Spritze mit einer 23-Gauge-Nadel vorsichtig in den Injektorkopf, um den Ventilkörper mit der Kalrez-Dichtung gefühlvoll aus dem Injektorkopf herauszudrücken. Klopfen Sie den Kopf vorsichtig auf eine weiche Oberfläche, damit der Ventilkörper als Ganzes herausfällt oder so weit herausgleitet, dass Sie ihn mit den Fingern ergreifen können.
6. Enfernen Sie die Dichtung vom Ventilkörper.
7. Reinigen Sie alle Bestandteile sorgfältig in Hexan.
8. Bauen Sie den Injektorkopf in umgekehrter Reihenfolge wieder zusammen. Achten Sie darauf, dass Sie absolut fusselfrei arbeiten und dass die Dichtungen und die Andruckfeder nicht beschädigt werden.
9. Prüfen Sie bei dieser Gelegenheit das Teflon-Ferrul. Sollte dieses ersetzt werden müssen, sehen Sie auf Seite 445 nach.
10. Prüfen Sie das gesamte System erneut auf Undichtigkeiten. Falls erforderlich, ziehen Sie die Kappe mit eingesteckter Nadel etwas weiter an und/oder ersetzen Sie die Kalrez-Dichtung.

    Sollte der Injektorkopf bei eingesteckter Nadel undicht sein, liegt dies am Teflon-Ferrul. Ist der Kopf ohne Nadel undicht, müssen die anderen Dichtungen ausgetauscht werden.

Anleitung: Austausch des Teflon-Ferruls

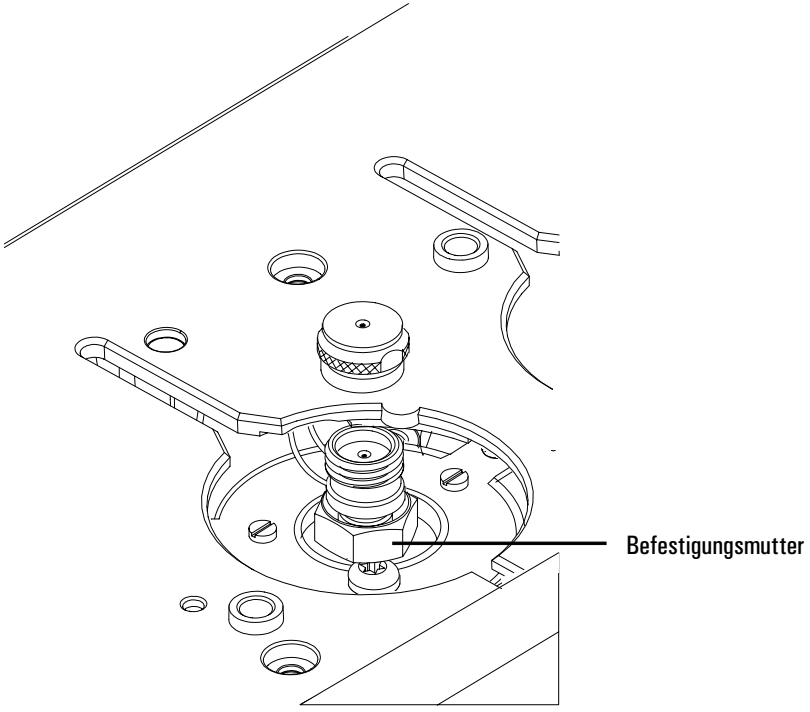
1. Schrauben Sie die Kappe vom septumfreien Kopf ab und entfernen Sie das Teflon-Ferrul.



2. Schieben Sie die Kappe und das neue Teflon-Ferrul auf die Spritzennadel, bis die Spitze mindestens 10 mm übersteht.
3. Führen Sie die Nadel in den septumfreien Kopf ein, bis das Ferrul den septumfreien Kopf berührt.
4. Befestigen Sie die Kappe, bis ein erster Widerstand zu spüren ist.
5. Prüfen Sie auf Lecks mit vollständig eingeführter Nadel.
6. Falls erforderlich ziehen Sie die Kappe vorsichtig weiter fest, bis die Undichtigkeit im Einlass beseitigt ist.

Der Septumkopf

Der Septumkopf verwendet entweder ein normales Septum oder ein Merlin Microseal, um die Spritzennadel abzudichten. Ein Gasstrom umspült die Innenseite des Septums und tritt aus dem Spülausgang des Gassystems aus.



Anleitung: Enfernung des Septumkopfes

Der Septumkopf ist am Einlasssystem mittels einer anschlaglosen Befestigungsmutter angebracht.

1. Lassen Sie den Injektor auf Raumtemperatur abkühlen.
2. Verwenden Sie einen 5/8"-Gabelschlüssel, um die Befestigungsmutter am Septumkopf zu lösen.

3. Ziehen Sie die Einheit mit dem Septumkopf vom Einlass ab. Achten Sie darauf, dass Sie die 1/16"-Anschlussleitungen nicht überdehnen. Dies geschieht am besten indem Sie den Kopf vom Einlass abheben und ihn nach einer Seite hin wegdrücken.
4. Um den Septumkopf erneut zu befestigen, justieren Sie den Kopf vorsichtig am Einlass und schrauben die anschlaglose Befestigungsmutter am Einlass fest.

   Diese sollte sich leicht auf den Einlass aufschrauben lassen. Schrauben Sie bei Widerstand die Befestigungsmutter ab und versuchen Sie es erneut. Das Einlasssystem kann durch Anwendung von Gewalt irreparabel beschädigt werden.
5. Drehen Sie die Befestigungsmutter eine halbe Umdrehung weiter an, nachdem Sie diese mit der Hand festgedreht haben.
6. Überprüfen Sie alle Verbindungen auf Undichtigkeiten. Falls erforderlich kann die Befestigungsmutter eine weitere Viertelumdrehung festgezogen werden, um die Lecks zu beseitigen.

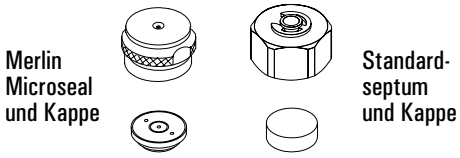
Anleitung: Austausch des Septums

Zusammen mit dem Septumkopf kann entweder ein normales Septum oder ein Merlin Microseal verwendet werden.

Bei einer Injektortemperatur unterhalb von 40°C ist es möglich, dass das Merlin Microseal nicht mehr wirksam abdichtet. Verwenden Sie bei Temperaturen unter 40°C ein normales Septum.

1. Um das Septum auszutauschen, bringen Sie das Einlasssystem auf Raumtemperatur.
2. Schrauben Sie die Septumkappe oder die Merlin-Kappe unter Verwendung des Werkzeugs für das Einlasssystem oder von Hand entgegen dem Uhrzeigersinn ab. Ist der Septumkopf gelöst, schrauben Sie ihn mit der Hand vollständig ab.
3. Entfernen Sie das Septum oder das Merlin Microseal. Achten Sie darauf, dass Sie die Innenseite des Septumkopfes nicht verkratzen.

4. Installieren Sie ein neues Septum oder ein Merlin Microseal und die entsprechende Kappe. Bei der Installation des Merlin Microseal beachten Sie, dass die Seite mit den sichtbaren Metallteilen nach unten zeigt.



5. Prüfen Sie die Kappe auf Undichtigkeiten und ziehen Sie sie bei Bedarf fest.

Glasliner

Der Liner ist die Kammer, in die die Probe eingebracht wird. Es gibt drei verschiedene Arten:

Tabelle 50 Liner

Art	Injektions-kapazität	Beständig-keit	Menge	Bestellnr.
Offener Liner mit Stufenprofil (open baffled liner)	geringste Kapazität	höchst inert	10	5182 -9751
Liner mit silanisierter Glaswolle (Liner packed with silanized glass wool)	höhere Kapazität	weniger inert	10	5182 -9752
Liner ohne Packung, vom Anwender zu packen	abhängig von der Packung		10	5182 -9753

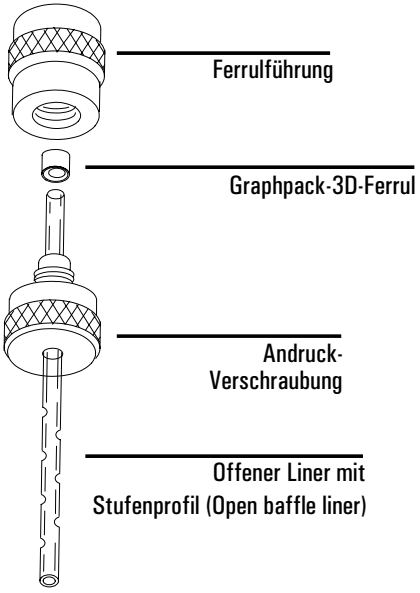
Art	Injektions-kapazität	Glastyp	Glaswolle-packung	Typische Anwendung	Bestellnr.
Einzelliner mit Stufenprofil, einfach (Single Baffle Liner)	180 µl	Deaktiviertes Borosilikat-Glas	Ja	Großes Injek-tionsvolumen, nicht für extrem aktive Substan-zen geeignet	5183-2038
Einzelliner mit Stufenprofil, einfach (Single Baffle Liner)	200 µl	Deaktiviertes Borosilikat-Glas	Nein	Für allgemeine Anwendung	5183-2036
Mehrfachliner mit Stufenprofil, mehrfach (Multi Baffle Liner)	150 µl	Deaktiviertes Borosilikat-Glas	Nein	Aktive Substanzen, Drogen und Pestizide	5183-2037
Glasliner mit Fritte (Fritted Glass Liner)	150 µl	Deaktiviertes Borosilikat-Glas	Nein	Großes Injek-tionsvolumen, für alle bis auf extrem aktive Substanzen geeignet	5183-2041

*Silanisierte Glaswolle 10 gm (Pesticide Grade) Teile-Nr. 5181-3317

Anleitung: Austausch des Liners

1. Entfernen Sie den Injektorkopf vom Einlass. Weitere Informationen finden Sie unter „Anleitung: Entfernen des septumfreien Kopfes“ bzw. unter „Anleitung: Enfernung des Septumkopfes“.
2. Greifen Sie den Liner am Graphpack-Ferrul. Ziehen Sie den Liner zusammen mit dem Ferrul heraus.

3. Schrauben Sie die Befestigungshilfe (Art. Nr. G2617-80540) auseinander. Sie besteht aus zwei Teilen, der Ferrulführung (ferrule guide) und dem Andruckteil (compression fitting).



4. Schieben Sie das Andruckteil auf das längere Ende des neuen Liners. Das Gewinde zeigt zum Ende des Liners.
5. Schieben Sie ein Graphpack-3D-Ferrul auf dieses Ende des Liners mit dem versenkten Graphitteil in Richtung zum Andruckteil. Schieben Sie das Ferrul auf den Liner, sodass etwa 2 mm des Liners überstehen.
6. Schieben Sie das Andruckteil gegen das Ferrul, bis es dieses gerade berührt. Schrauben Sie die Ferrulführung vorsichtig auf das Andruckteil von Hand auf.
7. Schrauben Sie die Ferrulführung wieder ab und entfernen Sie diese. Ziehen Sie das Andruckteil auf der Gegenseite des Liners herunter. Das Ferrul sollte nun so stehen, dass 1 mm des Liners über das Ferrul heraussteht. Prüfen Sie ob die Graphiteinlage im Ferrul bündig mit dem Metallteil abschließt.
8. Stecken sie den Glasliner von oben ins Einlasssystem hinein, bis das Ferrul auf dem Einlass zu liegen kommt.

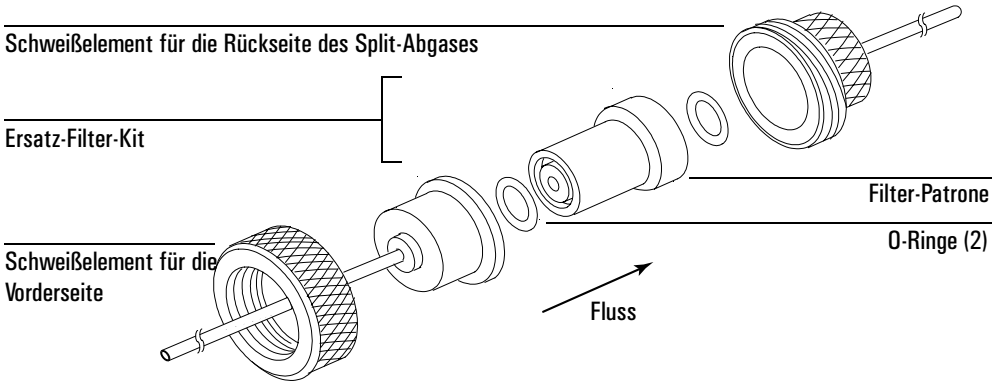
9. Befestigen Sie den Injektorkopf und schließen Sie die Gasleitungen wieder an.
10. Überprüfen Sie alle Verbindungen auf Undichtigkeiten. Ziehen Sie diese bei Bedarf mit der Hand nach.

Ersetzen der Filterkartusche des Splitausgangsfilters

WARNUNG Schalten Sie den Ofen und die Heizung für den Einlass, der den Splitausgangsfilter verwendet, aus und lassen Sie abkühlen. Drehen Sie den Haupthahn für die Trägergaszufuhr ab.

Der Splitausgangsfilter kann noch Rückstände irgendwelcher Proben oder anderer Chemikalien enthalten, die chromatographisch untersucht wurden. Folgen Sie beim Austausch der Filterpatrone den entsprechenden Sicherheitsvorschriften zum Umgang mit diesen Substanzklassen.

1. Schalten Sie den Einlass und den Ofen aus und lassen Sie sie abkühlen.
2. Stellen Sie alle GC-Gasflüsse auf Null.
3. Nehmen Sie die Abdeckung der Pneumatik ab.
4. Heben Sie die Filter-Einheit aus der Halteklammer heraus und schrauben Sie sie auseinander.



5. Nehmen Sie die alte Filter-Patrone und die O-Ringe heraus und ersetzen Sie sie.
6. Bauen Sie den Filter wieder zusammen.
7. Überprüfen Sie die Dichtigkeit.

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung

Lecks in der Gasversorgung können die chromatographischen Ergebnisse erheblich beeinflussen. Die folgende Anleitung prüft das Gassystem, nicht aber die Injektorkammer. Ist dieses Teilsystem leckfrei, so gehen Sie zur nächsten Anleitung über, um den Injektor und die Injektorkammer zu prüfen.

Flüssige Lecksuchmittel sind insbesondere in den Bereichen, wo es auf äußerste Sauberkeit ankommt, nicht empfehlenswert.

Sollten Sie dennoch ein Lecksuchspray verwenden, so spülen Sie es sofort wieder ab, um den Seifenfilm zu entfernen.

WARNUNG Ziehen Sie das Netzkabel vom GC ab, um einen möglichen Stromschlag bei der Verwendung eines Lecksuchsprays zu verhindern. Achten Sie darauf, die Seifenlösung nicht auf elektrische Bauelemente, insbesondere auf die Detektorheizung, zu bringen.

Benötigte Materialien:

- Elektronischer Leckdetektor, um Ihre Art von Trägergas zu detektieren, oder eine Lecksuchflüssigkeit. Wenn Sie ein flüssiges Lecksuchmittel verwenden, beseitigen Sie es nach dem Test wieder.
- Zwei 7/16"-Schraubenschlüssel

1. Prüfen Sie jede Verschraubung mit dem Leckdetektor.
2. Ziehen Sie undichte Verbindungen an. Überprüfen Sie diese. Fahren Sie fort, die Verbindungen zu überprüfen, bis alle Verschraubungen leckfrei sind.

Anleitung: Lecktest des PTV-Einlasses

Im Einlasssystem gibt es verschiedene Stellen, an denen Undichtigkeiten auftreten können. Dieses Verfahren zeigt Ihnen im Allgemeinen, ob das Einlasssystem ein Leck aufweist. Zur genauen Lokalisation einer Undichtigkeit sollten Sie einen elektronischen Leckdetektor verwenden.

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

Benötigte Materialien:

- Ferrul ohne Loch
- 7/16"-Schraubenschlüssel
- Handschuhe (wenn der Injektor heiß ist)
- Septumschlüssel (Art. Nr. 19251-00100)
- 9/16"-Schraubenschlüssel
- 1/4" SWAGELOK Schraubkappe
- Seifenblasenströmungsmeter

1. Vorbereitende Schritte:
   - Sichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode.
   - Schalten Sie den Säulenofen aus.
   - Lassen Sie den Säulenofen und den Injektor auf Raumtemperatur abkühlen.
   - Schalten Sie den Gasdruck im Einlasssystem ab.
   - Entfernen Sie die Säule, falls eine installiert ist. Verschließen Sie den Säulenanschluss mit einer Schraubkappe und einem Ferrul ohne Loch.
   - Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues. Weitere Informationen finden Sie unter „Anleitung: Austausch des Septums“.

2. Entfernen Sie die Säule aus der Einlassdichtung auf der Innenseite des Ofens.
3. Wenn ein Septum-Kopf installiert ist und die Qualität des Septums (oder des Microseals) und des Graphpak-3D Ferruls auf dem Glasliner unbekannt ist, ersetzen Sie sie jetzt.
4. Verschließen Sie die Säulendichtung und das Septum-Spülventil (nur beim Septumkopf) mit einer Kappe. Verwenden Sie dazu ein Ferrul (ohne Bohrung) mit 1/8" (Teile-Nr. 0100-1372) und 1/16" (Teile Nr. 5181-7458) vom Vespel-Typ mit einer 1/8"-Swagelok-Mutter (Teile Nr. 5180-4103) und einer Kapillarsäulen-Mutter.

   Für den Verschluss des Septum-Spülausgangs kann alternativ eine 1/8"-Swagelok-Kappe verwendet werden. Für die Einlass-Säulenabdichtung kann eine Kapillarsäulen-Mutter mit einem Stück Draht von der Stärke einer Papierklammer und ein 0,5-mm-ID-Graphite-Ferrul verwendet werden.

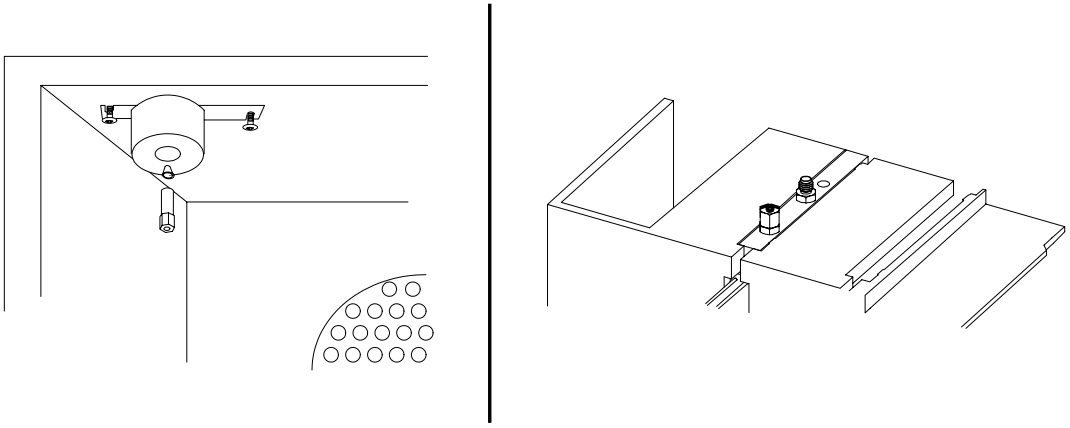


Abbildung 65 Verschließen der Unterseite des Einlasses und des Septum-Spülausgangs

5. Stellen Sie sicher, dass der Druck der Träger-Gasversorgung mindestens 35 psi beträgt. Der Trägergasversorgungsdruck sollte immer mindestens 10 psi größer sein als der gewünschte Einlassdruck.
6. Konfigurieren Sie den Einlass für den Test. Drücken Sie `[Front Inlet]` (oder `[Back Inlet]`) und:

- stellen Sie den Inlet auf „Split Mode“;
- konfigurieren Sie die Säule mit einer Länge von 0. Geben Sie `[Config] [Column 1]` oder `[Config] [Column 2]` ein und dann „0“ in die erste Spalte des „Dim“-Feldes;
- stellen Sie den Gesamtfluss (Total Flow) des Inlets auf 60 mL/Min. ein;
- stellen Sie den Druck auf 25 psi ein;
- stellen Sie die Temperatur des Einlasssystems auf die normale Betriebstemperatur.

7. Warten Sie ungefähr 15 Sekunden bis zur Gleichgewichtseinstellung.

   Wenn das System den vorgesehenen Druck nicht erreichen kann, existiert entweder ein großes Leck oder der Vordruck ist zu niedrig.

8. Schalten Sie den Gasdruck im Einlasssystem ab.

   Drücken Sie auf `[Front Inlet]` oder `[Back Inlet]`, gehen Sie zum „Pressure“-Feld und geben Sie `[Off]` ein. Die Flusskontrolle (Flow Controller) und die Gegendruckventile (Back Pressure Valves) schließen darauf.

9. Verfolgen Sie die „Actual“-Ablesung auf der Anzeige und beobachten Sie den Druck zehn Minuten lang.

   - Wenn der Druckabfall kleiner als 0.5 psi ist, können Sie annehmen, dass das Einlasssystem leckfrei ist.
   - Wenn der Druckabfall viel größer als 0,5 psi ist, dann ist ein Leck vorhanden, das gefunden und behoben werden muss. Sie können jedoch auch den Wunsch haben, die Zeit für den Lecktest zu verkleinern, und zwar, wenn das interne Einlassvolumen sich mit dem eingesetzten Liner-Typ ändert (kleinere Volumina = kürzere akzeptable Lecktestzeiten). Weitere Informationen finden Sie unter „Beseitigung von Lecks“.

10. Wenn das System leckfrei ist, dann können die Kappen entfernt, die Säule wieder installiert, deren Dimensionen auf dem Tastenfeld konfiguriert und der gewünschte Druck und die Flussrate gesetzt werden.

Beseitigung von Lecks

Verwenden Sie den elektronischen Leckdetektor um alle Bereiche des Einlasssystems und der Gasversorgung zu überprüfen, die evtl. leck sein könnten.

Ziehen Sie lose Verbindungen an, wenn nötig, um Leckagen zu beheben. Sie sollten dann den Lecktest nochmals durchführen.

Wenn der Druckabfall kleiner als 0,5 psi ist, können Sie annehmen , dass das Einlasssystem leckfrei ist. Fällt der Druck schneller als der o.g. Wert, so fahren Sie fort, nach weiteren Lecks zu suchen und machen erneut den Drucktest.

Potentielle Punkte für Lecks

Überprüfen Sie die folgenden Bereiche, wenn Sie das Einlasssystem auf Leckagen überprüfen.

Im Ofen

- Stellen Sie sicher, dass der Boden des Einlasses gut verschlossen ist.

Am Einlass (Inlet)

- Septum (nur der Septumkopf)
- Untere Einlassdichtung am Boden des Einlasses
- Ferrul am Inlet-Liner
- Anschlüsse für das Trägergas, Septum-Spülung (nur beim Septum-Kopf)

Am EPC-Modul

- O-Ringe hinter dem Block, wo die Pneumatik-Anschlüsse in das Modul eintreten
- Verschluss der Septum-Spülung (nur beim Septum-Kopf)
- O-Ringe des Filters für Chemikalien (Chemical Trap)
- O-Ringe im Gang Fitting

Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile

Beschreibung	Menge	Bestellnr.
Septumfreier Kopf (Septumless head assembly)	1	G2617-60507-
Service Kit	1	5182-9747
Ventilkörper (Valve body)	1	5182-9757
Andruckfeder (Pressure spring)	1	5182-9758
Kalrez-Dichtung (Kalrez seal)	1	5182-9759
Teflon-Ferrul (Teflon guide)	1	5182-9748
Dichtelement (Sealing element)	1	5182-9760
Graphpack-3D Ferrul für Liner (Graphpack-3D ferrule for liners)	5	5182-9749
Befestigungshilfe (Assembly Tool) für Graphpack-3D-Ferrule	1	G2617-80540
Einzel-Liner mit Drossel (Single Baffle Liner)	1	5183-2038
Einzel-Liner mit Drossel (Single Baffle Liner)	1	5183-2036
Mehrfach-Liner mit Drossel (Multi Baffle Liner)	1	5183-2037
Glasliner mit Fritte (Fritted Glass Liner)		5183-2041
Graphpack-2M Inlet Adapter, 0.2 mm Säulen ID	1	5182-9754
Graphpack-2M Inlet Adapter, 0.32/0.25 mm Säulen ID	1	5182-9761
Graphpack-2M Inlet Adapter, 0.53 mm Säulen ID	1	5182-9762
Silberdichtung (Silver Seal) für Graphpack-2M Inlet Adapter	5	5182-9763
Mutter (Nut) für Graphpack Inlet Adapter	5	5062-3525
Ferruls für Graphpak-2M Inlet Adapter, 0.2 mm Säulen ID	10	5182-9756
Ferruls für Graphpak-2M Inlet Adapter, 0.25 mm Säulen ID	10	5182-9768
Ferruls für Graphpak-2M Inlet Adapter, 0.32 mm Säulen ID	10	5182-9769
Ferruls für Graphpak-2M Inlet Adapter, 0.53 mm Säulen ID	10	5182-9770

Fortsetzung >

Beschreibung	Menge	Bestellnr.
Spritzen (Syringes)		
5 µL, 23 gauge fixed needle	1	9301-0892
10 µL, 23 gauge fixed needle	1	9301-0713
10 µL, Teflon-tipped plunger, 23 gauge fixed needle	1	5181-8809
10 µL, Teflon-tipped plunger, 23 gauge removable needle	1	5181-8813
25 µL, Teflon-tipped plunger, 23 gauge fixed needle	1	5183-0316
25 µL, Teflon-tipped plunger, 23 gauge removable needle	1	5183-0317
50 µL, Teflon-tipped plunger, 23 gauge fixed needle	1	5183-0318
50 µL,Teflon-tipped plunger, 23 gauge removable needle	1	5183-0319
Septen und Dichtungen (septa and seals)		
Merlin microseal starter kit (cap + 1 microseal)	1	5182-3442
Merlin microseal replacement	1	5182-3444
11 mm Septum, rot (11 mm septa, red)	25	5181-1263

18 Das Volatiles Interface (Gasinterface)

Die Verwendung des Volatiles Interface

Säulen und Filter

Split-Modus

Zum Verständnis der Gasführung
Verwendung der Parametertabelle
Einstellwerte
Splitverhältnis
Anleitung: Betrieb im Split-Modus mit definierter Säule
Anleitung: Betrieb im Split-Modus ohne definierte Säule

Splitless-Modus

Zum Verständnis der Gasführung
Verwendung der Parametertabelle
Einstellwerte
Anleitung: Betrieb im Splitless-Modus

Direkt-Modus

Zum Verständnis der Gasführung
Vorbereitung des Einlassinterface zum direkten Probenauftrag
Anleitung: Entfernen der Splitleitung
Anleitung: Konfiguration zur Direktinjektion
Verwendung der Parametertabelle
Betriebsparameter
Anleitung: Betrieb im Direkt-Modus

Wartung eines Volatiles Interface

Anleitung: Installation von Säulen
Anleitung: Austausch oder Reinigung des Interface
Ersetzen der Kartusche des Splitausgangsfilters
Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung
Anleitung: Lecktest am System
Anleitung: Vorbereitung des Einlasssystems zum Lecktest
Anleitung: Beseitigung von Lecks

Anschluss an einen externen Gas-Probengeber

Anleitung: Anschluss eines 7694 Headspace-Probengebers
Anleitung: Anschluss eines 7695 Purge and Trap-Konzentrators

Das Volatiles Interface (Gasinterface)

Die Verwendung des Volatiles Interface

Das Volatiles Interface stellt eine einfache, zuverlässige Möglichkeit dar, um eine Gasprobe in Ihrem Gaschromatographen (GC) von einem externen Gerät, einem Headspace-, Purge and Trap-, oder einem Luftprobensammelgerät einzubringen. Das Interface hat selbst ein geringes Volumen und ist äußerst inert, um höchste Selektivität und Auflösung in der Spurenanalytik zu gewährleisten.

Der Gesamtfluss zum Interface wird von einem Flusssensor gemessen und in zwei Einzelflüsse aufgeteilt. Einer ist an den Regler der Septumspülung angeschlossen, der andere geht zu einem Frittenmodul. Bei diesem wird der Gasstrom nochmals geteilt. Ein Teilstrom geht auf den sog. Gasphasen-Sammler und von dort auf die GC-Säule. Der zweite Teilstrom, der sog. Drucksensor-Strom, passiert das Frittenmodul und wird von einem Drucksensor gemessen. Ein Teil dieses Gasstroms geht aber auch zur GC-Säule weiter.

Drei unterschiedliche Betriebsarten sind möglich – der Split-, Splitless- und ein Direkt-Modus. Alle drei Betriebsarten unterscheiden sich in ihren jeweiligen Gasführungen und werden detailliert in den Kapiteln „Split-Modus“, „Splitless-Modus“, und „Direkt-Modus“ beschrieben. Tabelle 51 zeigt einige Aspekte, die bei der Wahl des jeweiligen Betriebsmodus zu bedenken sind. Die Spezifikationen des Interface werden dort ebenfalls beschrieben.

Tabelle 51 Überblick über das Volatiles Interface

Modus	Probenart (Konzentration)	Probenmenge zur Säule	Bemerkungen
Split	groß	sehr wenig, großteils gesplittet	
Splitless	gering	beliebig	Kann elektronisch in den Splitbetrieb umgeschaltet werden.
Direkt	gering	beliebig	Der Splitausgang muss von Hand geschlossen werden, das Interface verschlossen sein und der GC neu eingestellt werden. Erhöht die Wiederfindung und eliminiert mögliche Verunreinigungen der Pneumatik
Spezifikation			
Gasführende Teile: Silcosteel® beschichtet			
Volumen:			32 µl
Innere Abmessungen:			2 mm bis 10 mm
Maximaler Fluss zum Interface:			100 mL/Min
Splitbereich:			abhängig vom Säulenfluss im Bereich von: kein Split bis 100:1
Temperaturbereich:			10°C über Raumtemperatur (Ofen bei RT) bis 400°C
Empfohlene Temperatur:			≥ der Temperatur der Verbindung zum externen Probengeber

Split-Modus

Beim Auftrag einer Probe im Split-Modus wird nur ein geringer Teil zur GC-Säule geführt, der größere Teil tritt über den Split aus. Das Verhältnis des Splitflusses zum Säulenfluss wird vom Anwender eingestellt. Der Split-Modus ist vor allem für hoch konzentrierte Proben gedacht, bei denen auf einen großen Teil der Probe zur Analytik verzichtet werden kann, oder für Proben, die nicht weiter verdünnt werden können.

Zum Verständnis der Gasführung

Beim Pre Run, während und nach dem Probenauftrag, wird der Gesamtfluss von einem Durchflusssensor gemessen und von einem Proportionalventil gesteuert. Der Fluss am Anfang der GC-Säule ist durch den Rückdruck geregelt. Der Druck wird in der Leitung durch das Proportionalventil geregelt.

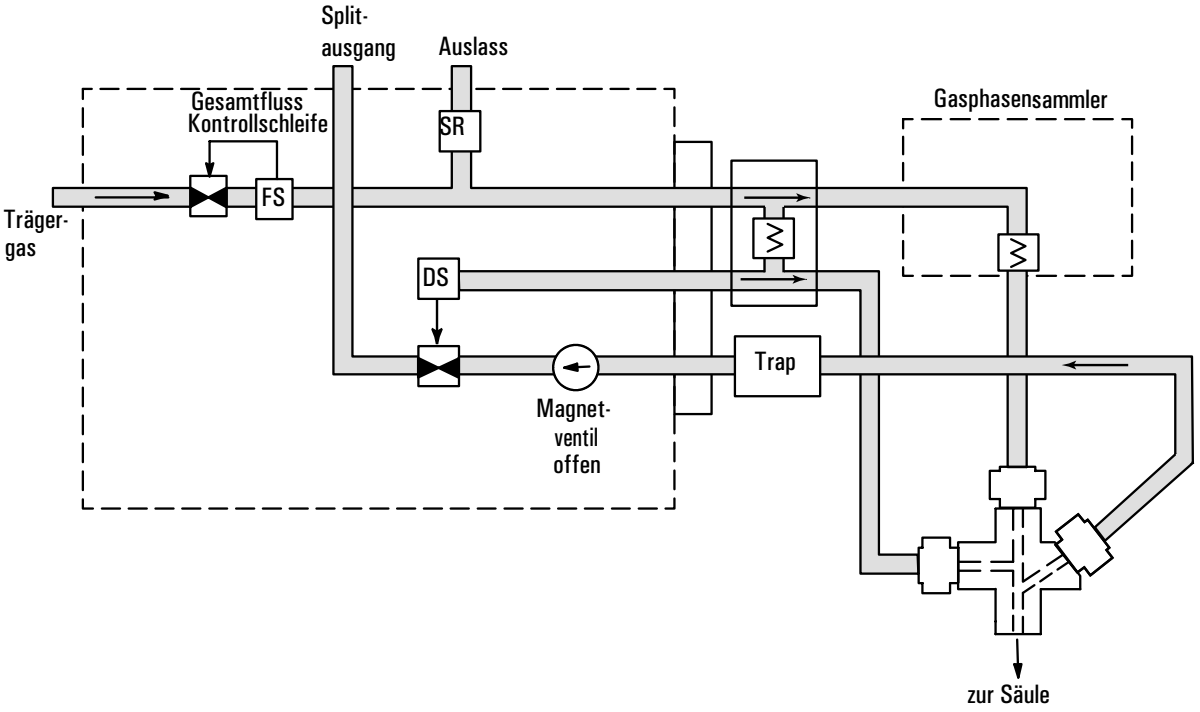


**Abbildung 66 Gasführung: Split-Modus
Splitless-Modus: im Standby oder nach Beendigung der Probenaufgabe**

Verwendung der Parametertabelle

Mode – Der verwendete Modus – split

Temp – Aktuelle Werte und Sollwerte der Interface-Temperaturen

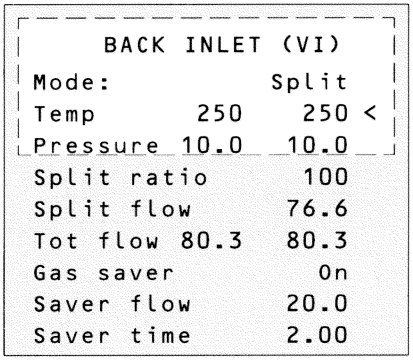
Druck – Aktueller Wert und Sollwert des Interface-Druckes

Splitverhältnis – Das Verhältnis der Flüsse zum Split und zur Säule. Der Säulendurchfluss wird in den Parametertabellen zur Säule 1 oder Säule 2 eingestellt. Dieser Wert ist nicht verfügbar, wenn Ihre Säule nicht definiert wurde.

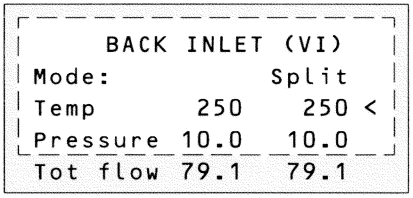
Splitfluss – Der Fluss in mL/Min aus dem Splitausgang. Dieser Wert ist nicht verfügbar, wenn Ihre Säule nicht definiert wurde.

Gesamtfluss – Der Gesamtfluss ins Interface, Sollwert und aktueller Wert

Definierte Säule



Nicht definierte Säule



Einige Einstellwerte sind von anderen abhängig. Wenn Sie einen Einstellwert ändern, so können sich zum Ausgleich auch andere ändern.

Tabelle 52 Split-Modus-Sollwerte für die Pneumatik

Definierte Säule	
Wenn Sie diesen Parameter ändern:	**Dann verändern sich:**
Pressure-	Säulenfluss* Splitfluss Gesamtfluss
Säulenfluss*	Pressure- Splitfluss Gesamtfluss
Splitfluss	Splitverhältnis Gesamtfluss
Splitverhältnis	Splitfluss Gesamtfluss
Gesamtfluss	Splitfluss Splitverhältnis

*Dieser Wert wird in die Säulen-Parametertabelle übertragen.

Nicht definierte Säule
Einstellwerte für Säulenfluss, Splitfluss und Splitverhältnis nicht verfügbar
Sie können die Werte für Gesamtfluss und Druck ohne Beeinflussung anderer Werte ändern.

Einstellwerte

Verwenden Sie die Informationen in Tabelle 53, um die Einstellwerte für Ihr Interface einzustellen.

Tabelle 53 Split-Modus-Betriebsparameter

Parameter	Einstellbereich	Vorgeschlagener Anfangswert
Ofeninitialisierung	0 bis 999.9 Minuten	nach Probenauftrag auf die Säule
Interface-Temperatur	Raumtemp. + 10°C bis 400°C	≥ Temp. der Transferleitung
Gasspar-Zeit	0 bis 999.9 Minuten	nach Probenauftrag auf die Säule
Gasspar-Fluss	15 bis 100 mL/Min	15 mL/Min höher als der maximale Säulenfluss

Splitverhältnis

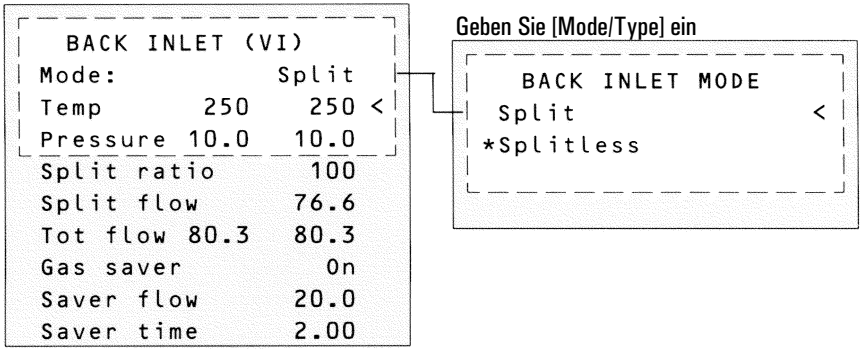
Wegen des geringen Volumens des Interface beträgt der maximale Gesamtfluss zum Interface 100 mL/Min. Dieser Maximalfluss limitiert die Einstellgrenzen des Splitverhältnisses:

Tabelle 54 Splitverhältnis

Säulendurchmesser (µm)	Säulenfluss (mL/Min)	Maximales Splitverhältnis	Gesamtfluss (mL/Min)
200	1	100:1	100
530	5	20:1	100

Anleitung: Betrieb im Split-Modus mit definierter Säule

1. Vergewissern Sie sich, dass der Anschluss des Splitausgangs am Interface angebracht ist. Stellen Sie sicher, dass die Parametertabelle bei [Config][Inlet] „split plumbed“ anzeigt.
2. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
3. Geben Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] ein.



   a. Gehen Sie mit dem Cursor auf Mode: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie Split.

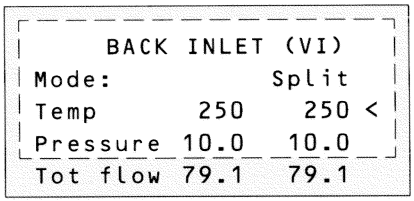
Splitverhältnis = Splitfluss / Säulenfluss

   b. Stellen Sie die Interfacetemperatur ein.
   c. Wenn Sie ein bestimmtes Splitverhältnis einstellen möchten, so gehen Sie mit dem Cursor auf Split ratio und geben Sie eine Zahl ein. Der Splitfluss wird daraufhin berechnet und selbsständig eingetragen.
   d. Wenn Sie einen bestimmten Splitfluss einstellen möchten, so gehen Sie mit dem Cursor auf Split flow und geben Sie eine Zahl ein. Das Splitverhältnis wird daraufhin berechnet und selbsständig eingetragen.
   e. Falls gewünscht, schalten Sie den Gasspar-Modus (Gas saver) ein. Stellen Sie die Zeit für Saver time auf eine Zeit ein, bei der die Probe auf der Säule ist.

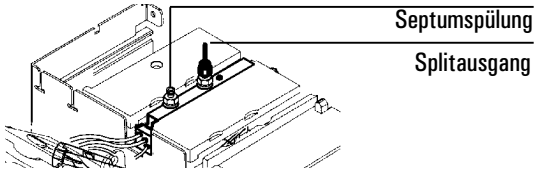
f. Bei eingeschaltetem Gasspar-Modus muss Auto prep run ebenfalls On sein (siehe Seite 298), oder verwenden Sie die [Prep Run]-Taste vor jedem Lauf.

Anleitung: Betrieb im Split-Modus ohne definierte Säule

1. Vergewissern Sie sich, dass der Anschluss des Splitausgangs am Interface angebracht ist. Stellen Sie sicher, dass die Parametertabelle bei [Config][Inlet] „split plumbed“ anzeigt.
2. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
3. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet].



   a. Stellen Sie die Temperatur ein.
   b. Stellen Sie den Gesamtfluss zum Interface ein. Prüfen Sie mit einem „Flow Meter“ den Fluss am Splitausgang.
   c. Ziehen Sie den Fluss am Splitausgang vom Gesamtfluss ab. Subtrahieren Sie den Septumspülfluss (siehe „Septumspülung“ zur Berechnung des nominalen Septumspülflusses).
   d. Berechnen Sie das Splitverhältnis. Stellen Sie es neu ein, falls erforderlich.



Vorderseite GC

Splitless-Modus

Beim Probenauftrag bleibt das Magnetventil geschlossen, bis die Probe durch das Interface in die Säule eingetreten ist. Nach einem definierten Zeitintervall nach Aufgabe der Probe wird das Ventil wieder geöffnet.

Zum Verständnis der Gasführung

Vor dem Pre Run, während sich der GC zur Injektion vorbereitet, wird der Gesamtfluss zum Interface durch einen Durchflusssensor gemessen und durch ein Proportionalventil geregelt. Der Säulenfluss wird durch einen Rückdruckregler eingestellt. Siehe Abbildung 67

Während der Probenahme können durch Druckschwankungen, die von Ventilen des externen Probesammlers herrühren, in der Säule Veränderungen im Durchfluss auftreten. Um dies zu kompensieren, ist das Interface während der Probenahme flusskontrolliert. Die Flussrate der Probenahme wird aus den aktuellen Druckeinstellungen berechnet, bei denen die Probenaufgabe begonnen wurde. Diese Flusskontrolle beginnt beim Eintritt in den Pre Run-Status, (falls Ihr System auf Automatik gestellt und die Pre Run-Anzeige leuchtet oder während der manuellen Eingabe von [Prep Run]). Sie endet, nachdem der Endpunkt des Einstellwerts (Sampling end) erreicht ist.

Während dieser vom Anwender vorgegebenen Probenahmezeit ist das Magnetventil geschlossen. Der Fluss zum Interface wird von einem Durchflusssensor gemessen und durch ein Proportionalventil geregelt. Siehe Abbildung 67

Nach der Probenahme wird das Magnetventil geöffnet. Wiederum wird der Fluss zum Interface vom Durchflusssensor gemessen und durch ein Proportionalventil geregelt, während der Säulenfluss vom Rückdruckregler eingestellt wird. Der Spülfluss wird vom Anwender eingestellt. Falls erforderlich, kann die Gassparschaltung am Ende des Laufes aktiviert werden. Siehe Abbildung 67

.

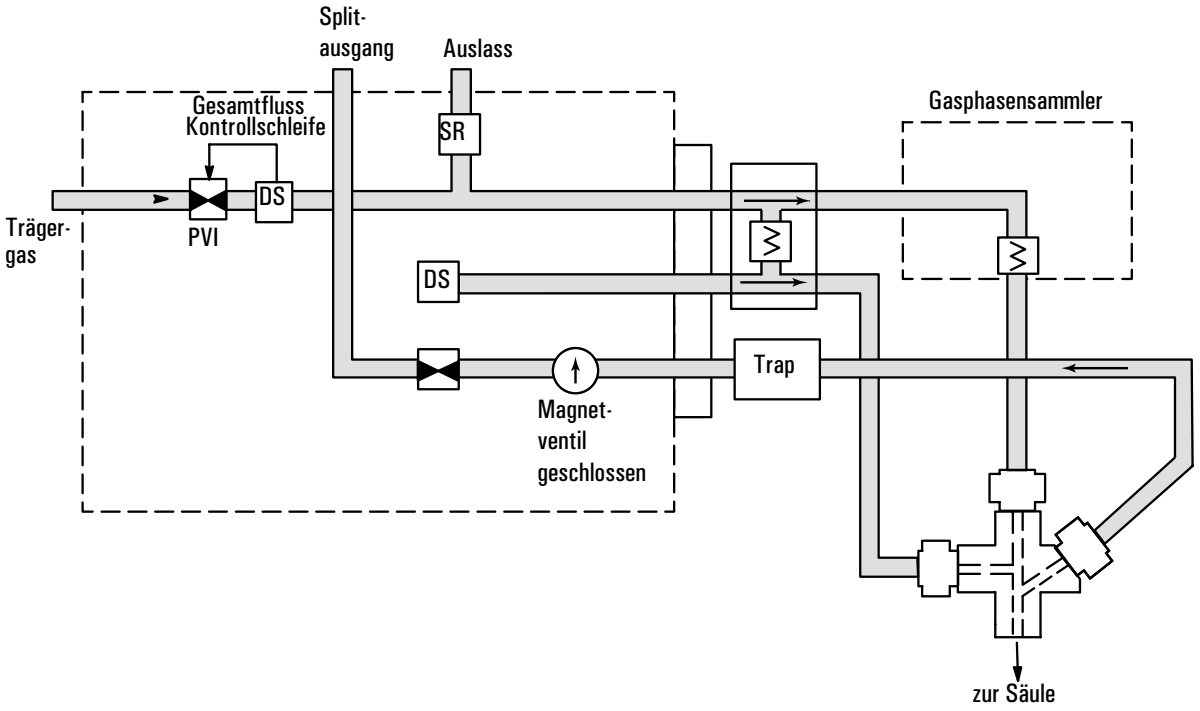


Abbildung 67 Pneumatik für den Splitless-Modus: Vom Anfang des Pre Run bis zum Ende der Probenaufgabe *(Probenaufgabe läuft gerade)*

Verwendung der Parametertabelle

Mode – Der aktuelle Betriebszustand – Splitless

Temp – Aktuelle Werte und Sollwerte der Interface-Temperaturen

Sampling end – Das Zeitintervall des Probenauftrags in Minuten. Die Flussrate wird aus den aktuellen Druckeinstellungen berechnet, bei denen der Probenauftrag begonnen wurde.

Stellen Sie das Ende der Probenahme auf 0.2 Minuten später ein als die Zeit, die der Probengeber benötigt, um die Probe aufzutragen. So hat z.B. der 7694 Headspace-Probengeber einen Zeiteinstellwert, der das Zeitintervall bestimmt, wie lange das Ventil in der Injekt-Position verbleibt. Ist die Injektionszeit eine Minute,

so sollte der Einstellwert „Ende der Probenahme“ auf 1,2 Minuten eingestellt werden. Verwenden Sie einen 7695 Purge and Trap-Konzentrator (sampling end) und stellen Sie das Ende der Probenahme auf 0.2 Minuten später ein, als der Zeitparameter der Desorption beträgt.

Ist Ihre Säule spezifiziert und Sie definieren ein Druckprogramm für diese Säule, so beginnt der Druckanstieg nicht, bevor der Einstellwert der Probenahme überschritten wurde.

Pressure – Aktueller Wert und Sollwert des Drucks im Interface in psi, Bar oder kPa

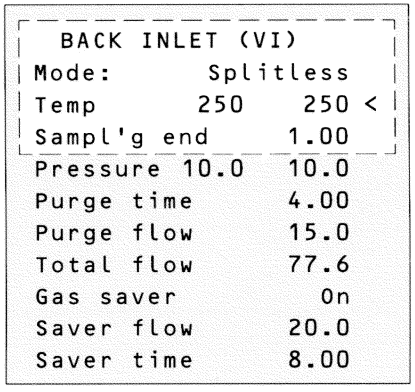
Purge time – Die Zeit nach dem Start des Laufs, nachdem der Spülvorgang wieder aufgenommen wurde

Die Purge time muss auf einen späteren Zeitpunkt als das Ende der Probenahme (Sampling end) eingestellt werden.

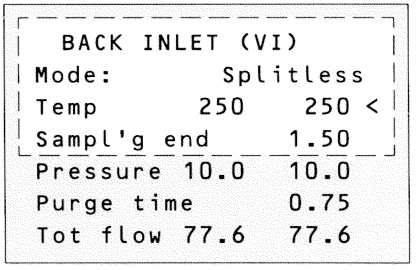
Purge flow – Der Fluss in mL/Min aus dem Split während der Purge time. Sie können auf diesen Wert weder zugreifen noch ihn verändern, wenn Ihre *Säule nicht spezifiziert wurde.*

Total flow (Gesamtfluss) – Ist Ihre Säule spezifiziert, so zeigt der Gesamtfluss den momentanen Fluss zum Einlasssystem an. Sie können keinen Wert eingeben. Bei nicht spezifizierter Säule zeigt Total flow sowohl den Sollwert als auch den momentanen Wert während der purge time (Spülzeit). Sonst wird der momentane Fluss zum Interface angezeigt.

Definierte Säule



Nicht definierte Säule



Einige der Einstellwerte des Flusssystems sind voneinander abhängig. Wenn Sie einen Einstellwert ändern, so können sich zum Ausgleich auch andere ändern.

Tabelle 55 Einstellwerte der Gasführung im Splitless-Modus

Definierte Säule	
Wenn Sie diesen Parameter ändern:	**Diese Einstellwerte werden verändert:**
Spülen	
Spülfluss	Gesamtfluss**
Pressure-	Gesamtfluss** Säulenfluss*
Säulenfluss*	Pressure- Gesamtfluss**
Vor und nach dem Probenauftrag ohne Spülen	
Pressure-	Säulenfluss* Gesamtfluss**
Säulenfluss*	Pressure- Gesamtfluss**
Während des Probenauftrags: Druck- und Flusseinstellungen können während des Probenauftrags nicht verändert werden.	

*Dieser Wert wird in die Säulen-Parametertabelle übertragen.
**Dieser Wert ist nur aktuell.

Nicht definierte Säule
Spülen: Sie können Druck und Gesamtfluss ändern; andere Einstellwerte sind nicht betroffen.
Vor und nach der Probenaufgabe ohne Spülen: Sie können den Druck ändern; andere Werte werden nicht verändert.
Während der Probenaufgabe: Druck- und Flusseinstellungen können während der Probenaufgabe nicht verändert werden.

Einstellwerte

Eine erfolgreiche Splitless-Injektion beinhaltet folgende Schritte:

1. Einbringen einer gasförmigen Probe ins beheizte Interface
2. Konzentration der Probe am Anfang der Säule bei niedriger Temperatur
3. Einstellung des Endes der Probenahme (sampling end time), um die gesamte Probe aus dem Injektor herauszuspülen
4. Einstellung der Spülzeit, sodass sich die gesamte Probe auf der Säule befindet
5. Beginn des Ofen-Temperaturprogramms.

Tabelle 56 Splitless-Modus-Einstellwerte

Parameter	Einstellbereich	Vorgeschlagener Anfangswert
Ofeninitialisierung	0 bis 999.9 Minuten	≥ Spülzeit des Interface
Interface Temperatur	Raumtemp. + 10°C bis 400°C	≥ Temp. der Verbindung zum ext. Probensammler
Ende der Probenahme	0 bis 999.9 Minuten	0.2 Minuten länger als Probenahme dauert
Interface-Spülzeit	0 bis 999.9 Minuten	
Gasspar-Zeit	0 bis 999.9 Minuten	Nach der Spülzeit
Gasspar-Fluss	15 bis 100 mL/Min	15 mL/Min höher als der maximale Säulenfluss

Anleitung: Betrieb im Splitless-Modus

Diese Anleitung betrifft den Modus sowohl mit *definierter* als auch mit *nicht definierter* Säule.

1. Vergewissern Sie sich, dass der Anschluss des Splitausgangs am Interface angebracht ist. Stellen Sie sicher, dass die Parametertabelle bei [Config][Inlet] „split plumbed“ anzeigt.
2. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind.

3. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet].

   a. Gehen Sie mit dem Cursor auf Mode: und drücken Sie [Mode/Type]. Wählen Sie Splitless.

   b. Stellen Sie die Interfacetemperatur und die Endzeit des Probenauftrags ein.

Definierte Säule

```
  BACK INLET (VI)
Mode:       Splitless
Temp       250    250 <
Sampl'g end        1.5
Pressure 10.0     10.0
Purge time        1.75
Purge flow        15.0
Total flow        77.6
Gas saver           On
Saver flow        20.0
Saver time        2.00
```

Nicht definierte Säule

```
  BACK INLET (VI)
Mode:       Splitless
Temp       250    250 <
Sampl'g end       1.50
Pressure 10.0     10.0
Purge time        0.75
Tot flow 77.6     77.6
```

Bei Verwendung des Gasspar-Modus Zeit nach der Spülfluss-Zeit einstellen

   c. Ist Ihre Säule spezifiziert, so geben Sie eine Spülzeit (Purge time) und einen Spülfluss (Purge flow) ein. Falls erwünscht, schalten Sie den Gasspar-Modus (Gas saver) ein. Stellen Sie die Gas saver-Zeit *nach* der Spülzeit ein und wählen Sie einen Gasspar-Fluss.

   d. Ist Ihre Säule nicht spezifiziert, geben Sie eine Spülzeit (Purge time) ein, (der Spülfluss ist nicht wählbar). Stellen Sie den Gesamtfluss auf einen höheren Wert als die Summe aus Säulenfluss und Septum-Spülfluss ein (ca. 6 ml/Min.), um einen sinnvollen Säulenfluss sicherzustellen.

4. Stellen Sie fest, ob Auto Prep Run auf On gestellt ist (siehe Seite 298), oder drücken Sie die [Prep Run]-Taste vor der Aufgabe einer Probe.

Direkt-Modus

Die direkte Aufgabe einer Probe ermöglicht den quantitativen Transfer des Analyten ohne das Risiko einer Kontamination der Gasführung. Sie stellt die erforderliche Empfindlichkeit, die zur Analyse von toxischen Gasen erforderlich ist, zur Verfügung. Das geringe Totvolumen des Interface verhindert eine mögliche Wechselwirkung zwischen gelösten Komponenten und schlecht gespülten aktiven Oberflächen.

Um im Direkt-Modus arbeiten zu können, müssen Sie den Splitausgang abmontieren und den GC erneut einstellen. Eine Anleitung zur Durchführung finden Sie im Kapitel „Anschluss an einen externen Gas-Probengeber“.

Zum Verständnis der Gasführung

Vor dem Pre Run wird das Interface vom Vordruck kontrolliert; der Druck wird am Ende vom Proportionalventil gemessen. Siehe Abbildung 68a

Während der Probenahme können durch Druckschwankungen, die von Ventilen des externen Probesammlers herrühren, in der Säule Veränderungen im Durchfluss auftreten. Um dies zu kompensieren, ist das Interface während der Probenahme flusskontrolliert. Die Flussrate der Probenahme wird aus den aktuellen Druckeinstellungen berechnet, bei denen der Probenauftrag begonnen wurde. Diese Flusskontrolle beginnt beim Eintritt in den Pre Run-Status, (falls Ihr System auf Automatik gestellt und die Pre Run-Anzeige leuchtet,) oder während der manuellen Eingabe von [Prep Run]). Sie endet, nachdem der Endpunkt des Einstellwerts (Sampling end) erreicht ist.

Der Fluss zum Interface wird von einem Durchflusssensor gemessen und durch ein Proportionalventil geregelt. Siehe Abbildung 68b

Nach der Probenahme wird das Interface vom Vordruck kontrolliert; der Druck wird am Ende vom Propotionalventil bestimmt. Siehe Abbildung 68a

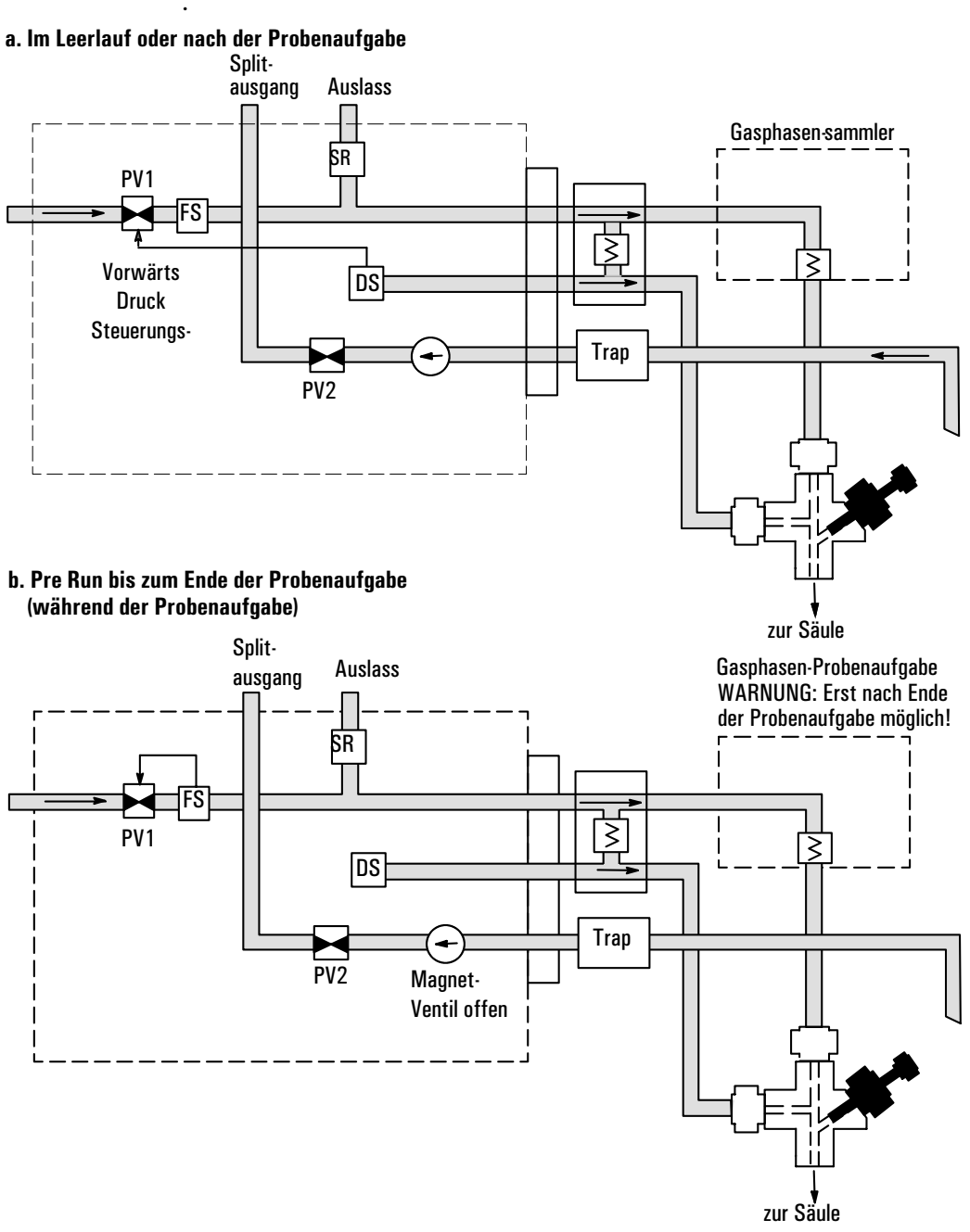


Abbildung 68 Gasführung im Direkt-Modus

Vorbereitung des Einlassinterface zum direkten Probenauftrag

Bevor Sie mit Ihrem Interface im Direkt-Modus arbeiten können, müssen Sie:

- die Splitleitung entfernen,
- den GC zur direkten Injektion konfigurieren.

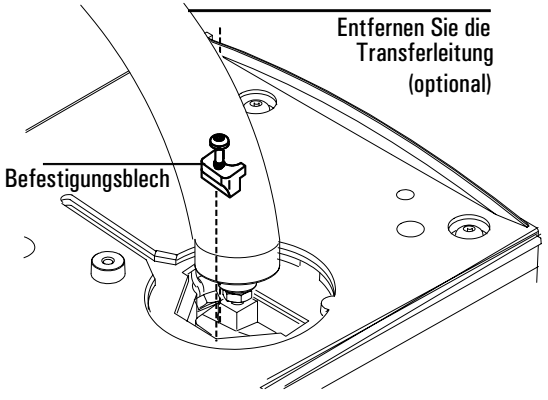
Anleitung: Entfernen der Splitleitung

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Das Einlasssystem kann sehr heiß sein und Verbrennungen verursachen!

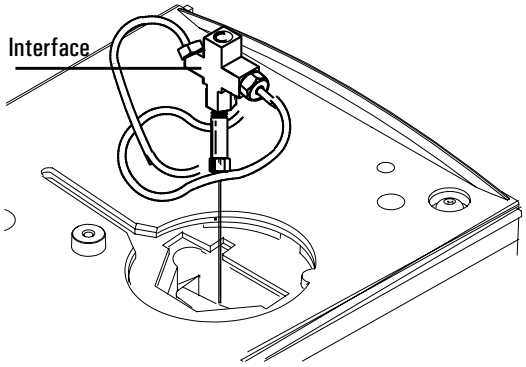
Benötigte Materialien:

- Blindschraube
- 1/4"-Schraubenschlüssel
- 5/16" oder einstellbarer Gabelschlüssel
- T-20 Torx Inbusschlüssel

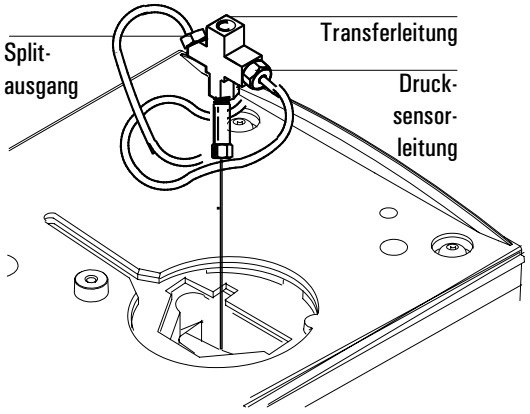
1. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und schalten Sie die Interfacetemperatur und den Druck ab. Lassen Sie das Interface abkühlen.
2. Entfernen Sie, falls erforderlich, die Transferverbindung durch Lösen der Sechskantschraube mit einem 1/4"-Gabelschlüssel. Entfernen Sie das Befestigungsstück vom Interface durch Lösen der Befestigungsschraube mit einem T-20-Inbusschlüssel. Bewahren Sie das Befestigungsblech gut auf.



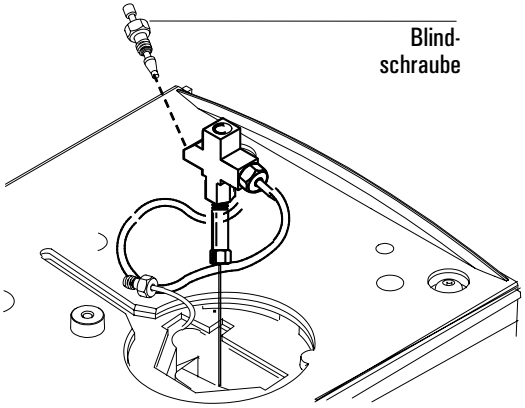
3. Ziehen Sie das Interface vorsichtig aus dem Heizblock.



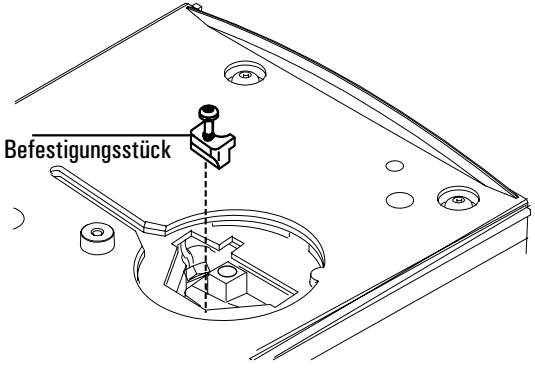
4. Lösen Sie die Sechskantverschraubung, die die Splitleitung mit dem Interface verbindet, bis Sie die Leitung entfernen können. Legen Sie die Leitung beiseite. Sie müssen sie nicht wieder befestigen.



5. Schrauben Sie eine Blindschraube in den Anschluss der Splitleitung und ziehen Sie diese mit der Hand an. Ziehen Sie die Schraube eine weitere 1/4-Umdrehung mit zwei angesetzten Gabelschlüsseln an, dem einstellbaren Schlüssel am Interface und dem 1/4"-Gabelschlüssel an der Schraube.



6. Schieben Sie das Interface in den Heizblock ein. Setzen Sie das Befestigungsstück, das Sie in Schritt 2 entfernt haben, wieder ein und schrauben Sie die Schraube wieder fest. Nicht überdrehen. Falls Sie die Tranferleitung entfernt haben, setzen Sie diese wieder an.

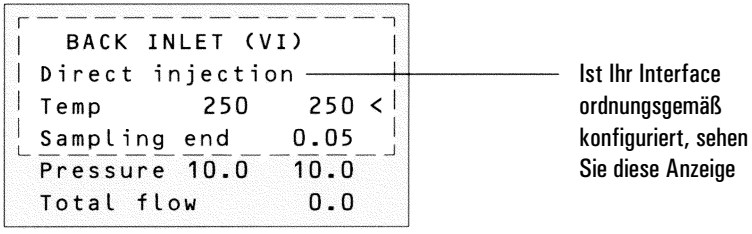


7. Stellen Sie den GC wieder auf normale Betriebsbedingungen. Führen Sie einen Lecktest an den Interfaceverschraubungen durch.

Anleitung: Konfiguration zur Direktinjektion

Der GC kann nicht erkennen, ob die Splitleitung angeschlossen ist. Wenn Sie sie entfernen oder erneut befestigen, müssen Sie den GC neu konfigurieren, damit die Pneumatik ordnungsgemäß funktioniert.

1. Drücken Sie [Config] [Back Inlet] oder [Config] [Front Inlet].
2. Drücken Sie [Mode/Type].
3. Wählen Sie Split removed.
4. Drücken Sie [Back Inlet] oder [Front Inlet]. Ist Ihr GC ordnungsgemäß konfiguriert, sehen Sie folgende Anzeige



Verwendung der Parametertabelle

Direct injection – Wenn Ihr GC ordnungsgemäß konfiguriert ist, dann sehen Sie oben abgebildete Anzeige.

Temp – Aktuelle Werte und Sollwerte der Interface-Temperaturen

Sampling end – Das Zeitintervall der Probenaufgabe in Minuten. Die Flussrate wird aus den aktuellen Druckeinstellungen berechnet, bei denen die Probenaufgabe begonnen wurde.

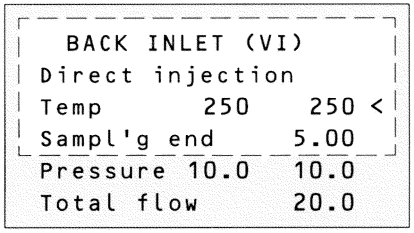
Stellen Sie das Ende der Probenahme 0.2 Minuten länger als die Zeit ein, die der Probengeber benötigt, um die Probe aufzutragen. So hat z.B. der 7694 Headspace-Probengeber einen Zeiteinstellwert, der das Zeitintervall bestimmt, wie lange das Ventil in der Injekt-Position verbleibt. Ist die Injektionszeit eine Minute, so sollte der Einstellwert „Ende der Probenahme“ auf 1,2 Minuten eingestellt werden. Wenn Sie einen 7695 Purge and Trap-Konzentrator (sampling end) verwenden, dann stellen Sie das Ende der Probenahme auf 0.2 Minuten länger ein als den Zeitparameter der Desorption.

Ist Ihre Säule spezifiziert und Sie definieren ein Druckprogramm für diese Säule, so beginnt der Druckanstieg nicht bevor der Einstellwert der Probenahme überschritten wurde.

Pressure – Aktueller Wert und Sollwert des Drucks im Interface vor dem Lauf und nach der Probenahme.

Total Flow – Fluss ist der momentane im Interface. Dies ist kein Einstellwert, sondern ein Messwert.

Definierte und nicht definierte Säule



Einige der Einstellwerte des Flusssystems sind voneinander abhängig. Wenn Sie einen Einstellwert ändern, so können sich zum Ausgleich auch andere ändern.

Tabelle 57 Einstellwerte der Gasführung im Direkt-Modus

Definierte Säule	
Wenn Sie diesen Parameter ändern:	**Dann verändern sich:**
Vor und nach der Probenahme	
Pressure-	Säulenfluss* Gesamtfluss**
Säulenfluss*	Pressure- Gesamtfluss**
Während der Probenahme	
Druck- und Flusseinstellungen können während des Probenauftrags nicht verändert werden.	

Tabelle 57 (Fortsetzung)

Nicht definierte Säule
Vor und nach der Probenahme Der Einstellwert Säulenfluss* ist nicht einstellbar. Sie können den Druck ändern; andere Werte werden nicht verändert. **Während der Probenahme** Druck- und Flusseinstellungen können während des Probenauftrags nicht verändert werden.

*Dieser Einstellwert taucht in der Parametertabelle der Säule auf.
**Dieser Wert ist nur aktuell.

Betriebsparameter

Verwenden Sie die Informationen in Tabelle 58, um die Einstellwerte für Ihr Interface einzustellen.

Tabelle 58 Direkt-Modus-Betriebsparameter

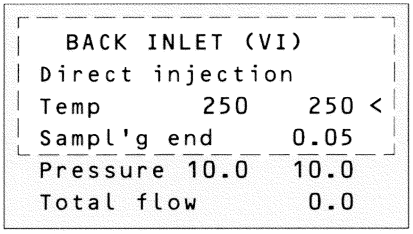
Parameter	Einstellbereich	Vorgeschlagener Anfangswert
Ofeninitialisierung	0 bis 999.9 Minuten	≥ Ende der Probenahme des Interface
Interface-Temperatur	Raumtemp. + 10°C bis 400°C	≥ Temp. der Verbindung zum ext. Probensammler
Ende der Probenahme	0 bis 999.9 Minuten	0.2 Minuten länger als Probenahme dauert

Anleitung: Betrieb im Direkt-Modus

Diese Anleitung betrifft den Modus sowohl mit *definierter* als auch mit *nicht definierter* Säule.

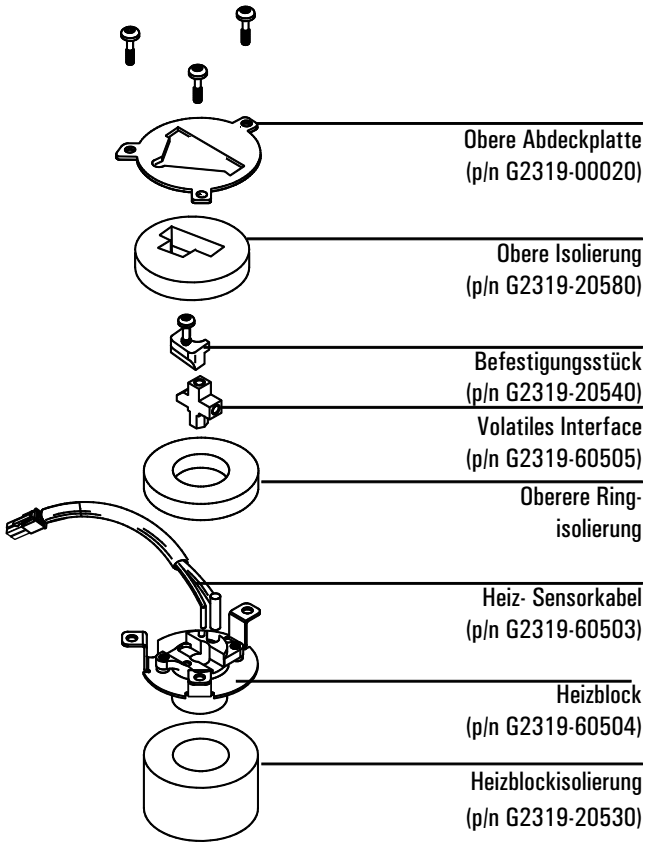
1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
2. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet].
   a. Vergewissern Sie sich, dass Ihr GC auf Direktinjektion eingestellt ist.
   b. Stellen Sie die Interfacetemperatur ein.

c. Stellen Sie das Ende der Probenahme ein. Stellen Sie sie 0.2 Minuten länger ein als die Probenahme dauert.



3. Stellen Sie fest, ob Auto Prep Run auf On gestellt ist (siehe Seite 298), oder drücken Sie die [Prep Run]-Taste vor der Aufgabe einer Probe.

Wartung eines Volatiles Interface



Nicht abgebildet: Kalibriertes Flussmodul, Teile-Nr. G2319-60500
Pneumatic Gang Fitting-Einheit, Teile-Nr. G2319-60501

Abbildung 69 Bestandteile des Volatiles Interface

Anleitung: Installation von Säulen

WARNUNG Tragen Sie beim Hantieren mit Kapillarsäulen, beim Abschneiden oder bei der Installation eine Schutzbrille, um die Augen zu schützen. Gehen Sie mit den Säulen vorsichtig um, um Hautverletzungen zu vermeiden.

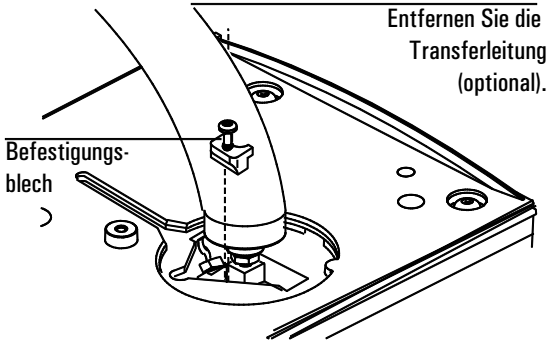
WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Das Einlasssystem kann sehr heiß sein und Verbrennungen verursachen!

Benötigte Materialien**:**

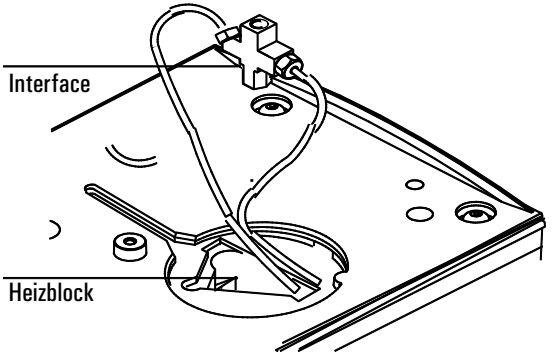
- Säulenmutter und Dichtung
- Säulenschneider
- Tuch
- Korrekturflüssigkeit
- 1/4"-Schraubenschlüssel
- 5/16" oder einstellbarer Gabelschlüssel
- Lineal
- T-20 Torx Inbusschlüssel

1. Drücken Sie [Oven] und stellen Sie den Ofen auf 35°C. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und schalten Sie die Interfacetemperatur und den Druck ab. Lassen Sie das Interface abkühlen. Wenn die Ofentemperatur den Einstellwert erreicht, schalten Sie ihn aus.

2. Nehmen Sie, wenn gewünscht, die Transferleitung auseinander. Lösen Sie die Mutter mit dem 1/4"-Schlüssel und entfernen Sie sie. Entfernen Sie das Befestigungsstück vom Interface durch Lösen der Befestigungsschraube mit einem T-20-Inbusschlüssel. Bewahren Sie das Befestigunsblech gut auf.

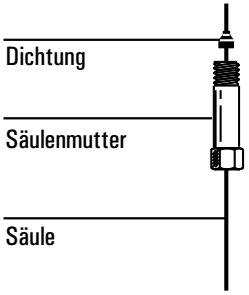


3. Ziehen Sie das Interface aus dem Heizblock heraus.

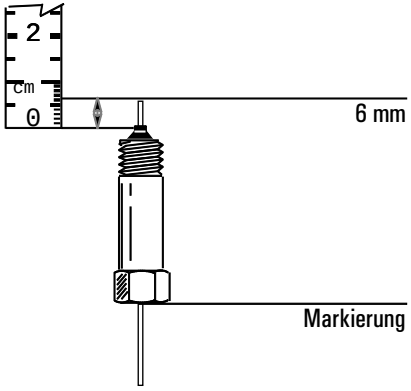


4. Ziehen Sie die Säule von der Innenseite des Ofens durch die Öffnung in den oberen Ofenraum. Fassen Sie die Säule von der Ofenoberseite her.

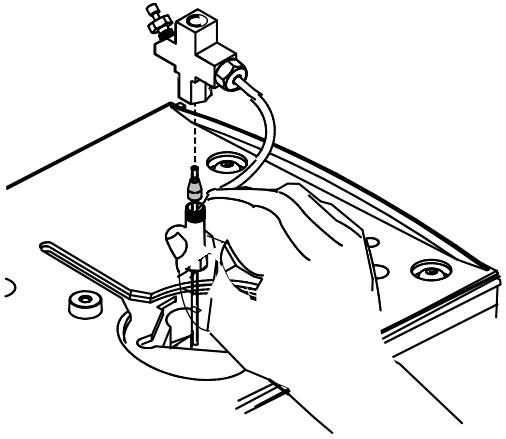
5. Stecken Sie eine Kapillarverschraubung und ein Ferrul auf die Säule auf und begradigen Sie das Ende der Kapillare. Wenn Sie dabei Hilfe benötigen, so lesen Sie im Kapitel „ Verfahren zur Vorbereitung von Kapillarsäulen“ nach.



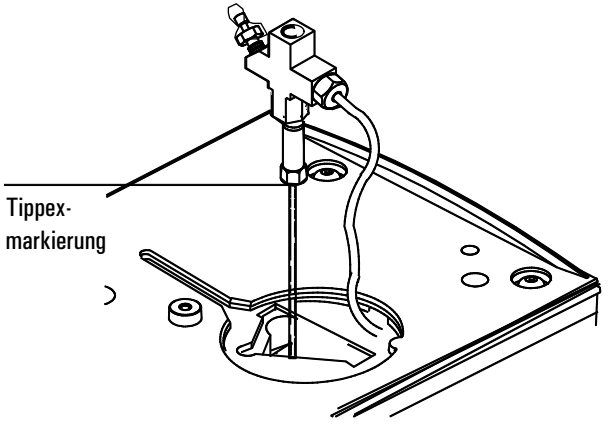
6. Positionieren Sie die Säule so, dass sie 6 mm über das Ferrul heraussteht. Markieren Sie die Säule an der Stelle mit Tippex, an der sie sich mit der Säulenmutter auf einer Höhe befindet.



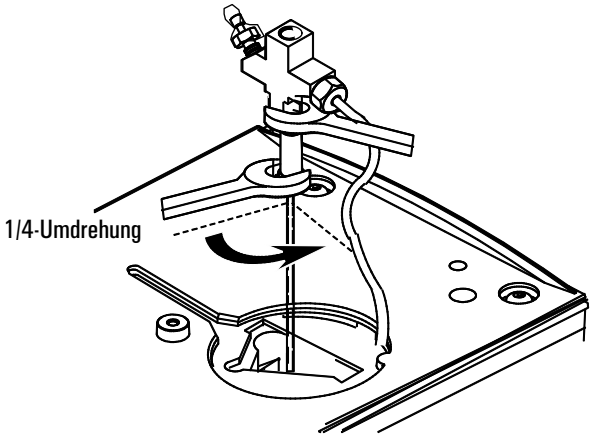
7. Stecken Sie die so vorbereitete Säule ins Interface und ziehen Sie die Schraube mit der Hand an.



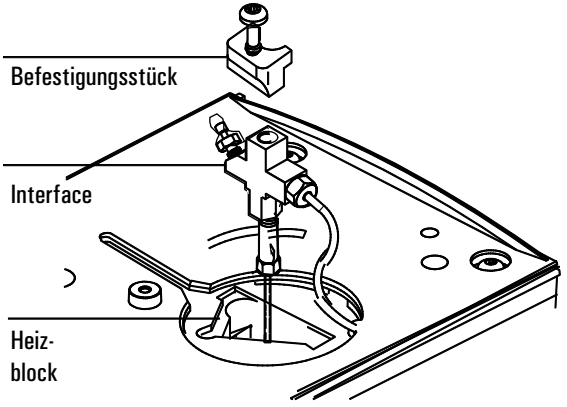
8. Positionieren Sie die Säule so, dass die Markierung mit dem unteren Rand der Säulenmutter auf einer Höhe ist.



9. Ziehen Sie die Säulenverschraubung um eine weitere Viertel- bis halbe Umdrehung an. Verwenden Sie den einstellbaren Gabelschlüssel, um das Interface zu halten, und ziehen Sie die Schraube mit dem 1/4"-Gabelschlüssel an, bis sich die Säule unter leichtem Zug nicht mehr verschieben lässt.
.



10. Schieben Sie das Interface in den Heizblock. Befestigen Sie das Befestigungsstück erneut und ziehen Sie die Schraube fest. Haben Sie die Transferleitung demontiert, installieren Sie sie wieder.



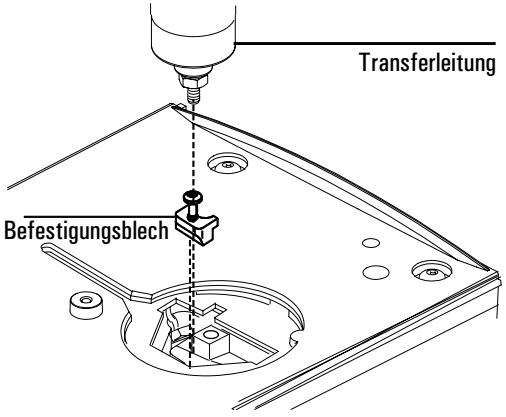
11. Nachdem die Säule sowohl am Injektor als auch am Detektor befestigt wurde, geben Sie Trägergas auf die Säule. Heizen Sie das Interface auf seine Betriebstemperatur auf. Falls nötig, ziehen Sie die Verschraubungen nach.

Anleitung: Austausch oder Reinigung des Interface

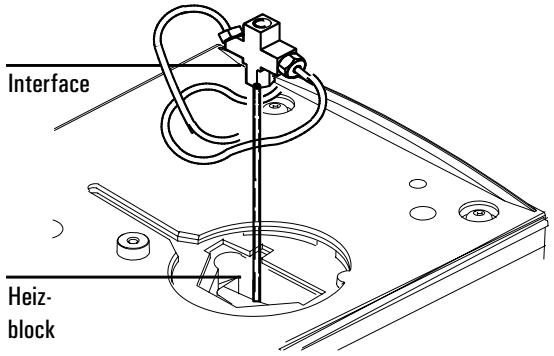
Benötigte Materialien:

- 1/4"- oder 7-mm-Gabelschlüssel
- Ultraschallbad oder ein neues Interface
- T-20 Torx Inbusschlüssel

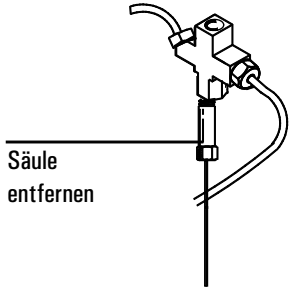
1. Speichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten, als Methode. Lassen Sie Interface und Ofen abkühlen. Drehen Sie alle Gase an der Gasversorgung ab oder stellen Sie die Flussraten in der Parametertabelle des Einlasssystems auf 0.
2. Nehmen Sie die Transferleitung auseinander. Lösen Sie die Mutter mit dem 1/4"-Schlüssel und entfernen Sie sie. Entfernen Sie das Befestigungsstück vom Interface durch Lösen der Befestigungsschraube mit einem T-20 Inbusschlüssel. Bewahren Sie das Befestigungsblech gut auf.



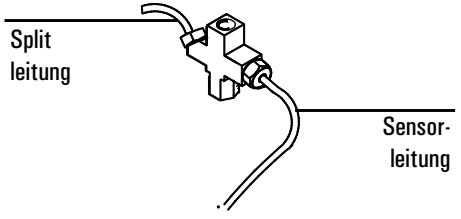
3. Ziehen Sie das Interface aus dem Heizblock heraus.



4. Ist eine Säule vorhanden, so entfernen Sie diese.



5. Schrauben Sie die Split- und Drucksensor-Leitungen mit dem Gabelschlüssel ab.

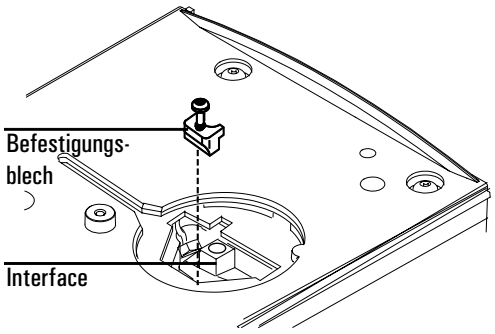


6. Reinigen oder ersetzen Sie das Interface. Wenn Sie es reinigen, stellen Sie es zweimal ins Ultraschallbad und spülen es danach ab.

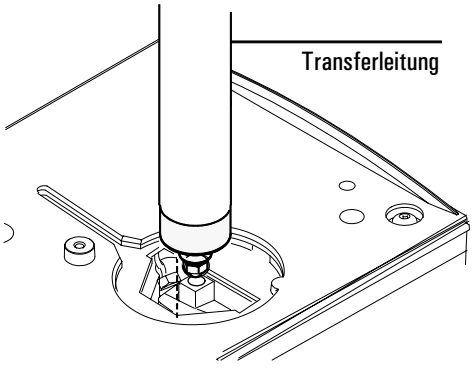
   Schrauben Sie Split- und Drucksensor-Leitungen wieder handfest an. Ziehen Sie die Muttern mit dem Gabelschlüssel um eine Viertelumdrehung an.

7. Befestigen Sie die Säule am Interface. Weitere Informationen entnehmen Sie bitte dem Kapitel „Anleitung: Installation von Säulen“.

8. Schieben Sie das Interface in den Heizblock ein. Befestigen Sie das Befestigungsblech, das Sie entfernt hatten, und ziehen Sie die Schraube fest; nicht überdrehen.



9. Setzen Sie die Transferleitung wieder an. Ziehen Sie die Schraube mit der Hand fest und ziehen Sie sie darauf mit einem Gabelschlüssel eine Viertelumdrehung an.



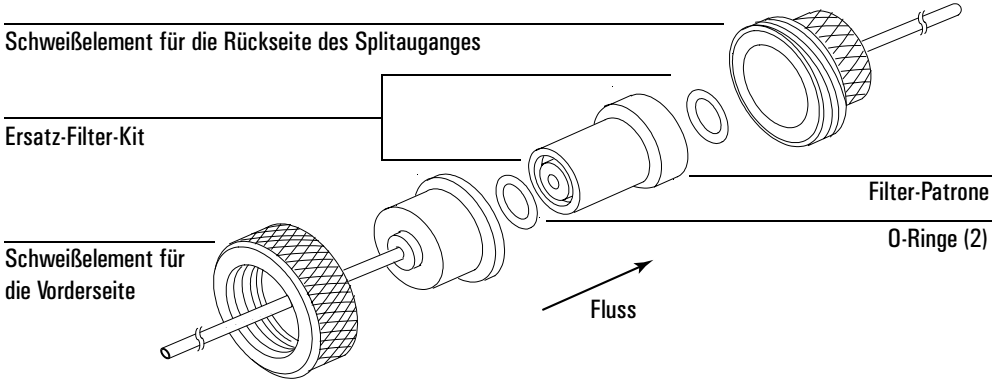
10. Nachdem die Säule sowohl am Interface als auch am Detektor angebracht ist, geben Sie Trägergas aufs Interface und spülen Sie für etwa 10 bis 15 Minuten. Überprüfen Sie die Dichtigkeit. Heizen Sie das Interface auf seine Betriebstemperatur auf und ziehen Sie, falls nötig, die Verschraubungen weiter an.

Ersetzen der Kartusche des Splitausgangsfilters

WARNUNG Schalten Sie den Ofen und die Heizung für den Einlass, der den Splitausgangsfilter verwendet, aus und lassen Sie sie abkühlen. Drehen Sie den Haupthahn für die Trägergaszufuhr ab.

Der Splitausgangsfilter kann noch Rückstände irgendwelcher Proben oder anderer Chemikalien enthalten, die auf dem Gaschromatographen gelaufen sind. Folgen Sie beim Austausch der Filterpatrone den entsprechenden Sicherheitsvorschriften zum Umgang mit diesen Substanzklassen.

1. Schalten Sie den Einlass und den Ofen aus und lassen Sie sie abkühlen.
2. Stellen Sie alle GC-Gasflüsse auf Null.
3. Nehmen Sie die Abdeckung der Pneumatik ab.
4. Heben Sie die Filter-Einheit aus der Halteklammer heraus und schrauben Sie sie auseinander.



5. Nehmen Sie die alte Filter-Patrone und die O-Ringe heraus und ersetzen Sie sie.
6. Bauen Sie den Filter wieder zusammen.
7. Überprüfen Sie die Dichtigkeit.

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung

Lecks in der Gasversorgung können die chromatographischen Ergebnisse erheblich beeinflussen. Die folgende Anleitung prüft das Gassystem, nicht aber das Interface-Modul. Ist dieses Teilsystem leckfrei, so gehen Sie zum nächsten Abschnitt über, um Interface und Interface-Modul zu prüfen.

Flüssige Lecksuchmittel sind insbesondere in den Bereichen, wo es auf äußerste Sauberkeit ankommt, nicht empfehlenswert. Sollten Sie dennoch ein Lecksuchspray verwenden, so spülen Sie es sofort wieder ab, um den Seifenfilm zu entfernen.

WARNUNG Um einen möglichen Stromschlag bei der Verwendung eines flüssigen Lecksuchmittels zu verhindern, achten Sie darauf, die Seifenlösung nicht auf elektrische Bauelemente, insbesondere auf die Detektorheizung, zu bringen.

Benötigte Materialien:

- Elektronischer Leckdetektor, der das von Ihnen verwendete Trägergas detektieren kann, oder eine Lecksuchflüssigkeit. Wenn Sie ein flüssiges Lecksuchmittel verwenden, dann wischen Sie es nach dem Test wieder gut weg.
- Zwei 7/16"-Schraubenschlüssel

1. Prüfen Sie jede Verschraubung mit dem Leckdetektor.
2. Ziehen Sie undichte Verbindungen an. Überprüfen Sie diese. Fahren Sie fort, die Verbindungen zu überprüfen, bis alle Verschraubungen leckfrei sind.

Anleitung: Lecktest am System

Im Probengeber-Interface-System gibt es verschiedene Stellen, an denen Undichtigkeiten auftreten können. Dieses Verfahren zeigt Ihnen im Allgemeinen, ob das System ein Leck aufweist.
Zur genauen Lokalisierung einer Undichtigkeit sollten Sie einen elektronischen Leckdetektor verwenden.

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

Benötigte Materialien:

- Ferrul ohne Loch
- 7/16"-Schraubenschlüssel
- Zwei 1/8" SWAGELOK Schraubkappen
- Handschuhe (wenn der Injektor heiß ist)
- 1/4"- oder 7-mm-Gabelschlüssel

1. Vorbereitende Schritte:
   a. Speichern Sie Ihre eingegebenen Parameter, die Sie nicht verlieren möchten als Methode.
   b. Lassen Sie den Ofen auf Raumtemperatur abkühlen und schalten Sie ihn aus.
   c. Stellen Sie den Gasdruck im Einlasssystem über die Tastatur ab.
   d. Entfernen Sie die Säule, falls eine installiert ist. Verschließen Sie den Säulenanschluss mit einer Schraubkappe und einem Ferrul ohne Loch.
2. Verschließen Sie den Septum-Spülausgang und den Splitausgang am Flow-Modul mit je einer 1/8" Swagelok Schraubkappe.
3. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet], um die Parametertabelle zu öffnen. Geben Sie einen Druckwert zwischen 20 und 25 psi oder Ihren normalen Betriebsdruck ein, falls dieser höher ist. Stellen Sie sicher, dass der Vordruck an der Gasversorgung 10 psi höher als der Druck im Einlasssystem ist. Warten Sie ein paar Minuten, bis der Druck stabil ist.
4. Stellen Sie entweder den Druck oder den Fluss ab. Da der Septum-Spülausgang, der Splitausgang und der Säulenanschluss mit Kappen versehen sind, sollte das eingeschlossene Gas im System verbleiben, und der Druck sollte

annähernd konstant sein. Schalten Sie den Druck an der Gasflasche ab, wenn Sie das Pneumatik-System komplett von der Gasversorgung trennen möchten.

5. Beobachten Sie den Druck für weitere 10 bis 15 Minuten. Der Druck darf während der ersten zwei Minuten um etwa 1 psi fallen. Nach diesem anfänglichen Druckabfall darf er aber um nicht mehr als 0.03 psi/Min. weiter abfallen.

   Ist der Druckababfall kleiner oder gleich 0.03 psi/Min., können Sie annehmen, dass das Probengeber-Interface-System leckfrei ist.

   Sollte der Druck schneller als dieser tolerierbare Wert abfallen, müssen Sie das Einlass- und das Probengeber-System getrennt überprüfen, um die Leckage aufzuspüren. Lesen Sie den Abschnitt „Anleitung: Vorbereitung des Einlasssystems zum Lecktest“ nach, um ein geschlossenes Gassystem zu erhalten, kehren Sie dann zu diesem Abschnitt zurück und wiederholen Sie die Punkte 3 bis 5.

   Haben Sie ein Leck gefunden, lesen Sie unter „Anleitung: Beseitigung von Lecks“ in diesem Kapitel nach.

   Ist das Einlasssystem leckfrei, machen Sie einen Drucktest am Probengeber. Lesen Sie dazu die Gebrauchsanleitung Ihres Probengebers.

Anleitung: Vorbereitung des Einlasssystems zum Lecktest

Um das Interface unabhängig vom Probengeber zu überprüfen, müssen Sie den Probengeber vom Einlasssystem trennen, um die beiden Flusssysteme voneinander zu isolieren.

WARNUNG Seien Sie vorsichtig! Der Säulenofen und der Injektor können heiß sein und Verbrennungen verursachen.

Benötigte Materialien:

- 1/16"-GC-Schraube (männlich) und
- ein Graphit- oder Vespel-Ferrul

1. Lösen Sie den Trägergasanschluss vom Interface (siehe Seite 498).
2. Entfernen Sie den Trägergasanschluss vom Probengeber, (siehe Seite 498, wenn Sie einen Headspace-Probengeber besitzen oder Seite 501, wenn Sie einen Purge and Trap-Konzentrator haben).
3. Verschließen Sie den Trägergasanschluss mit der 1/16"-GC-Schraube und mit dem Graphit/Vespel-Ferrul.
4. Verbinden Sie die Transferleitung mit dem Interface und zwar dort, wo Sie die Transferleitung ausgebaut haben. Ziehen Sie sie mit der Hand an und dann drehen Sie noch eine Viertel bis halbe Drehung mit einem 1/2"-Schraubenschlüssel weiter.
5. Gehen Sie zu „Lecktest am System“ und wiederholen Sie die Punkte 3 bis 5.

Anleitung: Beseitigung von Lecks

Benötigte Materialien:

- Elektronisches Lecksuchgerät
- Geeignetes Werkzeug für undichte Verschraubungen – 1/4"-, 5/16"- oder ein 7-mm-Gabelschlüssel

1. Verwenden Sie den Leckdetektor, um alle Bereiche des Einlasssystems zu überprüfen, die evtl. leck sein könnten. Es handelt sich um folgende Bereiche:
   - Der mit einer Schraubkappe versehene Spülausgang
   - Der verschlossene Splitausgang
   - Die verschlossene Säulenverschraubung
   - Der Bereich, in dem die Gasleitungen ans Interface angeschlossen sind
2. Beseitigen Sie mögliche Leckagen durch weiteres Zudrehen von Verschraubungen mit einem geeigneten Gabelschlüssel. Sie sollten dann den Lecktest nochmals durchführen.

Wenn der Druckabfall kleiner als 0.03 psi/Min. ist, können Sie annehmen, dass das Einlasssystem leckfrei ist.

Fällt der Druck schneller als der akzeptable Wert, so fahren Sie fort, nach weiteren Lecks zu suchen, und machen erneut den Drucktest. Wenn alle Verschraubungen leckfrei sind, aber das Einlasssystem immer noch zu viel Druck verliert, dann könnte es notwendig sein, das ganze Einlassmodul auszutauschen. Setzen Sie sich mit dem Agilent Service in Verbindung.

Anschluss an einen externen Gas-Probengeber

Abbildung 70 zeigt, wie ein Gas-Probengeber an das Volatiles Interface angeschlossen wird.

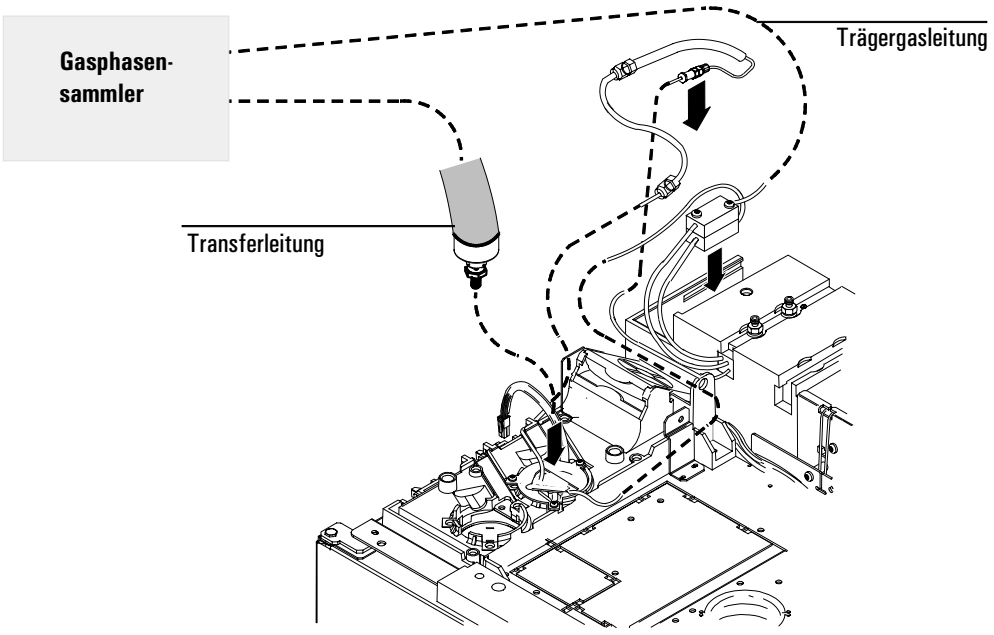


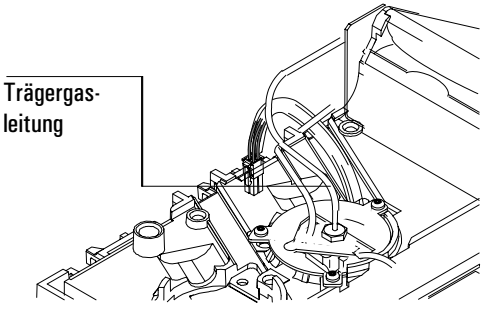
Abbildung 70 Flussdiagramm für eine externe Probenaufgabe-Vorrichtung

Anleitung: Anschluss eines 7694 Headspace-Probengebers

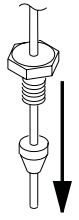
Benötigte Materialien:

- 1/8" Swagelok Mutter
- Reduzierstück 1/16" zu 1/8"
- 1/8" Ferrul-Set
- Gabelschlüssel
  – Ein 7/16"
  – Zwei 5/16"
  – Ein 1/4"
  – Ein 7-mm

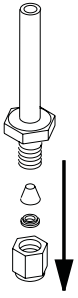
1. Schrauben Sie die Trägergasleitung, die mit „Supply“ bezeichnet und am Volatiles Interface angebracht ist, mit einem 1/4"-Gabelschlüssel ab.



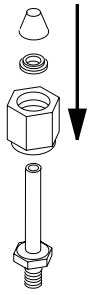
2. Entfernen Sie die Schraube und das Vespel/Graphit-Ferrul von der Trägergasleitung. Heben Sie die Teile zur späteren Verwendung auf.



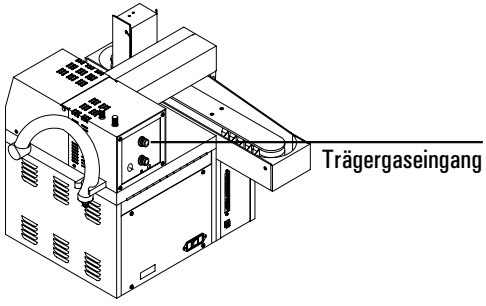
3. Entfernen Sie die Mutter und das Metall-Ferrul von einem 1/16"- auf ein 1/8"-Reduzierstück. Heben Sie die Teile zur späteren Verwendung auf.



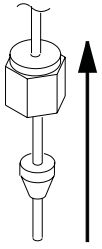
4. Stecken Sie eine 1/8" Swagelok-Mutter, einen 1/8"-Klemmring und einen 1/8"-Konus auf das andere Ende des Reduzierstücks.



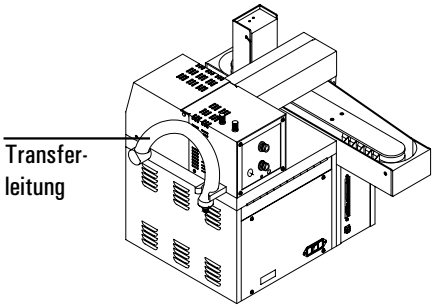
5. Bringen Sie ein Reduzierstück an den Gasversorgungsanschluss, der mit „Carrier“ bezeichnet ist, auf der Geräterückseite des Headspace Samplers an, indem Sie die 1/8" Swagelok-Mutter mithilfe eines 7/16"-Schraubenschlüssels anziehen. Ziehen Sie die Mutter mit der Hand und danach noch eine Viertelumdrehung weiter an.



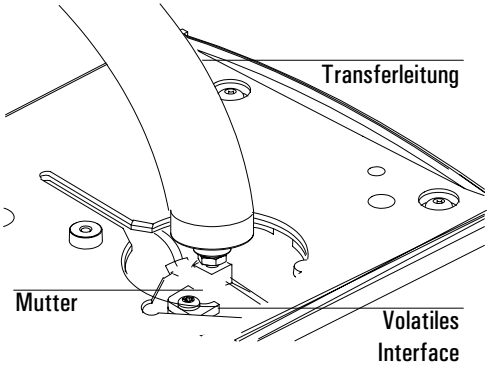
6. Schieben Sie die 1/16"-Mutter aus Schritt 3 und dann das 1/16"-Vespel/Graphit-Ferrul aus Schritt 2 auf das freie Ende der Trägergasleitung.



7. Verbinden Sie die Trägergasleitung mit dem Gasanschluss. Verwenden Sie zwei Gabelschlüssel, um die 1/16" Swagelok-Mutter eine Viertelumdrehung anzuziehen, nachdem diese fingerfest angezogen wurde; nicht überdrehen. Ist die Verbindung undicht, so ziehen Sie sie eine weitere Achtelumdrehung an.
8. Suchen Sie die Tranferleitung des Headspace-Probengebers.



9. Schließen Sie die Tranferleitung (mit der vormontierten Mutter und dem Stahlferrul) am Einlassinterface an. Ziehen Sie die Mutter mit der Hand und dann eine Viertelumdrehung weiter an; nicht überdrehen. Weist die Verbindung ein Leck auf, ziehen Sie sie nochmals um eine weitere Achtelumdrehung an.



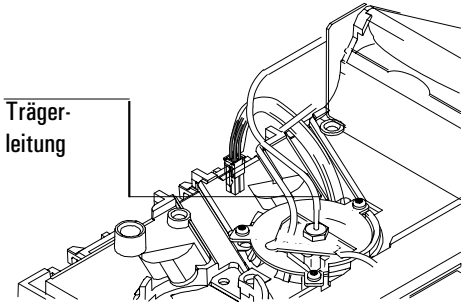
Anleitung: Anschluss eines 7695 Purge and Trap-Konzentrators

Benötigte Materialien:

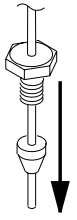
- 1/16" Swagelok-Mutter

- Geeignetes Vespel/Graphit-Ferrul für die Tranferleitung
- Säulenschneider (Quarz)
- 5/16"- und 1/4"-Gabelschlüssel
- Korrekturflüssigkeit
- Lineal

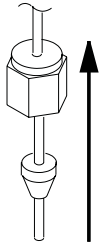
1. Schrauben Sie die Trägergasleitung, die mit „Supply“ bezeichnet und am Volatiles Interface angebracht ist, mit einem 1/4"-Gabelschlüssel ab.



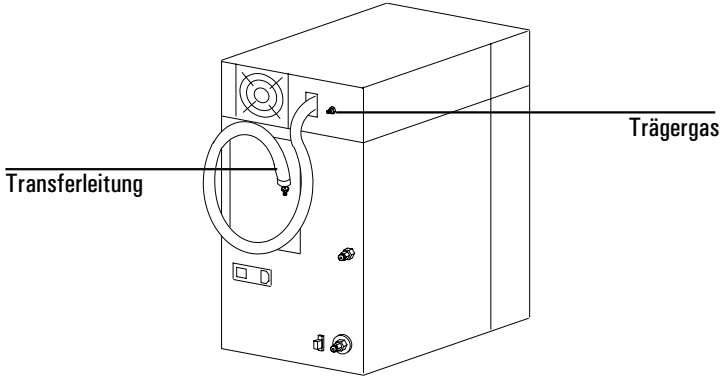
2. Entfernen Sie die Schraube und das Vespel/Graphit-Ferrul von der Trägergasleitung. Heben Sie die Teile zur späteren Verwendung auf.



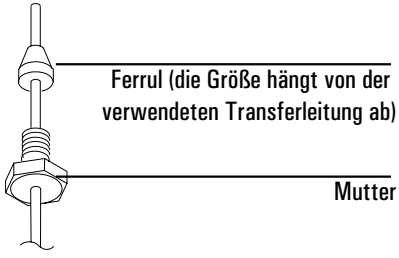
3. Stecken Sie eine 1/16" Swagelok-Mutter und das Vespel/Graphit-Ferrul aus Schritt 2 auf das Ende der Trägergasleitung.



4. Schließen Sie die Trägergasleitung am Gasanschluss auf der Rückseite des P&T-Konzentrators, der mit „Carrier Gas“ bezeichnet ist, mit einem 1/16"-Gabelschlüssel an. Ziehen Sie die Mutter mit der Hand und eine Viertelumdrehung an; nicht überdrehen. Ist die Verbindung undicht, ziehen sie nochmals eine Achtelumdrehung fest, bis sie dicht ist.

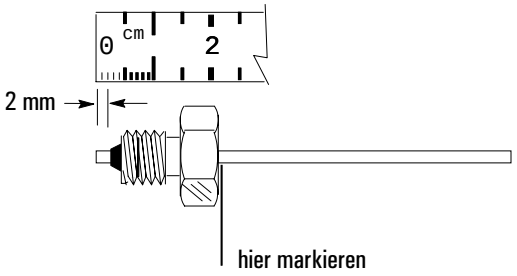


5. Stecken Sie die 1/16"-Schraube von Schritt 2 und ein geeignetes Vespel/Graphit-Ferrul auf das Ende der P&T-Transferleitung.

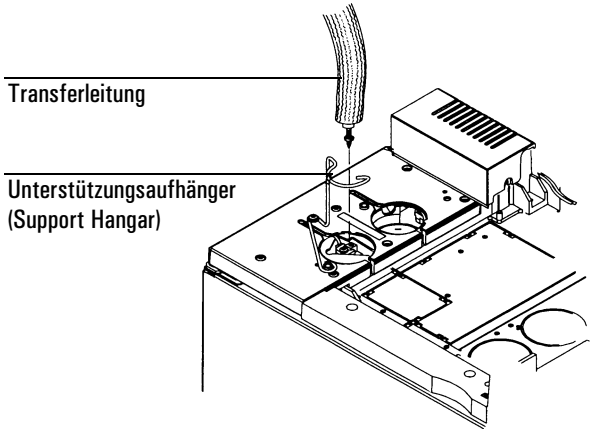


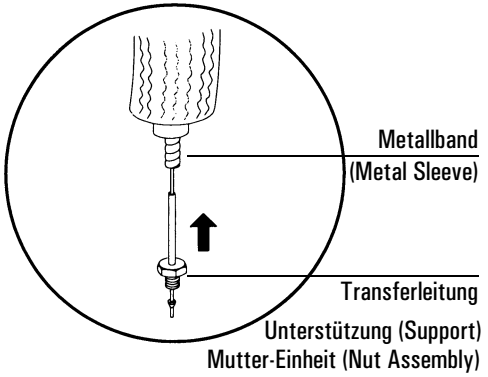
6. Wenn Sie eine *vernickelte* Transferleitung verwenden, gehen Sie zu Schritt 8. Bei Verwendung einer *Quarztransferleitung* bereiten Sie das Ende der Quarzkapillare vor.

7. Positionieren Sie die Transferleitung so, dass das Ende der Kapillare 2 mm über das Ferrul übersteht und markieren Sie die Leitung am Schraubenkopf mit der Schreibmaschinen-Korrekturflüssigkeit (Tippex).



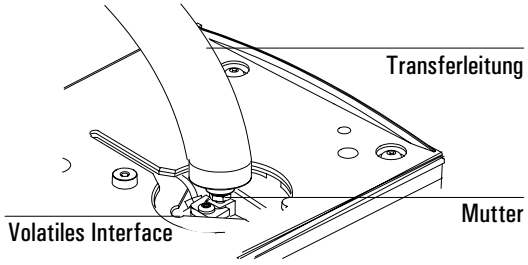
8. Installieren Sie zum Anschluss der Transferleitung zuerst die Transfer Line Support Nut-Einheit auf und innerhalb des Metallbandes (Metal Sleeve) der beheizten Transferleitungs-Einheit.





Verbinden Sie dann die Transferleitung mit dem Volatiles Interface und ziehen Sie die 1/16"-Schraube mit der Hand an. Justieren Sie die Kapillare so, dass die Markierung mit dem Schraubenkopf übereinstimmt. Ziehen Sie die Schraube mit einem 1/4"-Gabelschlüssel um eine Viertelumdrehung an. Nicht

überdrehen. Ist die Verbindung undicht, so ziehen Sie sie eine weitere Achtelumdrehung an.



9. Nachdem die Säule sowohl am Interface als auch am Detektor angebracht ist, geben Sie Trägergas aufs Interface und spülen Sie für etwa 10 bis 15 Minuten. Überprüfen Sie die Dichtigkeit. Heizen Sie das Interface auf seine Betriebstemperatur auf und ziehen Sie, falls nötig, die Verschraubungen weiter an.

19 Einlasssysteme ohne EPC

Gepackte Säule mit Septumspülung

Split/Splitless-Einlass – Split-Modus

Split/Splitless-Einlass – Splitless-Modus

Konfiguration

Anleitung: Konfiguration eines Einlasssystems ohne EPC

Parametertabelle Inlet

Parametertabelle Column

Anleitung: Einstellen des Trägergasflusses für den Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen

Anleitung: Einstellen der Flüsse für den Einlass im Split-Modus

Anleitung: Einstellen des Trägergas- und Septumspülflusses für den Einlass im Splitless-Modus

Einlasssysteme ohne EPC

Die Regler für diese Einlasssysteme befinden sich im Pneumatik-Modul, das sich an der linken Seite des GC befindet.

Gepackte Säule mit Septumspülung

Die einzige Einstellmöglichkeit für dieses Einlasssystem ist der Trägergasstrom durch die Säule. Der Septumspülfluss wird automatisch eingestellt, basierend auf dem Vordruck der Trägergasversorgung. Er kann am Ausgang an der Vorderseite gemessen werden.

Split/Splitless-Einlass – Split-Modus

Das Trägergas wird zwischen der Säule und dem Splitausgang in Abhängigkeit von deren relativem Flusswiderstand aufgeteilt. Ein kleiner Teil des Trägergases strömt an der Unterseite des Septums vorbei und entweicht durch die Septumspülregelung und den Auslass.

Split/Splitless-Einlass – Splitless-Modus

Bei einer Splitless-Probenaufgabe wird ein Ventil durch [Prep Run] geschaltet, das verhindert, dass das Trägergas am unteren Ende des Liners entweicht. Der Gesamtfluss ändert sich nicht, aber der Großteil entweicht durch die Septumspülleitung. Das Trägergas, das den Liner passiert, gelangt vollständig auf die Säule – die Probe wird nicht aufgeteilt.

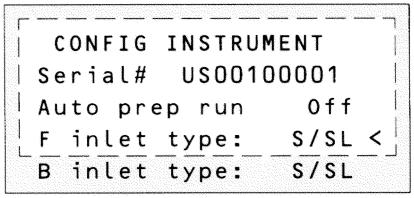
Zum Spülzeitpunkt schaltet das Ventil, um den Restdampf im Einlasssystem herauszuspülen. Das System befindet sich nun in der Split-Konfiguration, wobei das Spülgas und das verbleibende Restgas – hauptsächlich Lösungsmittel – das System durch den Splitauslass verlässt.

Konfiguration

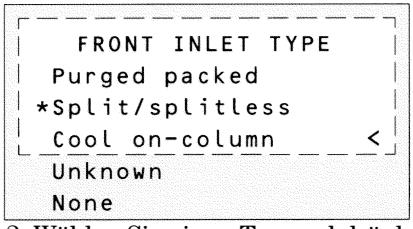
Der GC registriert selbsständig, dass ein Einlass ohne EPC eingebaut ist – er prüft die Heizungs- und Sensorverbindungen – aber er erkennt nicht den Typ des eingebauten Systems. Sie müssen diese Angaben bei der Konfiguration machen.

Anleitung: Konfiguration eines Einlasssystems ohne EPC

1. Drücken Sie [Config], wählen Sie Instrument und drücken Sie [Enter].

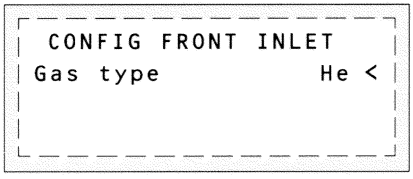


2. Wählen Sie den Einlass und drücken Sie [Mode/Type].



3. Wählen Sie einen Typ und drücken Sie [Enter].

4. Drücken Sie [Config][Front Inlet] oder [Back Inlet].



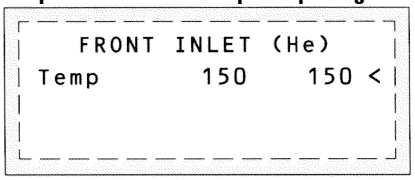
5. Drücken Sie [Mode/Type], wählen Sie den Gastyp und drücken Sie [Enter].

Parametertabelle Inlet

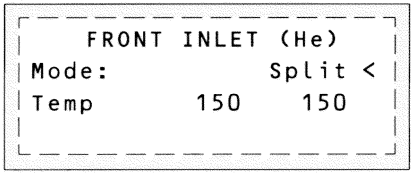
Die Parametertabellen für Einlasssysteme ohne EPC ähneln denen der EPC-Version, außer dass es keine Fluss- und Druckeinstellungen gibt.

.

Gepackte Säule mit Septumspülung



Split/Splitless-Einlass im Split-Modus



Split/Splitless-Einlass im Splitless-Modus

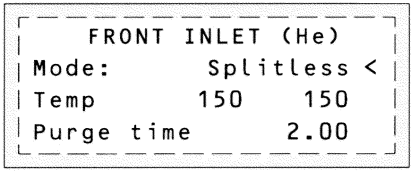


Abbildung 71 Parameterabelle für Einlasssysteme ohne EPC

Parametertabelle Column

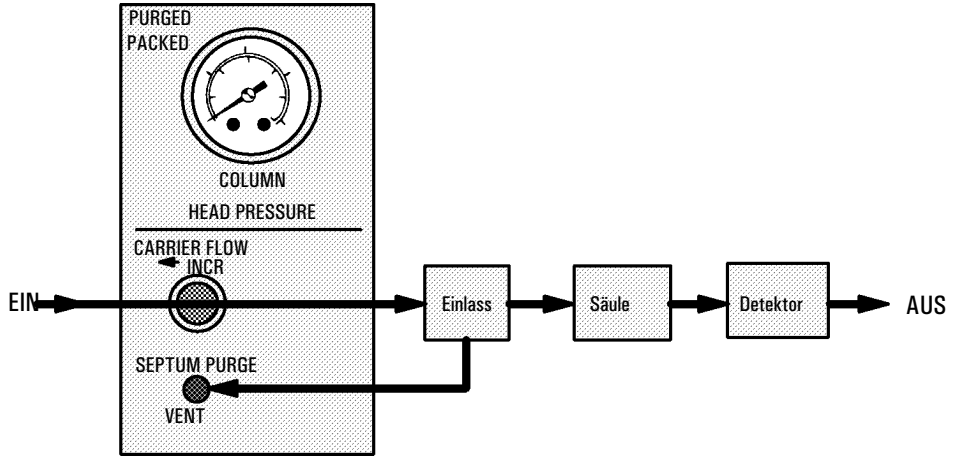
Wenn ein Split/Splitless-Einlass ohne EPC mit einer definierten Säule verwendet wird, bietet die Parametertabelle Column eine Rechenfunktion an. Obwohl Sie die Gasflüsse nicht über das Bedienfeld regulieren können, können Sie hiermit die Gasflüsse ermitteln, die Sie manuell einstellen müssen.

```
Column 1 (He)
Dim    30.0 m   320 u
Pressure          0.0
Calc flow         0.0
Calc velocity       0
```

Geben Sie einen Druck ein. Der Fluss und die mittlere lineare Geschwindigkeit werden berechnet und angezeigt.

Anleitung: Einstellen des Trägergasflusses für den Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen

Die Gasführung im Gerät ist:



1. Suchen Sie den Regler, der mit CARRIER FLOW beschrieben ist. Drehen Sie ihn so weit wie möglich *im Uhrzeigersinn*. Überdrehen Sie den Regler nicht; beim Schließen gibt es einen „sanften“ Anschlag.
2. Öffnen Sie das Absperrventil an der Trägergasflasche und stellen Sie am zweistufigen Druckminderer den Sekundärdruck auf 410 kPa (60 psi) ein. Wenn die Trägergasleitung über einen separaten Druckregler verfügt, stellen

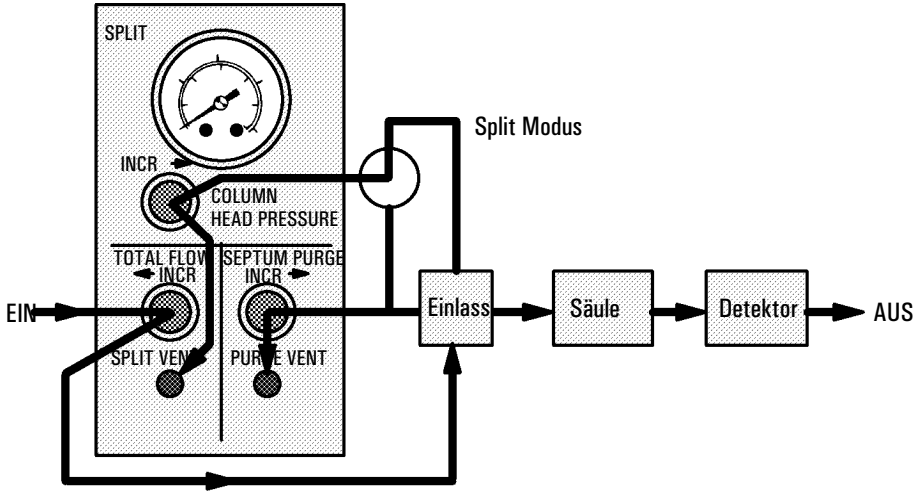
Sie den Bombendruck auf 550 kPa (80 psi) und den separaten Druckregler vor dem GC auf 410 kPa (60 psi) ein.

3. Verbinden Sie einen Strömungsmesser mit dem Detektorausgang. Zu diesem Zeitpunkt sollte noch kein Gasfluss feststellbar sein. Falls doch, schalten Sie den Detektorgasfluss über das Bedienfeld des GC aus.
4. Drehen Sie den Regler CARRIER FLOW in die Richtung ◄INCR, um den Trägergasfluss einzuschalten. Stellen Sie den gewünschten Durchfluss ein und messen Sie diesen. Erhöhen Sie bei Bedarf den Leitungsdruck.

Die Septumspülung wird automatisch eingestellt.

Anleitung: Einstellen der Flüsse für den Einlass im Split-Modus

Die Gasführung im Gerät ist:



1. .Suchen Sie den Regler TOTAL FLOW. Drehen Sie ihn so weit wie möglich *im Uhrzeigersinn*. Überdrehen Sie den Regler nicht; beim Schließen gibt es einen „sanften“ Anschlag.
2. Suchen Sie den Regler mit der Bezeichnung SEPTUM PURGE. Drehen Sie ihn *entgegen den Uhrzeigersinn*, um den Fluss abzuschalten. Es gibt keine Endstellung; wenn sich der Regler frei drehen lässt (ohne dass man einen Widerstand spürt), ist er ausgeschaltet.

3. Öffnen Sie das Absperrventil an der Trägergasflasche und stellen Sie am zweistufigen Druckminderer den Sekundärdruck auf 410 kPa (60 psi) ein. Wenn die Trägergasleitung über einen separaten Druckregler verfügt, stellen Sie den Bombendruck auf 550 kPa (80 psi) und den separaten Druckregler vor dem GC auf 410 kPa (60 psi) ein. Bei Verwendung von Small-Bore-Kapillarsäulen müssen Sie eventuell einen höheren Druck wählen.

4. Verbinden Sie einen Strömungsmesser mit dem Detektorausgang. Zu diesem Zeitpunkt sollte noch kein Gasfluss feststellbar sein. Falls doch, schalten Sie den Detektorgasfluss über das Bedienfeld aus.

5. Drehen Sie den Regler TOTAL FLOW in Richtung ◄INCR, um den Trägergasfluss einzuschalten.

6. Drehen Sie den Regler COLUMN HEAD PRESSURE in Richtung INCR► . Stellen Sie den gewünschten Säulendurchfluss ein. Ist dies nicht möglich, erhöhen Sie den Gesamtfluss (TOTAL FLOW), bis der Säulendruck eingestellt ist. Benutzen Sie den Regler TOTAL FLOW für die Grobeinstellung und den Regler COLUMN HEAD PRESSURE für die Feineinstellung.

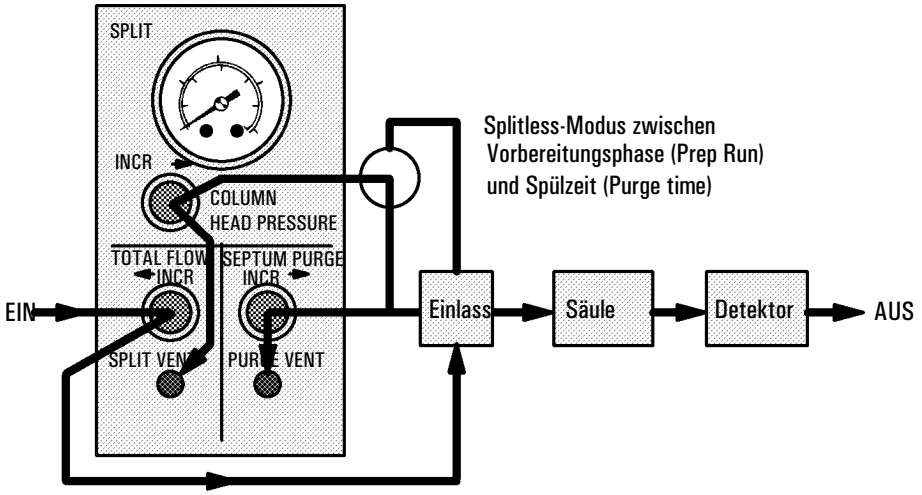
7. Verbinden Sie den Strömungsmesser mit dem Splitauslass (SPLIT VENT). Messen und stellen Sie den Gesamtfluss ein (TOTAL FLOW), um den gewünschten Splitfluss einzustellen. Erhöhen Sie bei Bedarf den Leitungsdruck.

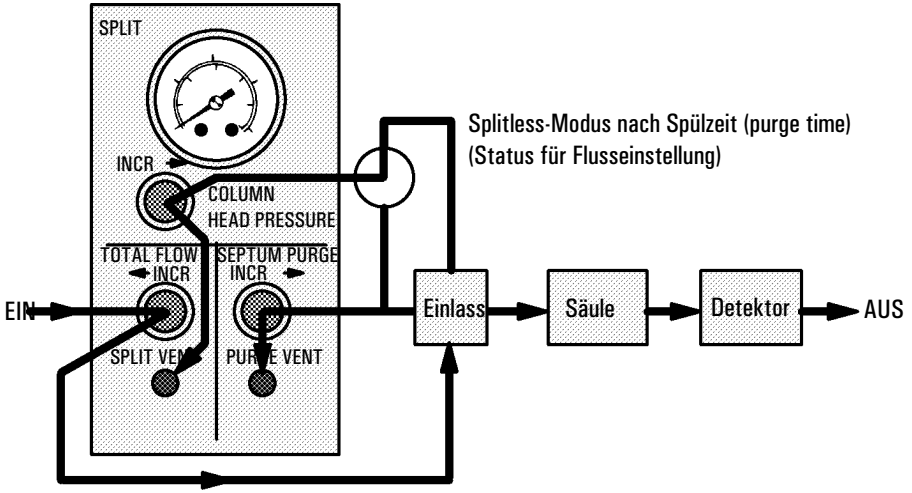
8. Verbinden Sie den Strömungsmesser mit dem Septumspülauslass (SEPTUM PURGE VENT). Drehen Sie den Regler SEPTUM PURGE in Richtung INCR►, bis der gewünschte Septumspülfluss eingestellt ist.

9. Wiederholen Sie die Schritte 6, 7 und 8, bis alle Gasflüsse korrekt eingestellt sind.

Anleitung: Einstellen des Trägergas- und Septumspülflusses für den Einlass im Splitless-Modus

Die Gasführungen im Gerät sind:





1. Suchen Sie den Regler TOTAL FLOW. Drehen Sie ihn so weit wie möglich *im Uhrzeigersinn*. Überdrehen Sie den Regler nicht; beim Schließen gibt es einen „sanften“ Anschlag.

2. Suchen Sie den Regler SEPTUM PURGE. Drehen Sie ihn *entgegen dem Uhrzeigersinn*, um den Fluss auszuschalten. Es gibt keine Endstellung; wenn sich der Regler frei drehen lässt (ohne dass man einen Widerstand spürt) ist er ausgeschaltet.
3. Öffnen Sie das Absperrventil an der Trägergasflasche und stellen Sie am zweistufigen Druckminderer den Sekundärdruck auf 410 kPa (60 psi) ein. Wenn die Trägergasleitung über einen separaten Druckregler verfügt, stellen Sie den Bombendruck auf 550 kPa (80 psi) und den separaten Druckregler vor dem GC auf 410 kPa (60 psi) ein. Bei Verwendung von Small-Bore-Kapillarsäulen müssen Sie eventuell einen höheren Druck wählen.
4. Verbinden Sie einen Strömungsmesser mit dem Detektorausgang. Zu diesem Zeitpunkt sollte noch kein Gasfluss feststellbar sein. Falls doch, schalten Sie den Detektorgasfluss über das Bedienfeld aus.
5. Drehen Sie den Regler TOTAL FLOW in Richtung ◄INCR, um den Trägergasfluss einzuschalten.
6. Drehen Sie den Regler COLUMN HEAD PRESSURE in Richtung INCR►. Stellen Sie den gewünschten Säulendurchfluss ein. Ist dies nicht möglich, erhöhen Sie den Gesamtfluss (TOTAL FLOW), bis der Säulendruck eingestellt ist. Benutzen Sie den Regler TOTAL FLOW für die Grobeinstellung und den Regler COLUMN HEAD PRESSURE für die Feineinstellung.
7. Verbinden Sie den Strömungsmesser mit dem Split/Splitless-Ausgang (SPLIT/SPLITLESS INLET VENT).Messen und stellen Sie den Gesamtfluss ein (TOTAL FLOW), um den gewünschten Splitfluss zu erreichen. Erhöhen Sie bei Bedarf den Leitungsdruck.
8. Verbinden Sie den Strömungsmesser mit dem Septumspülauslass (SEPTUM PURGE VENT). Drehen Sie den Regler SEPTUM PURGE in Richtung INCR►, bis der gewünschte Septumspülfluss eingestellt ist.
9. Wiederholen Sie die Schritte 6, 7 und 8, bis alle Gasflüsse korrekt eingestellt sind.

20 Das Pneumatik-Steuer (Control)-Modul

Einsatz eines Pneumatik-Control-Moduls

Betrieb mit PCM

Mit einem Inlet

Mit einem Ventil oder einem anderen Gerät

Parametertabellen

Gepackte oder nicht definierte Säulen

Spezifizierte Kapillarsäulen

Vorgehen: Einsatz von gepackten Säulen und nicht definierten Kapillarsäulen

Vorgehen: Einsatz von definierten Kapillarsäulen

Wartung eines PCM

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung

Das Pneumatik-Steuer (Control)-Modul

Einsatz eines Pneumatik-Control-Moduls

Das Pneumatik-Control-Modul (PCM) stellt eine Steuerung für einen Fluss- oder Druck-Kanal zur Verfügung und ersetzt so für diesen Kanal das Standard Electronic Flow Control Module (ECM). Es muss nicht mit irgendeinem bestimmten Einlasstyp verbunden werden.

Das PCM kann Gasflüsse und -drücke für eine Reihe von Anwendungen steuern, einschließlich:

- Nicht-Agilent Standardeinlässe.
- Irgendwelche Ventil-Anwendungen, bei denen kein Einlass erforderlich ist. Zum Beispiel kann das PCM eine Säule mit einem Gasfluss oder -druck versorgen, die an ein Gasproben-Einlassventil (Gas Sampling Valve) angeschlossen ist. Andere Anwendungen für einen Einsatz mit einem Ventil könnten die Versorgung mit Hilfsgasen einschließen, besonders wenn gepackte Säulen eingesetzt werden.
- Einrichtungen für die Probenvorbereitung (Sample Preparation Devices). Der Agilent Headspace-Probengeber und das Agilent Purge and Trap-System benötigen oft eine Konstantquelle für das Spülgas.
- Katalysator-Einheiten oder andere Konversions-Vorrichtungen wie etwa Nickel-Katalysatroren. Diese Vorrichtungen benötigen oft eine gesteuerte Quelle für das Makeup- oder Reaktionsgas.

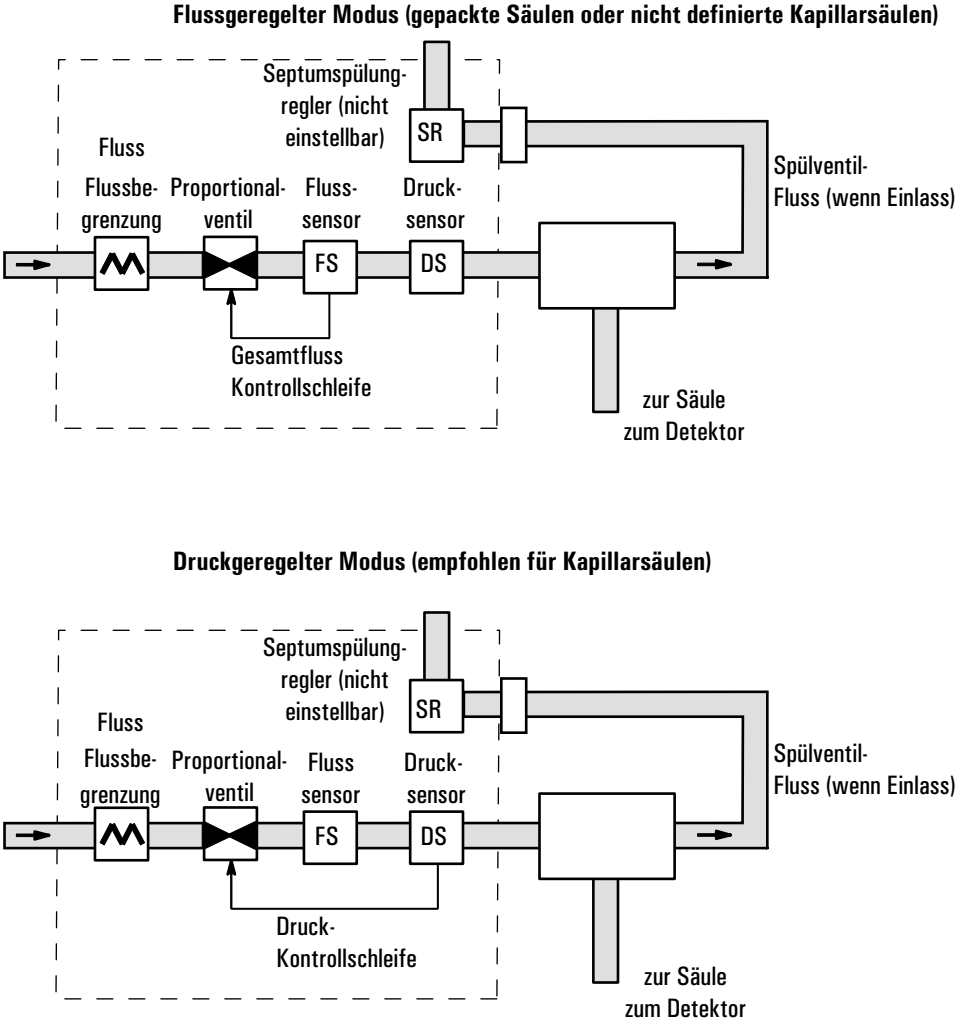


Abbildung 72 Das Pneumatik-Steuer (Control)-Modul

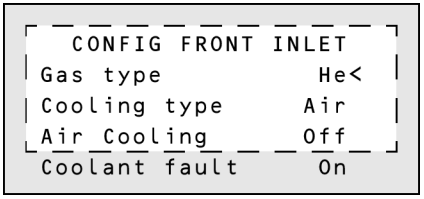
Betrieb mit PCM

Mit einem Inlet

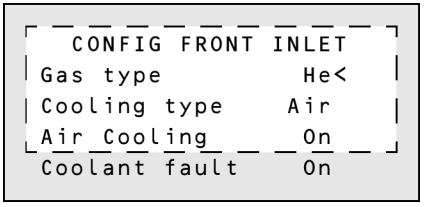
Einige Einlasssysteme setzen komprimierte Kühlluft ein, um die thermische Zykluszeit zu verringern. Die komprimierte Kühlluft muss vor dem Einsatz konfiguriert werden.

Zum Konfigurieren komprimierter Kühlluft:

1. Geben Sie die [Config]-Taste ein, gefolgt von der [Front Inlet]-Taste. Dann sollte der Bildschirm, wie unten abgebildet, aussehen.



2. Gehen Sie bis zur Zeile Air Cooling und drücken Sie auf die [ON]-Taste. Dann sollte der Bildschirm ähnlich aussehen, wie unten abgebildet.



   Wenn Air Cooling auf On gestellt ist, dann steht der Anschluss für das hintere Ventil unter Spannung, sodass der Schalter für die komprimierte Luft betätigt werden kann.

3. Der Einlass ist jetzt zur Luftkühlung konfiguriert und damit zum Einsatz bereit.

Mit einem Ventil oder einem anderen Gerät

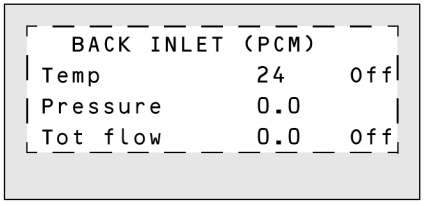
Wenn das PCM mit einem Ventil eingesetzt wird, dann ist es oft in Serie mit dem Ventil (oder dem Gerät) und der Säule angeschlossen und liefert so einen regulierten Gasfluss zuerst durch das Ventil (oder das Gerät) und dann in die Säule.

Parametertabellen

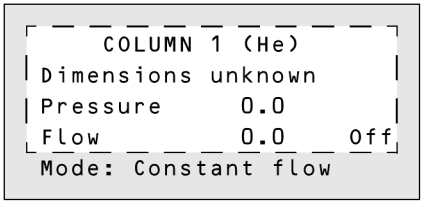
Das PCM kann entweder den Gasfluss in einen Einlass, in ein Ventil, in ein Gerät steuern oder den Druck, der an der daran angeschlossenen Säule anliegt. Die jeweilige Säulenkonfiguration bestimmt, ob das PCM eine Druck- oder Durchfluss-Konstanthaltung bewirkt. Bei Kapillarsäulen und definierten Säulen ist der Einlass druckkontrolliert. Bei nicht definierten Säulen (gepackte Säulen und nicht definierte Kapillarsäulen) ist der Einlass flussgeregelt.

Im Kapitel „Fluss- und Drucksteuerung“ finden Sie weitere Details über das Vorgehen beim Konfigurieren der Säulen, dem Einstellen der Drücke usw.

Gepackte oder nicht definierte Säulen



Einlass



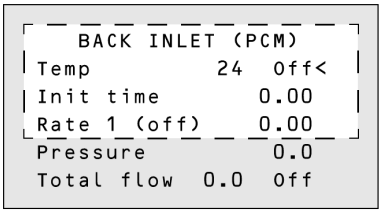
Säule

Temp – Der Stellwert und die aktuellen Temperaturwerte werden angezeigt, wenn ein beheizbares Inlet/Device installiert ist.

Pressure – Aktueller Einlassdruck in psi, Bar oder kPa. Sie können hier keinen Sollwert eingeben.

Tot flow – Geben Sie hier den Sollwert ein, der aktuelle Wert wird angezeigt.

Spezifizierte Kapillarsäulen



Definierte Säule

Temp – Der Stellwert und die aktuellen Temperaturwerte werden angezeigt, wenn ein beheizbares Inlet/Device installiert ist.

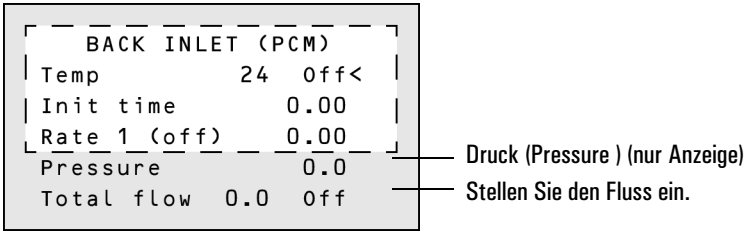
Pressure – Der Einlass ist druckgeregelt. Geben Sie den Sollwert hier ein (in psi, Bar oder kPa). Der aktuelle Wert wird angezeigt.

Tot flow – Der aktuelle Gesamtfluss zum Einlass. Dies ist kein Einstellwert, sondern ein Messwert.

Vorgehen: Einsatz von gepackten Säulen und nicht definierten Kapillarsäulen

Wenn die Säule nicht definiert ist, dann können nur die flussgeregelten Modi benutzt werden.

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
2. Wenn ein Inlet installiert ist, dann drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und geben eine Temperatur ein.



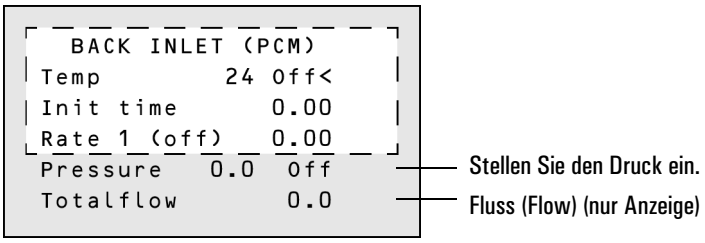
Nicht definierte Säule

3. Injizieren Sie die Probe (oder schalten Sie das Ventil).

Vorgehen: Einsatz von definierten Kapillarsäulen

Das im Folgenden beschriebene Vorgehen setzt voraus, dass vorher der Fluss oder der Druck eingestellt worden ist.

1. Stellen Sie sicher, dass die Säule, das Trägergas und das Fluss- oder Druckprogramm (falls verwendet) ordnungsgemäß konfiguriert sind (siehe „Fluss- und Drucksteuerung“).
2. Wenn ein Inlet installiert ist, dann drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet] und geben eine Temperatur ein.



Definierte Säule

3. Injizieren Sie die Probe (oder schalten Sie das Ventil).

Wartung eines PCM

Anleitung: Lecktest in der Gasversorgung

Lecks in der Gasversorgung können die chromatographischen Ergebnisse erheblich beeinflussen.

Flüssige Lecksuchmittel sind insbesondere in den Bereichen, wo es auf äußerste Sauberkeit ankommt, nicht empfehlenswert.

Sollten Sie dennoch ein Lecksuchspray verwenden, so spülen Sie es sofort wieder ab, um den Seifenfilm zu entfernen.

WARNUNG Ziehen Sie das Netzkabel vom GC ab, um einen möglichen Stromschlag bei der Verwendung eines Lecksuchsprays zu verhindern. Achten Sie darauf, die Seifenlösung nicht auf elektrische Bauelemente, insbesondere auf die Detektorheizung, zu bringen.

Benötigte Materialien:

- Elektronischer Leckdetektor (empfohlen) oder eine Lecksuchflüssigkeit. Wenn Sie ein flüssiges Lecksuchmittel verwenden, beseitigen Sie es nach dem Test wieder.
- Zwei 7/16“-Schraubenschlüssel

1. Prüfen Sie jede Verschraubung mit dem Leckdetektor. Überprüfen Sie alle Anschlüsse, die zum PCM gehen oder davon herkommen.
2. Ziehen Sie undichte Verbindungen an. Überprüfen Sie diese. Fahren Sie fort, die Verbindungen zu überprüfen, bis alle Verschraubungen leckfrei sind.

Wenn das PCM (und nicht seine Anschlüsse) ein Leck hat, dann wenden Sie sich an den Agilent Service.

21 Der Einsatz von Detektoren

Die Verwendung von Wasserstoff
Vorgehensweise: Erstellen der Tabelle für die Detektorsteuerung

Makeup-Gasfluss
Makeup-Gas
Vorgehensweise: Definieren des Makeup-Gases
Vorgehensweise: Wechsel der Makeup-Gas-Modi

Maximale Flussraten
[Det Control] Abgekürztes Verfahren

Der Einsatz von Detektoren

Für den Gaschromatographen (GC) der Serie 6890 stehen verschiedene Detektoren zur Verfügung. Das Angebot wird in Zukunft noch erweitert. Die aktuellsten Informationen erfahren Sie durch Ihren Agilent Verkaufsrepräsentanten.

Name	Empfindlichkeit	Selektiv auf:	Bemerkungen
Wärmeleitfähigkeit WLD	mittel	Alles, was vom Trägergas unterschiedliche Leitfähigkeit besitzt	Der „Universaldetektor" für Alles
Flammenionisation FID	groß	Nahezu alle organischen Verbindungen	Der „Universaldetektor" für organische Verbindungen
Mikro-Elektronen-einfangdetektor, μ-ECD	sehr hoch	Begrenzter Substanzbereich, hauptsächlich Halogenkohlenstoffverbindungen	Pestizid- und Herbizidanalyse im Spurenbereich
Stickstoff-Phosphor NPD	sehr hoch	Verbindungen, die Stickstoff oder Phosphor enthalten	Umwelt- und Arzneimittelanalyse
Flammenphotometrie FPD	groß	Verbindungen, die Schwefel oder Phosphor enthalten	Umweltanalysen und Analysen in der Biowissenschaft

Die Verwendung von Wasserstoff

WARNUNG Beachten Sie bei der Verwendung von Wasserstoff (H_2) als Trägergas oder Flammengas, dass Wasserstoff (H_2) in den Ofen fließen kann, sodass sich dort ein explosives Wasserstoff/Luft-Gemisch bilden kann. Vergewissern Sie sich deshalb, dass die Gasversorgung abgeschaltet ist, bis sämtliche Verschraubungen angebracht sind, und achten Sie darauf, dass die Verschraubungen am Einlass und am Detektor angebracht oder mit einem Stopfen verschlossen sind, wenn die Wasserstoffversorgung geöffnet wird.

WARNUNG Wasserstoff (H_2) ist leicht entzündlich. Lecks, durch die das Gas in einen umschlossenen Raum strömt, bergen die Gefahr der Entzündung oder Explosion. Bei allen Applikationen, bei denen Wasserstoff (H_2) verwendet wird, sind alle Anschlüsse, Gasleitungen und Ventile auf Leckagen zu überprüfen, bevor das Gerät in Betrieb genommen wird. Schalten Sie stets die Wasserstoffversorgung ab, bevor Sie am Gerät Wartungsarbeiten durchführen.

Vorgehensweise: Erstellen der Tabelle für die Detektorsteuerung

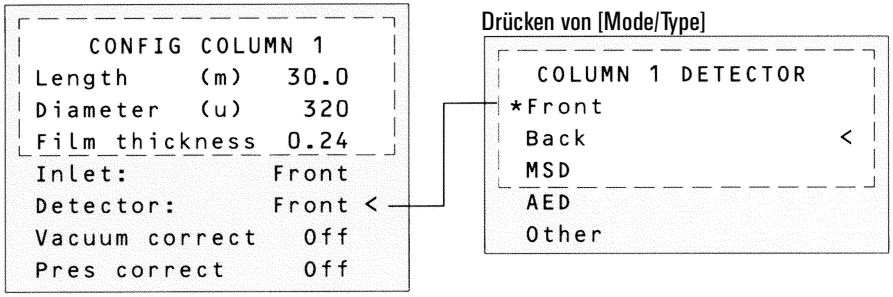
Um mit Ihrem Detektor arbeiten zu können, müssen Sie mit diesem Tabellensatz für die Detektorsteuerung vertraut sein. Zum Einstellen aller Detektortypen müssen Sie die drei folgenden Schritte durchführen.

1. Überprüfen Sie Ihre Säulenkonfiguration. (Dies wird normalerweise schon beim Einstellen des Einlasses überprüft, sollte jedoch trotzdem noch einmal sichergestellt werden.)

   - Das Gerät muss die Information erhalten, ob Ihre Säule am vorderen oder hinteren Detektor angesschlossen ist. Besitzen Sie nur einen Detektor, sollte auch nur eine Säule konfiguriert werden – es sei denn, es sind tatsächlich zwei Säulen an diesem Detektor angeschlossen.
   - Wenn Sie eine Kapillarsäule verwenden, müssen Sie Säulenlänge und -durchmesser eingeben, um die Auswahl der Makeupgas-Flussmodi verfügbar zu haben. Dies wird mit *column defined (Säule definiert)* bezeichnet. Geben Sie die Werte nicht ein, wird dies mit *column not defined (Säule nicht definiert)* bezeichnet. Die Auswahl der Steuerung ist dann begrenzt.

.

1. Drücken Sie auf [Config][Col 1] oder [Config] [Col 2]:



2. Gehen Sie zu Detector: Drücken Sie auf [Front] oder [Back] oder drücken Sie auf [Mode/Type] und wählen Sie Front oder Back.
3. Geben Sie, falls nötig, die Säulendimensionen ein.

2. Überprüfen Sie Ihre Detektorkonfiguration (Art des Makeup-Gases).

   Der Hauptgrund hierfür ist die Überprüfung, dass das eingetragene Makeup-Gas (oder Makeup- und Anodengas beim ECD, Referenz- und Makeup-Gas beim WLD) mit dem tatsächlich am Detektor angeschlossenen übereinstimmt.

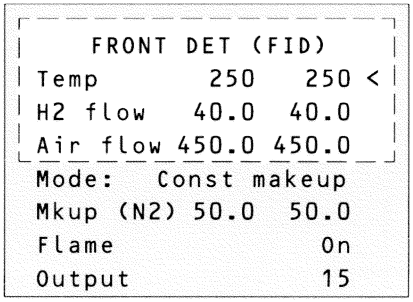
   Dies ist wichtig, denn:

   - wenn bei einem EPC Detektor die angeschlossene Gasart nicht mit der eingestellten übereinstimmt, ist die berechnete Flussrate nicht korrekt. Die Stabilität der Flussrate wird damit negativ beeinflusst;
   - die Elektronik für manche Detektoren ändert sich abhängig von der Konfiguration der Gasart. Der Detektor arbeitet nicht einwandfrei, wenn die angeschlossene Gasart nicht mit der konfigurierten übereinstimmt;
   - wenn Sie nach GLP (Good laboratory practice) arbeiten, schreiben Sie das verwendete Gas in die Unterlagen.

   Die meisten Detektoren haben noch weitere konfigurierbare Punkte. Diese werden später in diesem Abschnitt beschrieben.

3. Stellen Sie die Tabelle für die Detektorsteuerung auf. Nachfolgend finden Sie für den FID eine kurze Beschreibung aller Punkte in einer Zeile. Sie sehen die Flusseinstellungen (rechte Zahl) und die aktuellen Werte (linke Zahl).

Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det]
(Säule nicht definiert).



FRONT DET (FID) – Die Detektorposition sowie der installierte Detektor werden angezeigt.

Temp – Hier wird die Temperatur eingestellt – rechts befindet sich der Steuerungs-Sollwert und links der aktuelle Wert.

H2 flow, Air flow – Dies sind die Detektorgase für den FID.

Mkup (N2) – Hier stellen Sie die Makeup-Gasflüsse ein. Die Gasart wird in Klammern angezeigt. Die Zeilen auf der Anzeige variieren abhängig von Ihrem Gerät und Ihrer Konfigurierung.

Flame – Dies ist die Ein/Aus-Steuerung für den FID – auch als Detector Control line bezeichnet. Jeder Detektor hat seine eigene Art An-/Aus-Steuerung.

Output – Dies ist der aktuelle Ausgabewert des Detektors. Sie können hier keinen Sollwert eingeben.

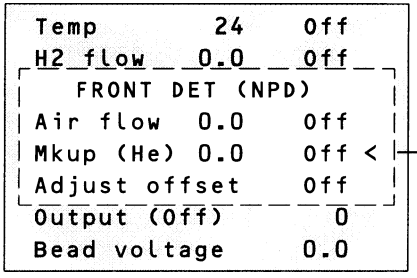
Makeup-Gasfluss

Das Makeup-Gas tritt nahe am Säulenende in den Detektor ein. Sein Zweck ist die Beschleunigung der Komponenten durch den Detektor – speziell bei Kapillarsäulen –, damit die von der Säule erreichte Auftrennung nicht durch eine Wiedervermischung im Detektor verloren geht.

Makeup-Gas

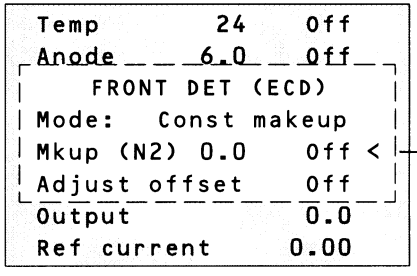
Die Zeile für das Makeup-Gas Ihrer Detektorsteuerungstabelle ändert sich abhängig von Ihrer Gerätekonfiguration.

Der Makeup-Fluss ist konstant, wenn Sie einen Einlass mit *Säule nicht definiert* konfiguriert haben. Die Steuerungstabelle für den EPC-Detektor sieht folgendermaßen aus:

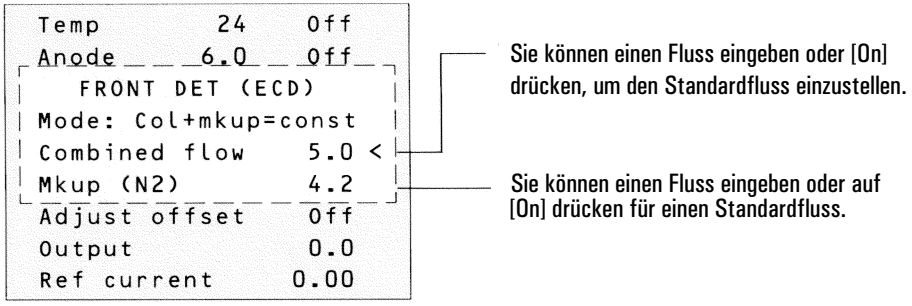


Sie haben die Auswahl zwischen zwei Makeup-Gas-Modi, wenn Sie mit *Säule definiert* arbeiten.

Der Modus Const makeup stellt einen konstanten Makeup-Gasfluss zum Detektor sicher. Bei Auswahl dieses Modus sieht Ihre Steuerungstabelle so aus:

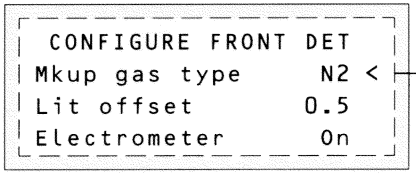


Der Modus Col+mkup=const ermöglicht einen variablen Makeup-Gasfluss zum Detektor. Der Makeup-Fluss verändert sich abhängig von den Änderungen des Säulenflusses, sodass der Gesamtfluss zum Detektor konstant bleibt. Geben Sie einen Wert bei Combined flow ein, wenn Sie diese Option auswählen. Die Combined flow-Zeile zeigt immer denselben Wert an, während sich die Mkup-Zeile der Steuertabelle ändert, wenn sich der Fluss des Makeup-Gases ändert.

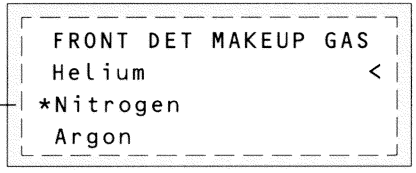


Vorgehensweise: Definieren des Makeup-Gases

1. [Config] [Front Det] oder [Config] [Back Det] drücken:



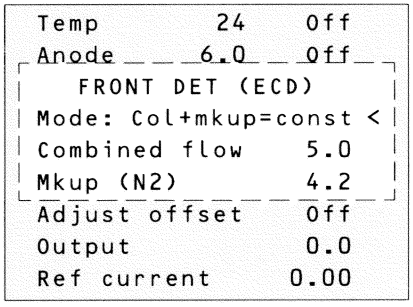
2. Gehen Sie zu Mkup gas type und drücken Sie auf [Mode/Type].



3. Gehen Sie zum richtigen Gas und drücken Sie auf [Enter].

Vorgehensweise: Wechsel der Makeup-Gas-Modi

1. Gehen Sie zu Mode:



2. Drücken Sie [Mode/Type].

3. Wählen Sie den Flussmodus und drücken Sie auf [Enter].

Maximale Flussraten

Folgende maximale Flussraten können mit Detektoren eingestellt werden:

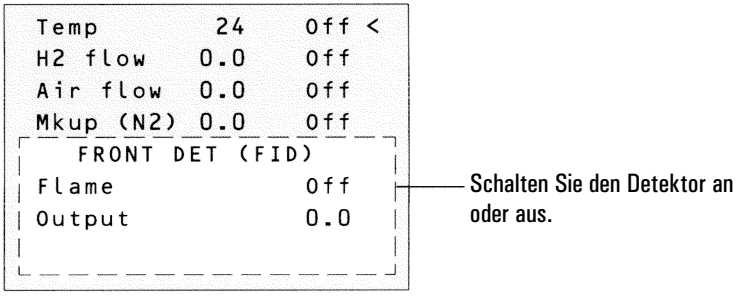
Detektor und Gas	Maximale Flussrate, mL/Min
Flammenionisation	
Wasserstoff	100
Luft	800
Makeup-Gas (Stickstoff, Helium, Argon)	100
Wärmeleitfähigkeit	
Stickstoff	Referenz 100; Makeup 10
Helium	Referenz 100; Makeup 12
Wasserstoff	Referenz 100; Makeup 18
Argon	Referenz 100; Makeup 10
Mikro-Elektroneneinfangdetektor	
Stickstoff	Anodenspülung 12; Makeup 200
Argon/Methan	Anodenspülung 12; Makeup 200
Stickstoff-Phosphor	
Wasserstoff	30
Luft	200
Makeup-Gas (Stickstoff, Helium, Argon)	100
Flammenphotometrie	
Wasserstoff	250
Luft	200
Makeup-Gas (Stickstoff, Helium, Argon)	130

[Det Control] Abgekürztes Verfahren

Um die Tabelle für die Detektorsteuerung zu öffnen, können Sie auf [Front Det], [Det Control] oder [Back Det] [Det Control] drücken. Haben Sie nur einen Detektor, öffnet die Betätigung von [Det Control] diese Tabelle.

Wenn Sie [Det Control] verwenden, dann wird Ihre Tabelle geöffnet für die On/Off-Steuerung Ihres Detektors – FID und FPD, der Flamme, der TCD Filament, NPD und des Adjust Offset.

Drücken von [Det Control]



22 Der Flammenionisations-Detektor

Allgemeine Information

FID-Pneumatik

Besondere Hinweise

Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert

Detektorabschaltung

Düsen

Automatische Neuzündung (Reignition) – Lit-Verschiebung (Offset)

Vorgehensweise: Verändern des Sollwertes für automatisches Wiederanzünden der Flamme

Elektrometer

Datenraten

Vorgehensweise: Verwendung schneller Peaks

Arbeiten mit dem FID

Säulen und Filter

Gasdrücke

Arbeiten mit EPC

Vorgehensweise: Verwendung des FID

Testbedingungen und Referenzchromatogramm

FID-Testbedingungen

Typisches FID-Referenzchromatogramm

Wartung eines Flammenionisationsdetektors

Beheben von FID-Geräteproblemen

Austausch oder Reinigung der Düse

Vorgehensweise: Ausbau und Begutachtung der Düse

Vorgehensweise: Reinigung der Düse

Vorgehensweise: Installation der Düse

Reinigung des Kollektors

Vorgehensweise: Ausbau des Kollektors

Vorgehensweise: Reinigung des Kollektors

Vorgehensweise: Wiederzusammenbau des Detektors

Vorgehensweise: Ersetzen des FID-Zünddrahtes (Ignition Wire)

Das Nickel-Katalysator-Rohr (Nickel Catalyst Tube)

Gasflüsse

Temperatur

Den Katalysator neu packen

Der Flammenionisations-Detektor

Allgemeine Informationen

Beim Flammenionisations-Detektor wird die Probe zusammen mit dem Trägergas am Ende der Chromatographiesäule in eine Wasserstoff-Sauerstoff-Flamme geleitet. Die Flamme selber bildet nur wenige Ionen. Wird allerdings eine organische Verbindung in der Flamme verbrannt, bilden sich mehr Ionen. Eine Polarisierungsspannung zieht die Ionen zu einem Kollektor hin, der über der Flamme positioniert ist. Der erzeugte Strom ist der verbrannten Probenmenge proportional. Der Strom wird durch ein Elektrometer erfasst, in digitale Signale umgewandelt und an ein Ausgabegerät geleitet.

FID-Pneumatik

Abbildung 73 veranschaulicht die Pneumatik-Anordnung für den FID.

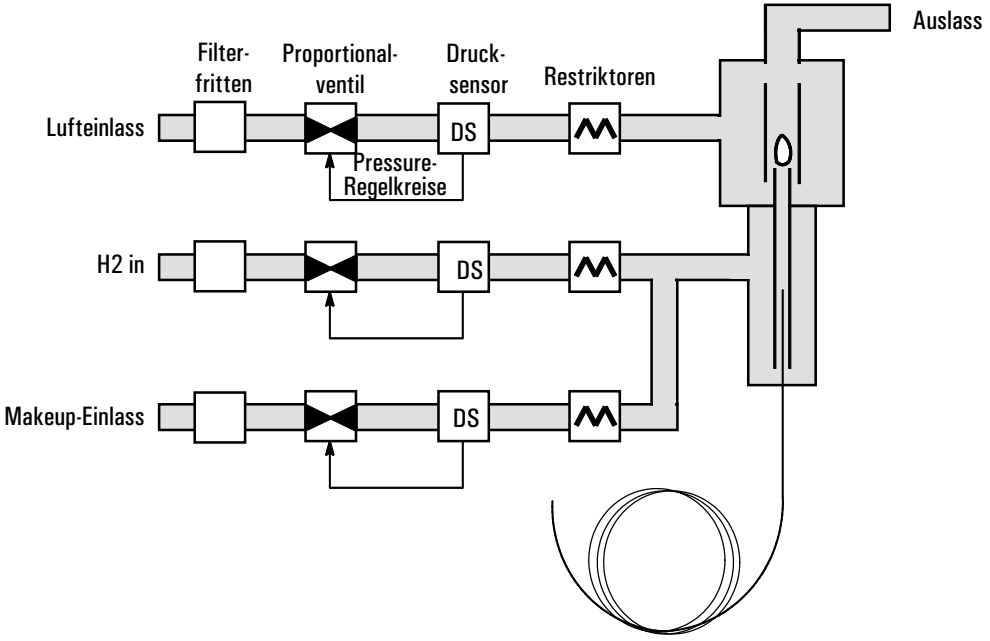


Abbildung 73 Schema-Zeichnung eines Flammenionisations-Detektors

Besondere Hinweise

Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert:

- Die Temperatur ist auf unter 150°C eingestellt.
- Der Gasfluss (Luft und Wasserstoff) ist AUS (Off)oder auf 0,0 eingestellt.
- Die Zündung der Flamme war nicht erfolgreich.

Detektorabschaltung

Wenn ein kritisches Brenngas durch einen Fehler der Pneumatik oder durch Zündfehler abgeschaltet wird, schaltet sich der Detektor aus. Bei diesem Vorgang werden alle Funktionen außer der Detektortemperatur und dem Makeup-Gasfluss abgeschaltet.

Düsen

Zwei FID-Arten sind verfügbar. Der *kapillar-optimierte* FID wird ausschließlich mit Kapillarsäulen verwendet, während der *adaptierbare* FID zu gepackten Säulen passt, aber auch an Kapillarsäulen angepasst werden kann.

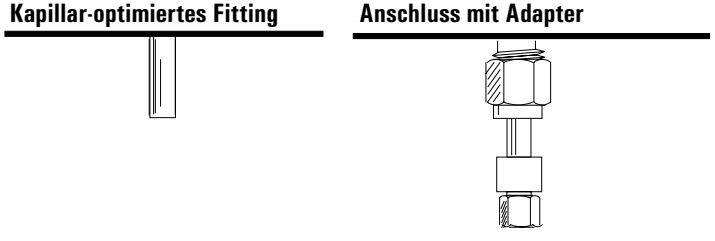


Tabelle 59 Düsen für den kapillar-optimierten FID

Düsenart	Bestell-Nr.	ID der Düsenspitze
Kapillar-	G1531-80560	0,29 mm (0,011")
Hochtemperaturdüse *(verwendet bei simulierter Destillation)*	G1531-80620	0,47 mm (0,018")

Tabelle 60 Düsen für den adpatierbaren (Adaptable) FID

Düsenart	Bestell-Nr.	ID der Düsenspitze
Kapillar-	19244-80560	0,29 mm (0,011")
Gepacktsäulendüse	18710-20119	0,47 mm (0,018")
Gepacktsäulendüse mit weiter Bohrung *(für Applikationen mit starkem Säulenbluten)*	18789-80070	0,030"
Hochtemperaturdüse *(verwendet bei simulierter Destillation)*	19244-80620	0,47 mm (0,018")

Ihr Detektor wird mit einer Kapillarsäulendüse ausgeliefert. Wenn Sie simulierte Destillationen oder Hochtemperaturanalysen durchführen möchten, müssen Sie die Düse austauschen. Eine Umbauanleitung finden Sie unter „Austausch oder Reinigung der Düse“.

Automatische Neuzündung (Reignition) – Lit-Verschiebung (Offset)

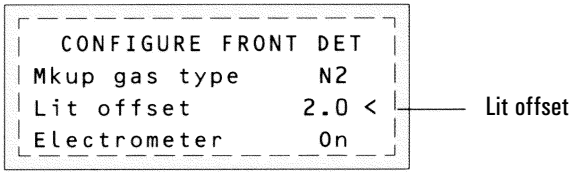
Lit offset ist die erwartete Differenz zwischen dem FID-Ausgangssignal bei gezündeter Flamme und dem ohne Flamme. Liegt der Wert des Ausgangssignals unterhalb dieses Wertes, werden zwei Versuche unternommen, den FID wieder zu zünden. Erhöht sich dabei das Ausgangssignal nicht um mindestens diesen Wert, werden alle Funktionen des Detektors abgeschaltet, ausgenommen der Temperatur und dem Makeup-Gasfluss.

Die Standardeinstellung für Lit offset beträgt 2,0 Pikoampere. Dies ist ein guter Wert für alle (allerdings reinen) Gase und Systeme. Es kann notwendig sein, diesen Sollwert zu ändern, wenn:

- Ihr Detektor weiterhin versucht die Flamme zu zünden, obwohl die Flamme brennt. Hierbei wird eine Abschaltung bewirkt;
- Ihr Detektor bei erloschener Flamme nicht wieder versucht, sie zu zünden.

Vorgehensweise: Verändern des Sollwertes für automatisches Wiederanzünden der Flamme

1. Drücken Sie auf [Config][Front Det] oder [Config][Back Det].



2. Gehen Sie zu Lit offset und geben Sie einen Wert ein.
Der Standardwert ist 2,0 pA.
Geben Sie 0 ein, um die automatische Zündfunktion (Reignite Function) auszuschalten.
Der Sollwertbereich umfasst 0 bis 99,9 pA.

Elektrometer

Die Steuerungstabelle Configure Detector enthält einen An/Aus-Sollwert für das Elektrometer. Während Sie mit Ihrem FID arbeiten, brauchen Sie das Elektrometer nicht an- oder auszuschalten. Die einzige Gelegenheit, bei der Sie das Elektrometer ausschalten müssen ist, wenn Sie den Detektor reinigen.

VORSICHT Schalten Sie das Elektrometer nicht während eines Analysenlaufes aus. Dies unterbricht das Detektorausgangssignal.

Datenraten

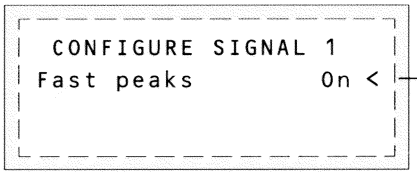
Der Analogausgang für den FID kann wahlweise auf eine von zwei Geschwindigkeiten eingestellt werden. Bei der schnellen Geschwindigkeit können minimale Peakbreiten von 0,004 Minuten erfasst werden, während die Standardgeschwindigkeit Peakbreiten von 0,01 Minute erfasst.

Vorgehensweise: Verwendung schneller Peaks

Wenn Sie die Option *fast peaks (schnelle Peaks)* verwenden, muss Ihr Integrator schnell genug sein, um die vom GC kommenden Daten zu verarbeiten. Die Bandbreite

Ihres Integrators sollte mindestens 15 Hz betragen. Damit Sie die Option *Schnelle Peaks* verwenden können:

1. Drücken Sie auf [Config][Signal 1] oder [Config][Signal 2]



2. Drücken Sie auf [On].

Der Digitalausgang (Digital Output) zur ChemStation ist mit elf verschiedenen Zyklusraten, die von 0,1 Hz bis 200 Hz reichen, ausgestattet, wodurch Peaks mit Breiten von 0,001 bis 2 Minuten bearbeitet werden können. Unter „Signalverarbeitung“ finden Sie weitere Informationen über die Verwendung der verschiedenen Raten.

Die Option *Fast peaks* ist irrelevant für die digitale Signalausgabe.

Arbeiten mit dem FID

Benutzen Sie für die Einstellung der Temperaturen und Flüsse die Informationen in Tabelle 61. Wählen Sie aus Abbildung 74 einen minimalen Druck für die Gasversorgung aus.

Tabelle 61 Empfohlene Temperaturen und Flussraten – FID

Gas	Flussbereich (mL/Min)	Empfohlener Fluss (mL/Min)
Trägergas *(Wasserstoff, Helium, Stickstoff)*		
Gepacktsäulen	10 bis 60	
Kapillarsäulen	1 bis 5	
Detektorgase		
Wasserstoff	24 bis 60*	40
Luft	200 bis 600*	450
Säule plus Kapillar-Makeup *Empfohlen: Stickstoff* *Alternativ: Helium*	10 bis 60	50
Detektortemperatur		
< 150°C, Flamme zündet nicht, schützt vor Schäden durch Kondensation		
Die Detektortemperatur sollte etwa 20°C über der höchsten Ofentemperatur des Laufes liegen, abhängig von der Art der Säule.		
Lit offset [Config][Front Det] oder [Config][Back Det]		
Wenn das Detektorsignal (bei gezündeter Flamme) minus dem Detektorsignal (bei erloschener Flamme) unter diesen Wert fällt, werden zwei Versuche unternommen, den FID wieder zu zünden. Erhöht sich dabei das Ausgangssignal nicht um mindestens diesen Wert, wird der Detektor abgeschaltet.		
2,0 pA ist die empfohlene Einstellung.		
0,0 pA deaktiviert die Option des automatischen Wiederanzündens.		

*Das Verhältnis Wasserstoff zu Luft sollte zwischen 8% und 12% liegen, damit die Flamme ezündet bleibt.

Gasdrücke

Nach Auswahl eines Flusses wird der Druck automatisch gefunden. Stellen Sie den Druck um 10 Psi (70 kPa) höher ein.

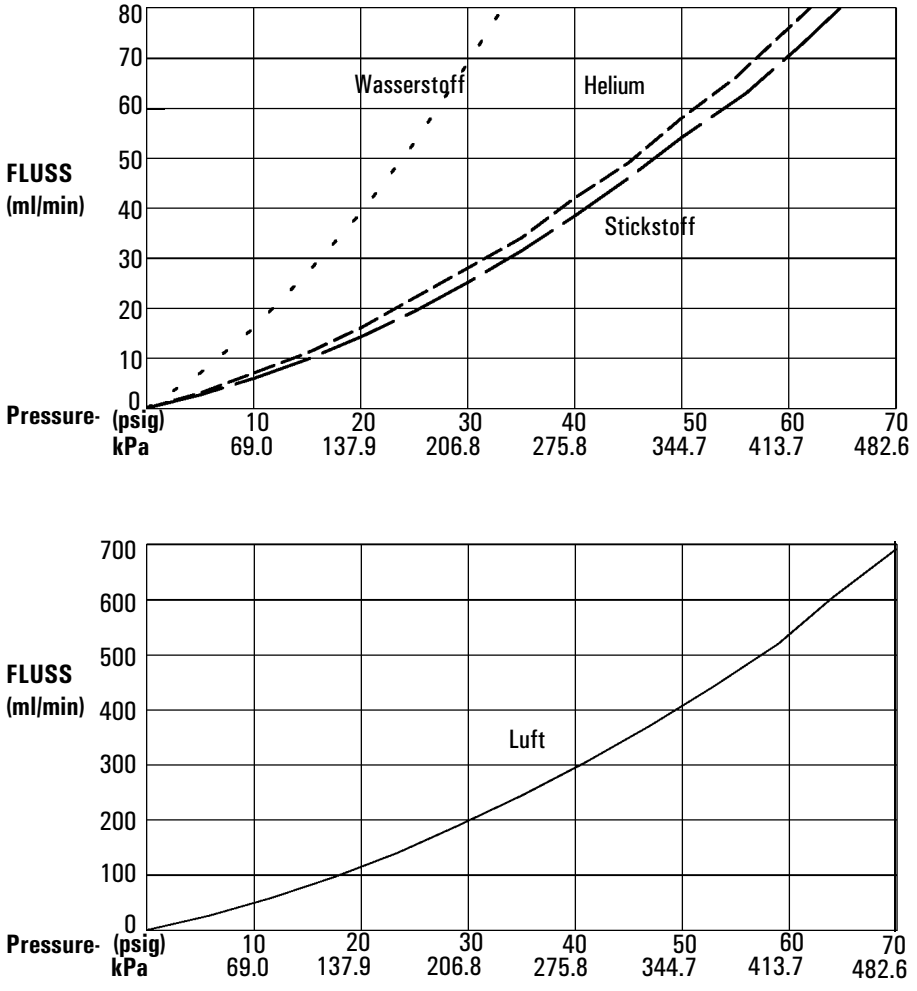
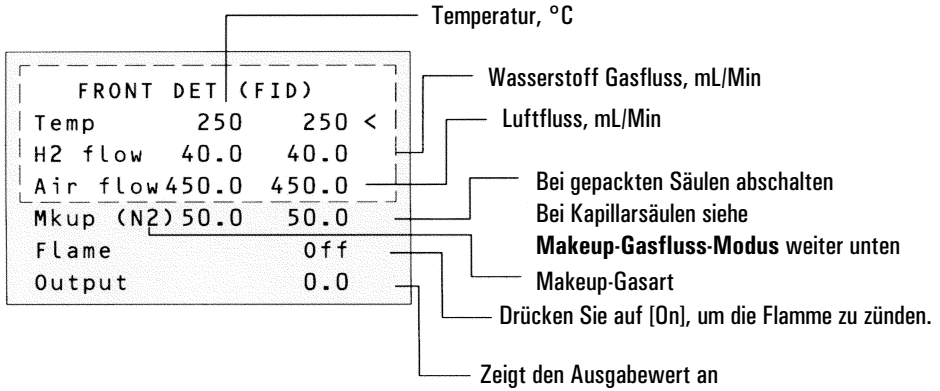


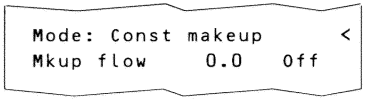
Abbildung 74 Typische Druck/Fluss-Verhältnisse für FID-Gase
(bei 25°C und 1 Atmosphäre Druck)

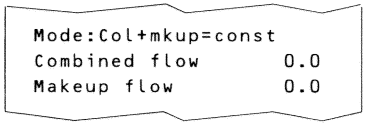
Arbeiten mit EPC

Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det].

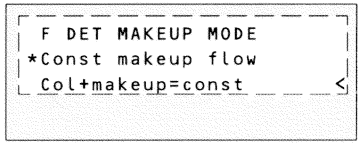


Makeup-Gasfluss-Modus:
Wenn die Säulenabmessungen angegeben sind und Sie einen EPC-Einlass besitzen, enthält die Steuerungstabelle einen der beiden Einträge:

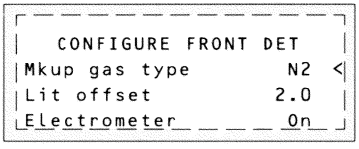




Um den **Makeup-Modus zu ändern,** blättern Sie zu Mode und drücken [Mode/Type]. Treffen Sie eine Auswahl und geben Sie die geeigneten Flusswerte ein.

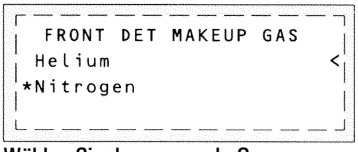


Zum Ansehen des **Makeup-Gases** oder Ändern des **Lit offset** drücken Sie [Config][Front Det] oder [Config][Back Det]:



Es ist nicht nötig, das Elektrometer an- oder auszuschalten, es sei denn, Sie führen Wartungsarbeiten durch.

Zum Ändern der **Makeup-Gasart** drücken Sie auf [Mode/Type]:



Wählen Sie das passende Gas aus.

Abbildung 75 FID-Steuerungstabelle

Vorgehensweise: Verwendung des FID

Stellen Sie sicher, dass alle Detektorgase angeschlossen sind, eine Säule und eine passende Detektordüse installiert ist und das System leckfrei ist. Kontrollieren Sie die Ofentemperatur, die Einlasstemperatur und den Säulenfluss. Benutzen Sie die Abbildung 75 als Hilfestellung für das Arbeiten mit dem FID.

WARNUNG Stellen Sie sicher, dass entweder eine Säule installiert oder der FID-Säulenanschluss verschlossen ist, bevor Sie die Luft- oder Wasserstoffzufuhr aufdrehen. Es kann zu einer Explosion kommen, wenn Luft und Wasserstoff in den Ofen austreten.

1. Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det], um die FID-Steuerungstabelle zu öffnen.
2. Stellen Sie die Detektortemperatur ein. Die Temperatur muss oberhalb von 150°C liegen, damit die Flamme brennen kann.
3. Verändern Sie, falls erwünscht, die Flussrate für Wasserstoff und drücken Sie auf [Off].
4. Verändern Sie, falls erwünscht, die Flussrate für die Luft und drücken Sie auf [Off].
5. Wenn Sie mit ***gepackten Säulen*** arbeiten, schalten Sie das Makeup-Gas aus und fahren Sie bei 7. fort.
6. Bei der Benutzung von ***Kapillarsäulen***:
   a. Stellen Sie sicher, dass die verwendete Gasart der eingetragenen entspricht (neben der Zeile Mkup in der Steuerungstabelle). Ändern Sie die Gasart, falls nötig.
   b. Wenn Ihre Kapillarsäule *definiert* ist und an einem EPC-Einlass angeschlossen ist, wählen Sie, falls gewünscht, einen neuen Flussmodus aus und stellen Sie den Makeup-Gasfluss oder den kombinierten Fluss ein.
   c. Wenn Ihre Kapillarsäule entweder *nicht definiert* ist oder an einen anderen als einen EPC-Einlass angeschlossen ist, geben Sie einen Makeup-Gasfluss ein. In diesem Fall ist lediglich ein konstanter Fluss verfügbar.

abgekürzte Vorgehensweise: *(setzt korrekt eingestellte Sollwerte voraus)*

1. Detektorsteuerungstabelle öffnen.
2. Temperatur anschalten.
3. Bei Bedarf Makeup-Gas anschalten.
4. Drücken Sie [Det Control].
5. Drücken Sie [On].

7. Gehen Sie zu Flame (Flamme) und drücken Sie auf [On]. Die Luft- und Wasserstoffzufuhr werden hierdurch angeschaltet und die Zündsequenz aktiviert. Das Signal steigt nach dem Zünden auf einen typischen Wert von 5 bis 20 pA. Stellen Sie sicher, dass die Flamme an ist, indem Sie eine kalte, glänzende Fläche wie einen Spiegel oder einen chrombeschichteten Schraubenschlüssel über den Kollektorausgang halten. Ununterbrochene Kondensation ist ein Zeichen für eine brennende Flamme.

Testbedingungen und Referenzchromatogramm

Dieser Abschnitt zeigt ein typisches Beispiel eines Testprobenchromatogramms. Es kann als Hilfestellung dienen, um die Geräteleistungsfähigkeit zu erfassen.

Beachten Sie, dass die aufgelisteten Injektionsvolumina bei bestimmten Betriebsbedingungen nicht unbedingt den tatsächlich injizierten absoluten Volumina entsprechen. Das angegebene Volumen bezieht sich auf die Strichmarke (Position des Spritzenstempels) einer 10-µl-Standardspritze. Bei einem beheizten Einlass schließt das wirklich injizierte Volumen zusätzliche 0,4-0,7 µL ein; das Probenvolumen, das aus dem Inneren der Spritzennadel verdampft wird. Beim On-Column-Einlass (nicht beheizt) stellt die Position des Spritzenkolbens das wirklich injizierte Volumen dar.

Beachten Sie auch, dass die folgenden Vorgehensweisen und Ergebnisse ausschließlich dafür gedacht sind, die einwandfreie Funktionsweise des Einlass- oder Detektorsystems festzustellen; sie sind nicht dafür geeignet, ein System auf seine spezifizierten Grenzen hin zu überprüfen.

FID-Testbedingungen

Säule und Probe

Säulenart	HP-5 30m x 0.32mm x 0.25μm PN 19091J-413
Probe	FID-Referenzprobe 18710-60170
Injektionsvolumen	1 μL

Einlass

Temperatur	250°C Gespülter Gepacktsäuleneinlass oder Split/Splitless
	Ofennachführung Cool On-Column
	40°C PTV (siehe unten)
Einlassdruck	25 psi (Konstantdruck Einlass, Helium)

Split/Splitless-Einlass

Modus	Splitless
Spülfluss	60 mL/Min
Spülzeit	0,75 min

Einlass, fortgesetzt

PTV

Modus	Splitless
Temperatur im Einlass	40°C
Anfangshaltezeit	0.1 min
Rate 1	720°C/Min.
Final temp 1	350°C
Final time 1	2 min
Rate 2	100°C/Min.
Final temp 2	250°C
Final time 2	0 min
Einlassdruck	25 psi (Konstantdruck)
Spülzeit	0,75 min
Spülfluss	60 ml/min

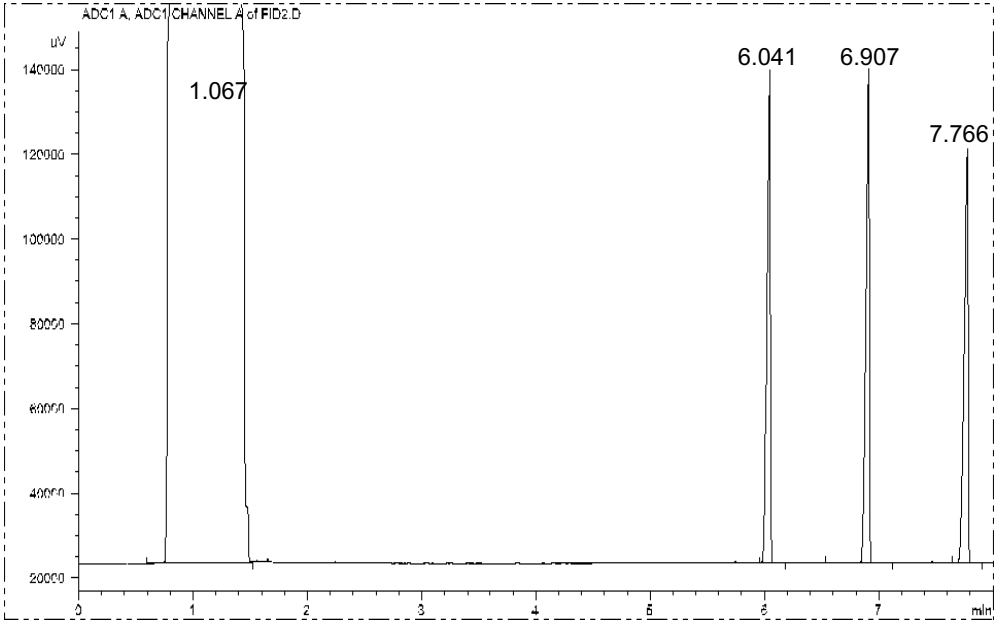
Detektor

Temperatur	300°C
H_2-Fluss	30 mL/Min
Luftfluss	400 mL/Min
Makeup-Fluss (N_2)	25 mL/Min
Offset	Sollte < 20 pA sein

Ofen

Anfangstemperatur	40°C
Anfangshaltezeit	0 min
Rate 1	25°C/min
Endtemp	90°C
Endzeit	0 min
Rate 2	15°C/min
Endtemp	170°C
Endzeit	2 min

Typisches FID-Referenzchromatogramm

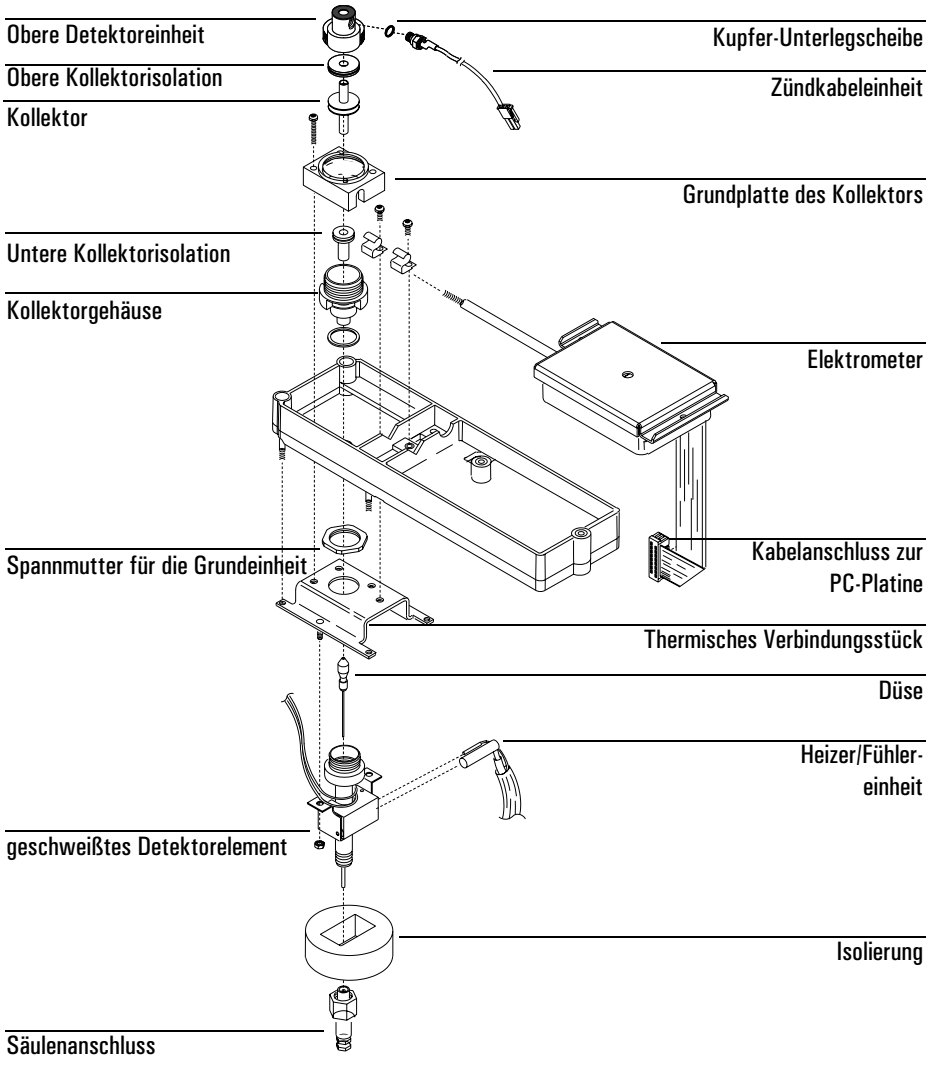


Ihre Retentionszeiten werden sich unterscheiden, die Peaksymmetrie sollte jedoch der in diesem Beispiel entsprechen.

Typisches FID-Referenzchromatogramm

Wartung eines Flammenionisations-Detektors

WARNUNG Flammenionisations-Detektoren werden mit Wasserstoff als Brenngas betrieben. Wenn die Wasserstoffzufuhr angeschaltet ist, ohne dass eine Säule am Detektoreinlassanschluss angeschlossen ist, kann Wasserstoff in den Ofen fließen und eine Explosionsgefahr darstellen. Die Detektoranschlüsse müssen immer entweder mit einer Säule oder einer Verschlusskappe abgedichtet sein.



Beheben von FID-Geräteproblemen

Die Flamme geht aus oder lässt sich nicht zünden

- Überprüfen Sie die Säulenflussrate. Sie kann zu hoch eingestellt sein. Vermindern Sie die Flussrate oder den Druck. Schalten Sie auf eine Säule mit höherem Widerstand (länger oder mit einem kleineren inneren Duchrmesser). Wenn Sie eine Säule mit einem großen Innendurchmesser verwenden müssen, schalten Sie den Trägergasfluss solange ab, bis der FID gezündet hat. Überprüfen Sie, ob die Düse teilweise oder ganz verstopft ist.
- Überprüfen Sie, ob die richtige Düsenart für die von Ihnen verwendete Säule installiert ist. Die Düsenarten sind auf Seite 535 beschrieben.
- Die Injektion großer Volumina aromatischer Lösungsmittel kann verursachen, dass die Flamme erlischt. Verwenden Sie ein nicht aromatisches Lösungsmittel.
- Der Wert für lit offset kann zu hoch oder zu niedrig sein. Stellen Sie ihn korrekt ein.

WARNUNG Flammenionisations-Detektoren werden mit Wasserstoff als Brenngas betrieben. Wenn die Wasserstoffzufuhr angeschaltet ist, ohne dass eine Säule am Detektoreinlassanschluss angeschlossen ist, kann Wasserstoff in den Ofen fließen und eine Explosionsgefahr darstellen. Die Detektoranschlüsse müssen immer entweder mit einer Säule oder einer Verschlusskappe abgedichtet sein.

Austausch oder Reinigung der Düse

Die Düsen müssen in regelmäßigen Abständen ausgetauscht oder gereinigt werden. Auch bei normalem Gebrauch bilden sich Ablagerungen in der Düse (gewöhnlich weiße Ablagerungen vom Säulenbluten oder schwarze von kohlenstoffhaltigem Ruß). Diese Ablagerungen verursachen reduzierte Empfindlichkeit, chromatographisches Rauschen und Signalspitzen (Spikes). Obwohl Sie die Düsen reinigen können, ist es empfehlenswert, die verschmutzte Düse gegen

eine neue auszutauschen. Wenn Sie die Düse reinigen, müssen Sie sehr darauf achten, sie nicht zu beschädigen.

Es kann notwendig sein, die Düse auszutauschen, wenn Sie Säulen austauschen oder andere Analysen durchführen. Bei Analysen mit gepackten Säulen werden beispielsweise andere Düsen verwendet als bei Kapillarsäulen. Sie müssen die passende Düse *vor* dem Wechsel der Säule installieren.

Um eine Düse zu wechseln, müssen Sie zunächst das FID-Kollektorbauteil abnehmen. Diese Vorgehensweise ist in drei Teilschritte aufgeteilt: Ausbau und Inspektion der Düse, Reinigung der Düse (optional) und Wiedereinbau der Düse.

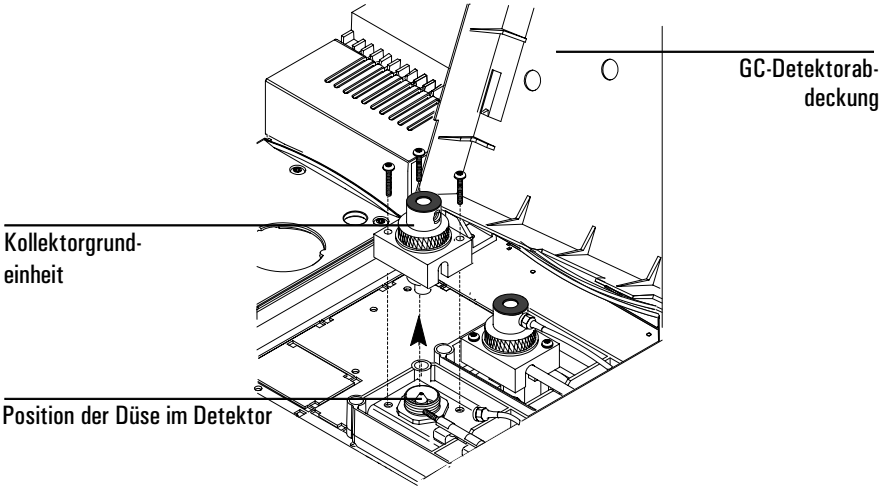
Vorgehensweise: Ausbau und Begutachtung der Düse

Benötigte Materialien:

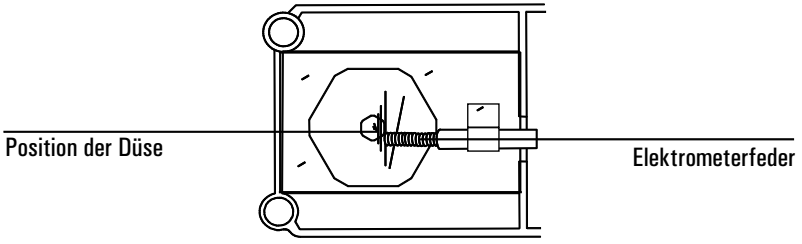
- Handschuhe zum Schutz der Hände bei heißem Detektor
- T-20 Torx Inbusschlüssel
- 1/4"-Schraubenschlüssel
- Zange (oder Pinzette)

1. Vorbereitende Schritte:
   - Kühlen Sie den Detektor auf Raumtemperatur ab.
   - Nachdem der Detektor abgekühlt ist, schalten Sie ihn aus und drehen die Gase an der GC-Tastatur aus.
   - Schalten Sie das Elektrometer aus, drücken Sie auf [Config] [Front Det] oder [Config] [Back Det], um die Steuerungstabelle zu öffnen.
   - Kühlen Sie den Einlass ab und schalten Sie dann das Einlassgas ab.
   - Kühlen Sie den Ofen ab, bauen Sie die Säule aus und verschließen Sie die Säulenanschlüsse. Weitere Anleitung finden Sie unter „Säulen und Filter“.
   - Öffnen Sie die GC-Detektorabdeckung, um den FID zugänglich zu machen.

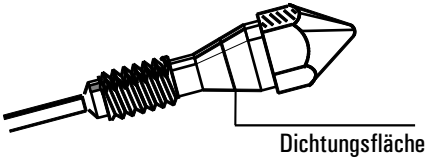
2. Ziehen Sie die Handschuhe an, wenn der Detektor heiß ist. Entfernen Sie die drei Schrauben, die die Kollektorgrundeinheit in ihrer Position halten. Heben Sie die Einheit ab. Der Isolator kann in der Kollektorgrundeinheit bleiben.



3. Lösen Sie mit dem Steckschlüssel die Düse und ziehen Sie sie gerade heraus. Mit der Pinzette können Sie die Düse besser greifen.

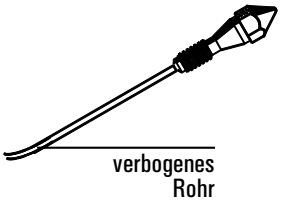


4. Untersuchen Sie die Dichtungsfläche der Düse auf Kratzer hin. Ein Ring um die Dichtfläche ist normal, andere Kratzer jedoch sind unakzeptabel.



5. Überprüfen Sie das Rohr der Düse und stellen Sie sicher, dass es nicht gebogen oder an einer Stelle zusammengeklemmt ist. Indem Sie die Düse gegen

eine Lichtquelle halten, können Sie sehen, ob sich Verunreinigungen oder Stücke einer zerbrochenen Säule im Rohr festgesetzt haben. Ist es nicht kontaminiert, ist das Rohr durchgängig.



Vorgehensweise: Reinigung der Düse

Es ist oft einfacher, verschmutzte Düsen gegen neue auszutauschen, als sie zu reinigen, vor allem, wenn sie stark kontaminiert sind.

Wenn Sie die Düse reinigen möchten, müssen Sie vorsichtig mit dem Reinigungsdraht umgehen. Die Düse darf inwändig nicht zerkratzt werden, da sie sonst ruiniert ist. Sie können auch die Reinigungsprozedur mit dem Draht überspringen und ausschließlich die Reinigungsmethode mit dem wässrigen Bad benutzen.

Benötigte Materialien:

- Kleines Ultraschallreinigungsbad
- Wässriges Spülmittel
- GC-reines Methanol in einer Teflon-Waschflasche
- Flammendetektor-Reinigungskit (Bestellnr. 9301-0985)
- Trockene, gefilterte Druckluft oder Stickstoff
- Kornzange oder Pinzette

1. Schieben Sie einen Reinigungsdraht durch die Spitze der Düse. Ziehen Sie ihn mehrere Male vor und zurück, bis er frei beweglich ist. Seien Sie vorsichtig, damit Sie nicht die Innenseite der Düse zerkratzen.
2. Wässriger Reinigungsschritt:
    a. Füllen Sie das Ultraschallbad mit wässrigem Spülmittel und legen Sie die Düse hinein. Behandeln Sie sie fünf Minuten mit Ultraschall.

b. Setzen Sie die Düsen-Reibahle ein, um das Innere der Düse zu reinigen.

c. Behandeln Sie sie noch einmal fünf Minuten mit Ultraschall. *Fassen Sie ab diesem Zeitpunkt die Teile nur noch mit der Kornzange (oder Pinzette) an!*

d. Nehmen Sie die Düse aus dem Bad heraus und spülen Sie sie sorgfältig mit heißem Leitungswasser ab. Spülen Sie sie anschließend mit einer kleinen Menge Methanol.

e. Blasen Sie die Düse mit einem Stoß komprimierter Luft trocken und legen Sie dann die Düse auf ein Stück Papier zum Trocknen an der Luft.

Vorgehensweise: Installation der Düse

VORSICHT Ziehen Sie die Düse nicht zu fest! Die Düse und/oder die Detektorgrundplatte kann dadurch dauerhaft beschädigt werden.

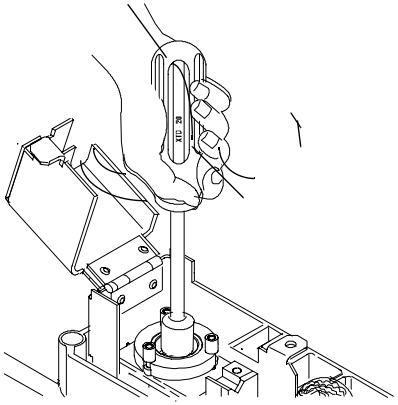
VORSICHT Fassen Sie die gereinigte oder neue Düse nur mit einer Pinzette an!

Benötigte Materialien:

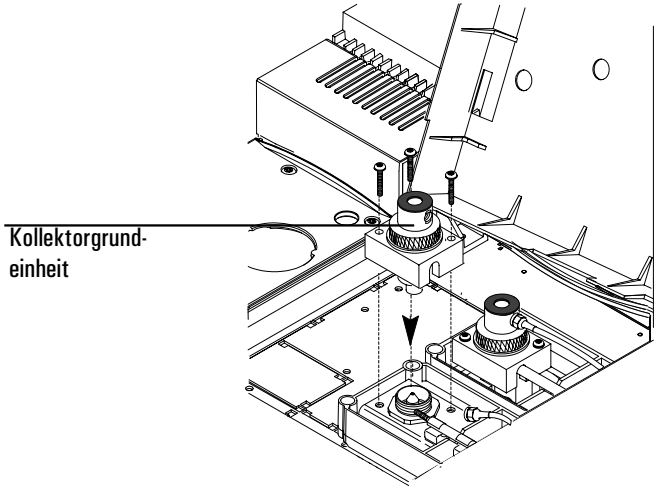
- Handschuhe zum Schutz der Hände bei heißem Detektor
- Pinzette
- 1/4"-Sechskantschlüssel
- T-20 Torx-Inbusschlüssel

Eine Tabelle mit den Düsenarten finden Sie auf Seite 535.

1. Setzen Sie die Düse ein und ziehen Sie sie mit dem Sechskantschlüssel fest, bis sie gerade fest gezogen ist.



2. Tauschen Sie die Kollektoreinheit aus. Ziehen Sie die drei Schrauben fest, die die Kollektoreinheit fixieren.



3. Schrauben Sie die Säule wieder an den Detektor an. Sie können nun zu den normalen Betriebsbedingungen zurückkehren.

Reinigung des Kollektors

Der Kollektor muss gelegentlich gereinigt werden, um Ablagerungen zu entfernen, (gewöhnlich weiße Ablagerungen vom Säulenbluten oder schwarze von kohlenstoffhaltigem Ruß). Diese Ablagerungen verursachen reduzierte Empfindlichkeit, chromatographisches Rauschen und Signalspitzen (Spikes).

Die hier beschriebene Reinigungsmethode besteht aus einem Ultraschallbad für den Kollektor und andere Teile des Detektors. Sollte Ihr Detektor nicht so schmutzig sein, ist die Behandlung mit einer Nylonbürste ausreichend. Anschließend sollten abgeriebene Partikel mit einem Druckluft- oder Stickstoffstrahl weggeblasen werden.

Diese Vorgehensweise ist in drei Teilschritte aufgeteilt: Ausbau des Kollektors, Reinigung des Kollektors und Wiederzusammenbau des Detektors.

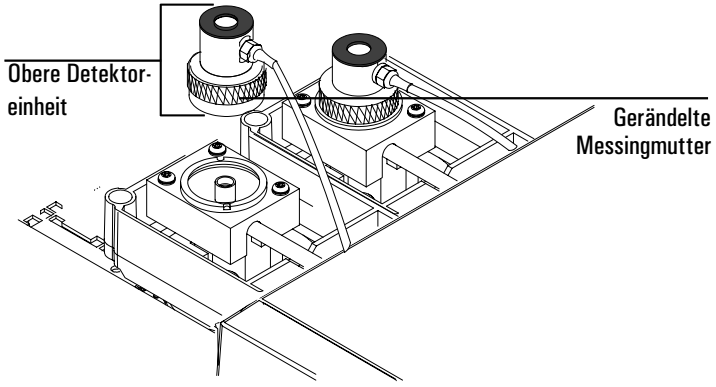
Vorgehensweise: Ausbau des Kollektors

Benötigte Materialien:

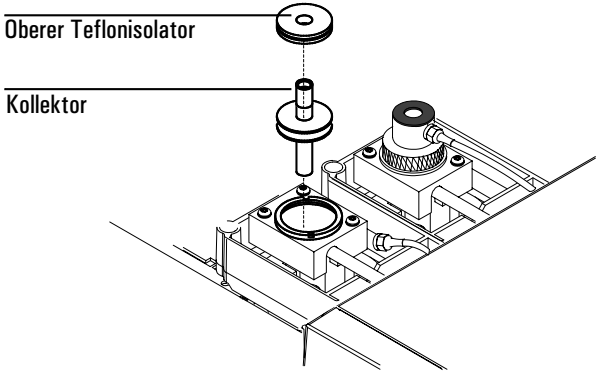
- T-20 Torx-Inbusschlüssel
- 1/4-"-Schraubenschlüssel
- Kornzange oder Pinzette
- Handschuhe, falls der Detektor heiß ist

1. Vorbereitende Schritte:
   - Kühlen Sie den Detektor auf Raumtemperatur ab.
   - Nachdem der Detektor abgekühlt ist Schalten Sie ihn aus und drehen die Gase an der GC-Tastatur aus.
   - Schalten Sie das Elektrometer aus; die Steuerung des Elektrometers befindet sich in der Config Det-Tabelle. Drücken Sie auf [Config] [Front Det] oder [Config] [Back Det], um die Steuerungstabelle zu öffnen.
   - Öffnen Sie die GC-Detektorabdeckung, um den FID zugänglich zu machen.

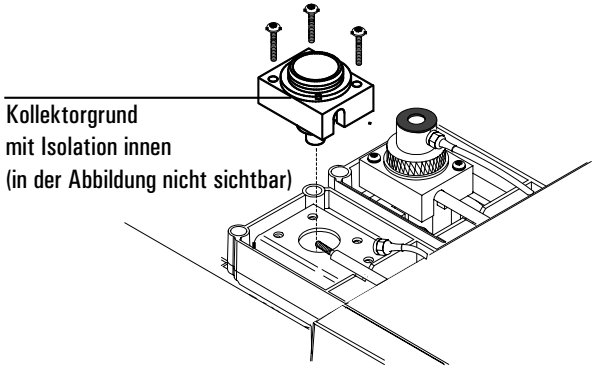
2. Ziehen Sie die Handschuhe an, wenn der Detektor heiß ist. Lösen Sie die gerändelte Messingmutter. Heben Sie die obere Einheit gerade nach oben heraus. Der obere Teflonisolator kann an der Einheit hängen bleiben. Entfernen Sie ihn.



3. Heben Sie den Kollektor heraus. Der obere Isolator kann am Kollektor festkleben. Verwenden Sie eine Pinzette, um ihn zu lösen.



4. Entfernen Sie die drei Schrauben, die die Kollektorgrundeinheit in Ihrer Position halten. Heben Sie die Einheit ab. Entfernen Sie den unteren Isolator von der Grundeinheit. Benutzen Sie die Pinzette, um ihn zu greifen.



Vorgehensweise: Reinigung des Kollektors

Benötigte Materialien:

- Kleines Ultraschallreinigungsbad
- Wässriges Spülmittel
- GC-reines Methanol in einer Teflon-Waschflasche
- Flammendetektor-Reinigungskit (Bestellnr. 9301-0985)
- Trockene, gefilterte Druckluft oder Stickstoff
- Kornzange oder Pinzette

Reinigungsanweisung:

1. Füllen Sie das Ultraschallbad mit wässrigem Spülmittel und legen Sie die beiden Isolatoren und den Kollektor hinein. Behandeln Sie sie fünf Minuten mit Ultraschall.
2. Verwenden Sie die Nylonbürsten, um jedes Teil zu reinigen.
3. Behandeln Sie sie noch einmal fünf Minuten mit Ultraschall. *Fassen Sie ab diesem Zeitpunkt die Teile nur noch mit der Kornzange (oder Pinzette) an!*

4. Nehmen Sie die Teile aus dem Bad heraus und spülen Sie sie sorgfältig mit heißem Leitungswasser ab. Spülen Sie sie anschließend mit einer kleinen Menge Methanol.
5. Legen Sie die Stücke auf ein Stück Papier zum Trocknen an der Luft.

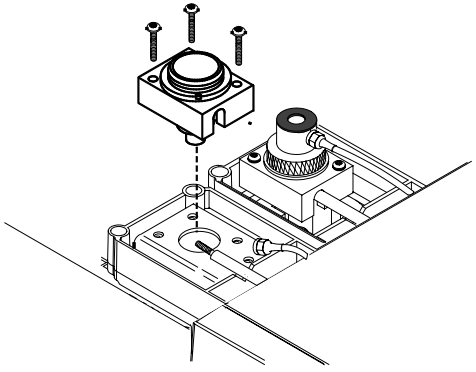
Vorgehensweise: Wiederzusammenbau des Detektors

VORSICHT Fassen Sie den sauberen Kollektor und die Isolatoren nur mit der Kornzange (oder Pinzette) an!

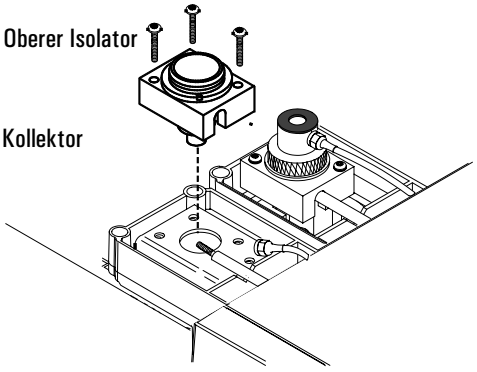
Benötigte Materialien:

- Kornzange oder Pinzette
- T-20 Torx-Inbusschlüssel

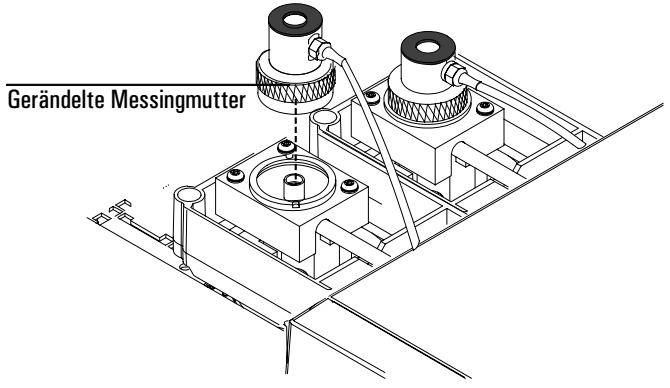
1. Stecken Sie den unteren Isolator in die untere Kollektoreinheit. Installieren Sie die untere Kollektoreinheit und ziehen die drei Schrauben fest.



2. Setzen Sie den Kollektor wieder ein und installieren Sie den oberen Teflon-isolator.



3. Installieren Sie die obere Kollektoreinheit und ziehen Sie die gerändelte Mutter fingerfest.



4. Schließen Sie die GC-Detektorabdeckung. Sie können nun zu den normalen Betriebsbedingungen zurückkehren.

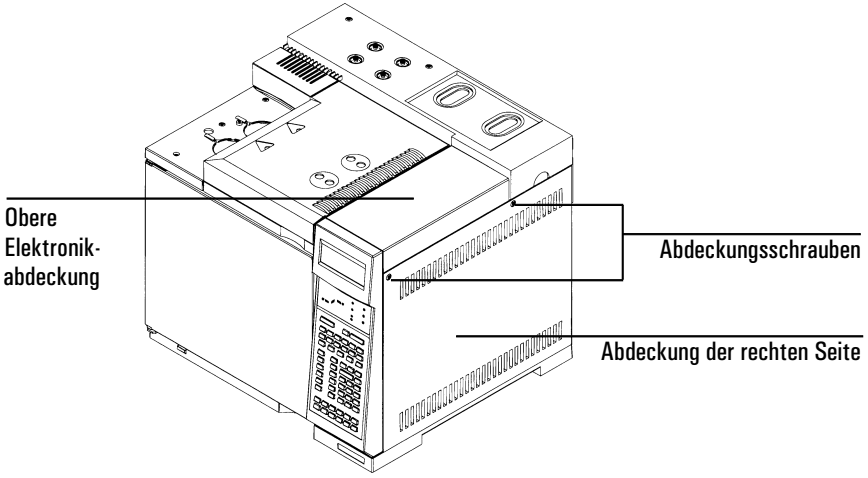
Vorgehensweise: Ersetzen des FID-Zünddrahtes (Ignition Wire)

Benötigte Materialien:

- 5/16"-Schraubenschlüssel
- T-20 Torx-Inbusschlüssel

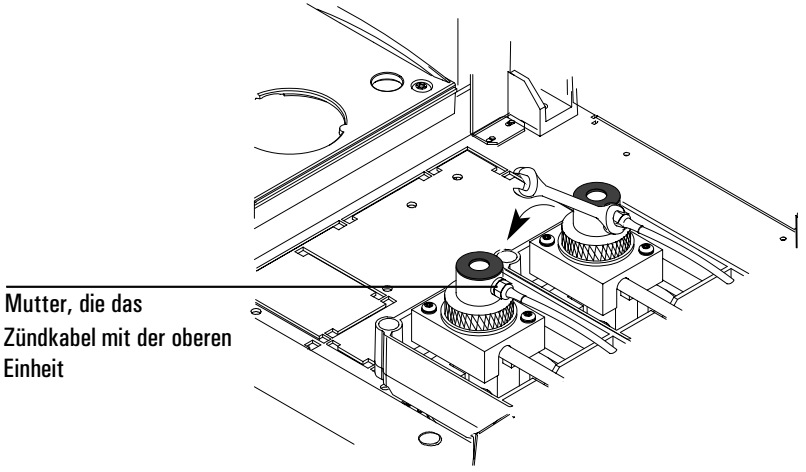
- Erdungsarmband
- Neue Zündkabeleinheit (Bestellnr. G1531-60680)

1. Vorbereitende Schritte:
   - Kühlen Sie den Detektor auf Raumtemperatur ab. Schalten Sie dann den GC aus.
   - Heben Sie die GC-Detektorabdeckung hoch, um den FID zugänglich zu machen.
   - Nehmen Sie die obere Abdeckung der Elektronik ab.
2. Entfernen Sie die beiden Schrauben, die die rechte Seitenabdeckung halten, und nehmen Sie die Abdeckung ab.

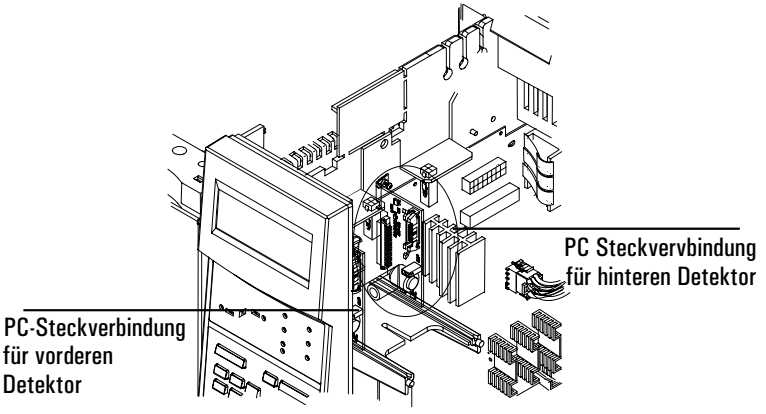


3. Lösen Sie mithilfe des Schraubenschlüssels das Zündkabel von der oberen Detektoreinheit. Nehmen Sie das Kabel vollständig ab. Verlieren Sie nicht

die kleinen Kupfer-Unterlegscheiben zwischen der Einheit und dem Anschluss des Zünddrahtes.

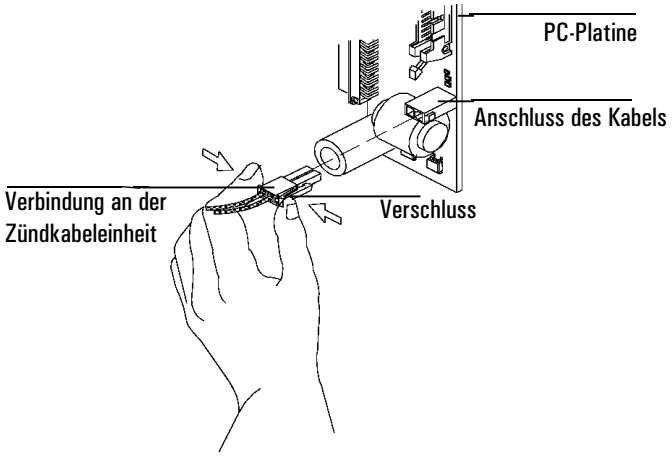


4. Das andere Ende des Zündkabels ist mit der Detektor-PC-Platine verbunden. Verwenden Sie die nächste Abbildung, um die Steckverbindung ausfindig zu machen. Stellen Sie sicher, dass Sie den ESD-Erdungsstreifen angelegt und ihn mit einer geeigneten Erdung verbunden haben.

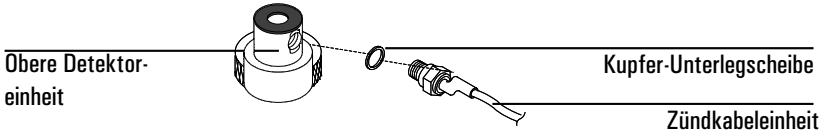


5. Um den Kabelanschluss zu lösen, drücken Sie auf den Verschluss und ziehen den Stecker vorsichtig heraus. Befestigen Sie das neue Zündkabel, indem Sie

den Verschluss auseinander drücken und den Stecker in den vorgesehenen Schlitz schieben.



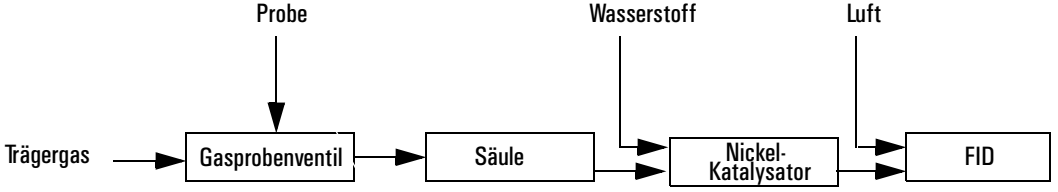
6. Schieben Sie die Kupferunterlegscheibe auf das andere Ende des Zündkabels und schrauben Sie es in die obere Detektoreinheit. Ziehen Sie das Kabel zunächst fingerfest an. Benutzen Sie dann den Schraubenzieher, um es festzuziehen.



7. Befestigen Sie die rechte Seitenabdeckung wieder mit den beiden Schrauben. Montieren Sie wieder die obere Elektronikabdeckung.
8. Schalten Sie den GC wieder an und kehren Sie zu den normalen Betriebsbedingungen zurück.

Das Nickel-Katalysator-Rohr (Nickel Catalyst Tube)

Die „Nickel Catalyst Tube"-Einheit, G2747A, wird für Spurenanalysen von CO und CO_2 bei einem Flammenionisations-Detektor eingesetzt. Die Gasprobe wird auf der Säule aufgetrennt und dann über den heißen Katalysator in Anwesenheit von Wasserstoff geleitet, wobei CO und CO_2 zu CH_4 reagieren.



Gasflüsse

Für eine Standard-FID-Installation:

Gas	Flussrate, mL/Min
Träger (Helium)	30
FID Wasserstoff	30 (siehe VORSICHT)
FID Luft	400

Für eine TCD/FID in-Serie-Installation:

Gas	Flussrate, mL/Min
Träger (Helium)	30
TCD Umschaltfluss (Switching Flow)	25
FID Wasserstoff	45 (siehe VORSICHT)
FID Luft	500

VORSICHT Der Wasserstoffffluss ist druckreguliert, wenn ein FID einen bekannten Widerstand liefert. Die „Nickel Catalyst Tube“ erhöht den Flusswiderstand, sodass die Kalibrierung nicht länger gültig ist. Verwenden Sie einen Seifenblasenflussmesser oder ein ähnliches Gerät, um die Flüsse zu messen. Unter „Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Flussratenbestimmung mit einem Blasen-Flussmeter“ finden Sie weitere Details.

Der Nickel-Katalysator kann durch Kontakt mit Luft geschädigt werden.

Temperatur

Der Nickel-Katalysator wird normalerweise in die hintere Inlet-Position montiert und über den Sollwert für die hintere Inlet-Temperatur gesteuert. Für die meisten Analysen sollten Sie diese Temperaturen einstellen:

- Nickel-Katalysator-Rohr (Nickel Catalyst Tube) 375°C
- FID 400°C

Den Katalysator neu packen

Der Nickel-Katalysator kann durch Aussetzen gegenüber Luft oder durch Verunreinigungen in den Proben oder den Gasen geschädigt werden. Wenn sich seine Leistungsfähigkeit signifikant verschlechtert, müssen Sie das Katalysator-Rohr neu packen.

WARNUNG Wasserstoff (H_2) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er mit Luft in einem umschlossenen Raum (zum Beispiel im Ofen) vermischt wird. Bei allen Anwendungen, die H_2 verwenden, sollten Sie stets die Wasserstoffversorgung abschalten, bevor Sie am Gerät Wartungsarbeiten durchführen.

WARNUNG Sowohl Nickeloxid als auch einige Formen von Silikonoxid werden für den Menschen als karzinogen betrachtet. Führen Sie deshalb alle Arbeiten unter einem Abzug aus und tragen Sie stets Baumwollhandschuhe. Entfernen Sie alle Rück-

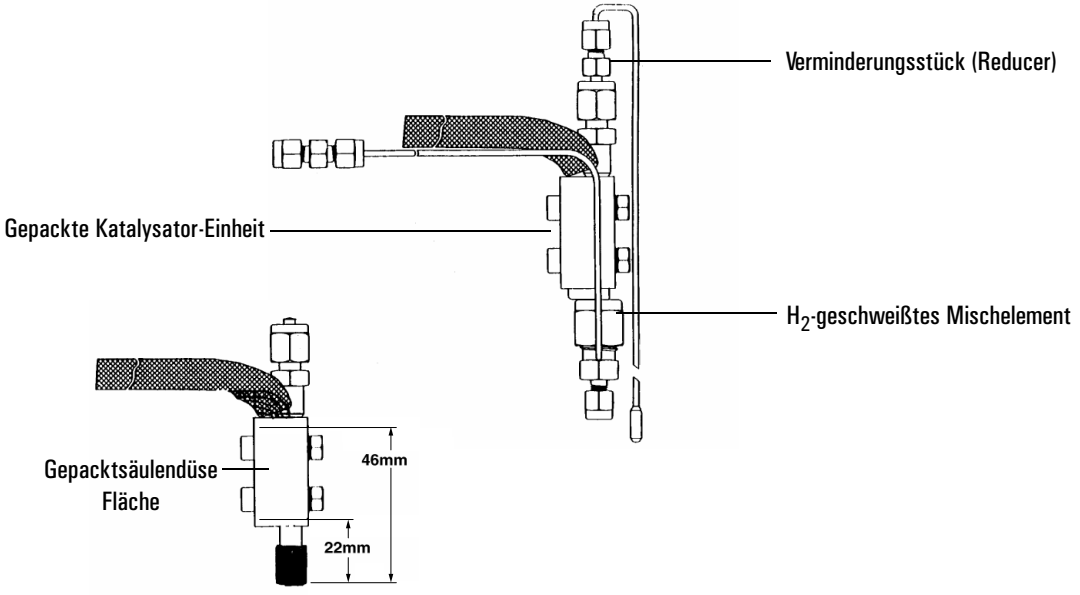
stände mit einem HEPA-Typ-Staubsauger und vermeiden Sie alle Tätigkeiten, die Staub hervorrufen könnten. Machen Sie der Sicherheitsabteilung Ihrer Firma Mitteilung, wenn eine Verunreinigung erfolgt ist.

WARNUNG Wegen der Möglichkeit von Dermatitis sollten Sie Ihre Hände und Arme mit Seife und Wasser nach der Arbeit reinigen. Lange Ärmel werden bei allen Arbeiten und Reinigungsvorgängen empfohlen. Wenn keine langen Ärmel getragen werden, sind lange Handschuhe ein annehmbarer Ersatz.

VORSICHT Lesen Sie auf jeden Fall das Sicherheitsdatenblatt (Material Safety Data Sheet = MSDS), das mit dem Katalysator geliefert wird, bevor Sie den Vorgang durchführen.

1. Schalten Sie die Temperaturzone des hinteren Einlasses aus. Schalten Sie auch alle anderen Heizungen aus. Wenn das Katalysator-Rohr auf Raumtemperatur abgekühlt ist, schalten Sie den Strom zum GC aus und ziehen Sie das Stromkabel heraus. Lassen Sie die restlichen Wasserstoff- und Trägergasdrücke abbauen.
2. Lösen Sie die drei Schrauben, die die Deckplatte über dem Katalysatorrohr halten. Entfernen Sie die Platte und die Isolierung rund um das Rohr.
3. Lösen Sie vom Inneren des Ofens die beiden Schrauben, die die Isolationskappe halten. Entfernen Sie die Kappe und die Isolation.
4. Lösen Sie mit zwei Schraubenschlüsseln die H_2-Verschweißung vom Boden der Katalysatoreinheit. Seien Sie vorsichtig, *keinen* Druck auf die 1/16"-

Röhre auszuüben. Extreme Beanspruchung kann die Verschweißung schädigen.



5. Setzen Sie zwei Schraubenschlüssel ein, um den Reducer oben auf der Katalysatoreinheit zu entfernen.
6. Heben Sie die Katalysatoreinheit vorsichtig aus der Einlassfläche heraus. Jetzt sind beide Enden der Katalysator-Röhre zugänglich.
7. Verwenden Sie eine Gerät mit einem Haken, um den Glaswollestopfen vom Ende der Röhre zu entfernen. Stellen Sie sicher, dass er ganz entfernt ist.
8. Leeren Sie das alte Katalysatormaterial aus dem Rohr, (es kann sein, dass Sie es mit einem spitzen Gegenstand herausbrechen müssen). Stellen Sie sicher, dass es vollständig entfernt ist.
9. Verwenden Sie einen dünnen Stab, um den Glaswollestopfen vom Anfang des Rohrs zu entfernen.
10. Reinigen Sie das Innere des Rohrs gründlich mit Methanol. Setzen Sie keine scharfen Metallwerkzeuge im Inneren der Röhre ein. Mit einem Baumwollstopfen können Sie die nötige Sauberkeit erreichen. Trocknen Sie das Rohr.

11. Die vorhergehende Abbildung zeigt die Dimensionen für das richtige Neupacken des Rohrs. Wenn etwas Katalysator außerhalb der beheizten Zone bleibt, kann ein starkes Tailing von CO entstehen.

    Bereiten Sie einen einfachen Messstab vor, indem Sie einen mit Baumwolle umwickelten Holzstab oder irgendeinen anderen Stab einsetzen. Markieren Sie diesen Stab mit einem Klebestreifen oder mit Farbe bei 46 mm und bei 22 mm vom stumpfen Ende.

12. Rollen Sie ein Stückchen Glaswolle in Kugelform, etwa von der Größe einer großen Erbse. Schieben Sie dieses in die Röhre vom 1/4"-Ende her und drücken Sie es fest. Messen Sie die Tiefe dieses Glaswollstopfens mit dem Messstab – es sollte 46 mm vom Ende der Röhre entfernt sein. Fügen Sie, wenn nötig, mehr Glaswolle hinzu. Es sollte eine leichte Kompression der Glaswolle während der Messung erfolgen.

13. Stellen Sie nun die Katalysatoreinheit senkrecht und füllen Sie langsam das Katalysatormaterial ein. Lassen Sie es durch leichtes Klopfen absitzen. Wenn das Katalysatormaterial 22 mm vom Ende entfernt ist, hören Sie mit der Zugabe auf. Zerstoßen Sie *nicht* das Katalysatormaterial, wenn Sie es einfüllen oder seine Tiefe messen.

14. Fügen Sie nun einen einzelnen Glaswollestopfen in den verbleibenden Teil der Röhre bis auf 5 mm vom Ende entfernt. Dieser Stopfen sollte während der Installation leicht zusammengedrückt werden.

VORSICHT Vor der Installation der Katalysatoreinheit in den Ofen wischen Sie diese sorgfältig ab, um allen Katalysatorstaub zu entfernen.

15. Bauen Sie die Einheit wieder ein, indem Sie die Schritte 1 bis 6 umkehren. Stellen Sie sicher, dass die Isolierung sorgfältig um die Röhre gepackt ist, bevor Sie die Deckplatte des Injektors und die Isolierkappe wieder anbringen.

16. Führen Sie einen Leckagetest mit der neuen Installation durch.

WARNUNG Wasserstoff (H_2) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er mit Luft in einem umschlossenen Raum (zum Beispiel im Ofen) vermischt wird.

17. Starten Sie die Trägergas- und Wasserstoffflüsse. Lassen Sie sie 15 Minuten fließen.
18. Heizen Sie den Nickel-Katalysator auf 375°C und halten Sie diese Temperatur für 30 Minuten. Dann ist die Einheit betriebsbereit.

23 Der Wärmeleitfähigkeits-Detektor

Allgemeine Informationen

WLD-Pneumatik

Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert

Filamentpassivierung

Träger-, Referenz- und Makeup-Gas

Negative Polarität

Wasserstoffanalyse

Arbeiten mit dem WLD

Säulen und Filter

Gasdrücke

Arbeiten mit dem WLD

Vorgehensweise: Die Verwendung des WLD

Testbedingungen und Referenzchromatogramm

WLD-Testbedingungen

Typisches WLD-Referenzchromatogramm

Wartung eines Wärmeleitfähigkeits-Detektors

Beheben von Leistungsfähigkeitsproblemen des WLD

Vorgehensweise: Thermisches Reinigen

Der Wärmeleitfähigkeits-Detektor

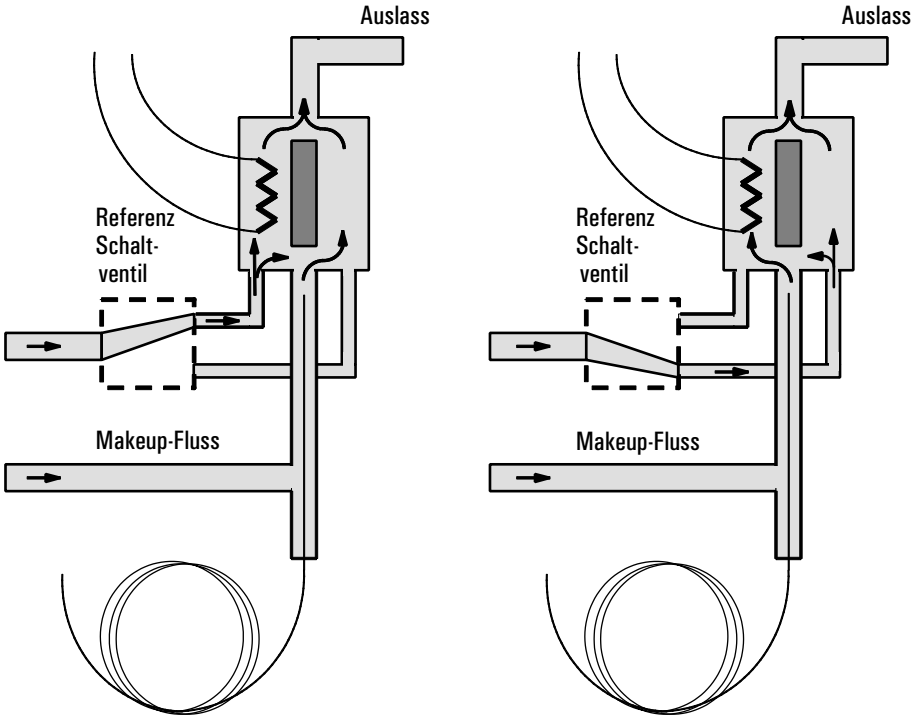
Allgemeine Informationen

Der WLD vergleicht die Wärmeleitfähigkeit zweier Gasflüsse – reines Trägergas (auch als Referenzgas bezeichnet) und Trägergas mit den Probensubstanzen (auch als effluenter Fluss aus der Säule bezeichnet).

Der Detektor besitzt ein Filament, das elektrisch auf eine höhere als die Detektorgrundkörpertemperatur geheizt wird. Die Filamenttemperatur wird konstant gehalten, während abwechselnd das Referenzgas und der Fluss aus der Säule darüber geleitet werden. Wenn Probe dazugegeben wird, ändert sich die Leistung, die benötigt wird, um die Filamenttemperatur konstant zu halten. Die beiden verschiedenen Gasströme werden jeweils fünfmal pro Sekunde alternierend über das Filament geschickt und wird die Leistungsänderung gemessen und aufgezeichnet.

Wird Helium (oder Wasserstoff) als Trägergas verwendet, fällt die Wärmeleitfähigkeit beim Eintreffen der Probe ab. Wird jedoch Stickstoff als Trägergas verwendet, steigt die Wärmeleitfähigkeit in der Regel an, da die meisten Substanzen besser wärmeleitfähig sind als Stickstoff.

Der WLD misst zerstörungsfrei, sodass dieser Detektor in Serie mit einem Flammenionisations-Detektor (oder einem anderen Detektor) geschaltet werden kann.



Säulenfluss zu Beipass-kanal geleitet. Das Filament ist von Referenzgas umgeben.

Säulenfluss zum Filament-kanal geleitet. Sind Probenkomponenten darin enthalten, steigt oder fällt die Wärmeleitfähigkeit abhängig von der Gasart.

Abbildung 76 WLD – Konzeptionelles Diagramm

WLD-Pneumatik

Abbildung 77 zeigt die Pneumatikanordnung des WLD.

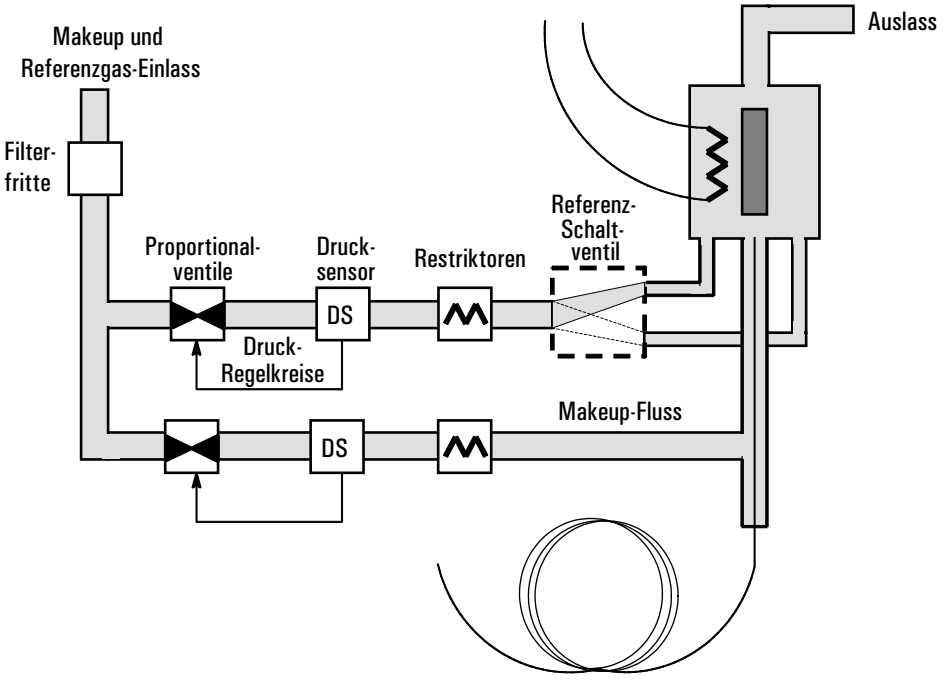


Abbildung 77 WLD-Pneumatik

Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert

- Die Temperatur ist auf unter 150°C eingestellt.
- Gebrochenes oder kurzgeschlossenes Filament
- Referenzgasfluss auf 0 eingestellt

Filamentpassivierung

Das Wolfram-Rhenium-WLD-Filament wurde chemisch passiviert, um es vor Beschädigungen durch Sauerstoff zu schützen. Chemisch aktive Substanzen wie Säuren und halogenierte Substanzen können das Filament angreifen. Das sofort auftretende Symptom hierfür ist ständig wechselnde Detektorempfindlichkeit aufgrund des sich laufend ändernden Filamentwiderstandes.

Solche aggressiven Komponenten sollten, wenn möglich, vermieden werden. Ist dies nicht möglich, muss das Filament möglicherweise häufig ausgetauscht werden.

Träger-, Referenz- und Makeup-Gas

Das Referenz- und das Makeup-Gas müssen vom gleichen Typ wie das Trägergas sein, und der Gastyp muss in den Steuertabellen sowohl vom Einlass als auch vom Detektor spezifiziert sein.

Bei der Verwendung gepackter Säulen wird ein niedriger Makeup-Gasfluss empfohlen (2 bis 3 mL/Min), um die beste Peakform zu erreichen.

Wählen Sie mithilfe der Abbildung 78 einen Wert für den Referenzgasfluss aus (entweder für Kapillaren oder gepackte Säulen). Jedes Verhältnis innerhalb einer Toleranz von ±0.25 ist geeignet.

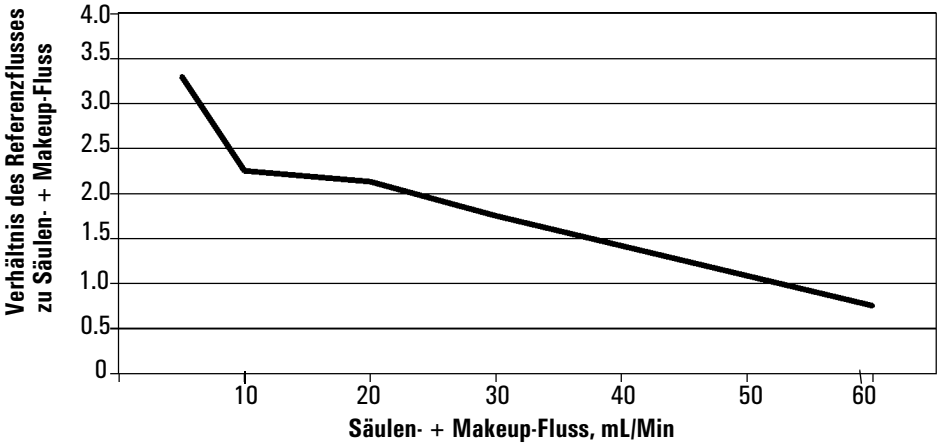


Abbildung 78 Auswahl des Referenzgasflusses

Negative Polarität

Probensubstanzen mit einer höheren Wärmeleitfähigkeit als das Trägergas erzeugen negative Peaks. Beispielsweise ergeben Helium oder Wasserstoff negative Signale bei Stickstoff oder Argon-Methan als Trägergas.

Neg polarity ON invertiert die Peaks, sodass der Integrator oder die ChemStation sie messen kann. Neg polarity kann ein Eintrag in der Lauftabelle (Run Table) sein; siehe „Programmierung der Laufzeit“.

Wasserstoffanalyse

Wasserstoff ist das einzige Element, das eine höhere Leitfähigkeit besitzt als Helium. Mischungen kleiner Anteile Wasserstoff (<20%) in Helium bei moderaten Temperaturen ergeben Wärmeleitfähigkeiten, die niedriger sind als die der einzelnen Substanz alleine. Wenn Sie Wasserstoff mit Helium als Trägergas analysieren möchten, kann ein Wasserstoffpeak als positiver, negativer oder als aufgesplitteter Peak auftreten.

Für dieses Problem gibt es zwei Lösungen:

- Verwenden Sie Stickstoff oder Argon-Methan als Trägergas. Dies eliminiert die mit Helium als Trägergas aufgetretenen Probleme, setzt aber die Empfindlichkeit für andere Substanzen herab.
- Betreiben Sie den Detektor bei höheren Temperaturen – von 200°C bis 300°C.

Sie ermitteln die geeignete Detektorbetriebstemperatur, indem Sie einen bekannten Bereich an Wasserstoffkonzentrationen analysieren und die Betriebstemperatur solange erhöhen, bis der Wasserstoffpeak bei allen Konzentrationen eine normale Peakform und die gleiche Richtung ergibt (negativ zum normalen Signal bei Luft oder Propan gesehen). Diese Temperatur sorgt auch für hohe Empfindlichkeit und einen linearen dynamischen Bereich.

Da die Wasserstoffpeaks als negatives Signal erscheinen, müssen Sie zu gegebener Zeit auf negative Polarität schalten, damit die Peaks positiv erscheinen.

Arbeiten mit dem WLD

Verwenden Sie die Informationen in Tabelle 62, um die Temperaturen und Flüsse für den WLD auszuwählen. Verwenden Sie Abbildung 79, um minimale Gaszufuhrdrücke zu ermitteln. Wenn Sie einen EPC Detektor besitzen, müssen Sie dem in der Tabelle angegebenen Druck 10 psi (69 kPa) hinzuaddieren.

Tabelle 62 Empfohlene Flussraten und Temperaturen

Gasart	Flussbereich
Trägergas *(Wasserstoff, Helium, Stickstoff)*	Gepackte Säule, 10 bis 60 mL/Min Kapillarsäule, 1 bis 5 mL/Min
Referenz *(gleiche Gasart wie Trägergas)*	15 bis 60 mL/Min Für die Auswahl eines Wertes siehe Abbildung 79
Kapillar Makeup *(gleiche Gasart wie Trägergas)*	5 bis 15 mL/Min – Kapillarsäulen 2 bis 3 mL/Min – Gepackte Säulen
Detektortemperatur	
< 150°C, Filament kann nicht angeschaltet werden	
Die Detektortemperatur sollte 30°C bis 50°C über der höchsten Ofentemperatur der Analyse liegen.	

Gasdrücke

Nach Auswahl eines Flusses wird der Druck automatisch gefunden. Der Anfangsdruck sollte um 10 Psi (70 kPa) höher gesetzt werden.

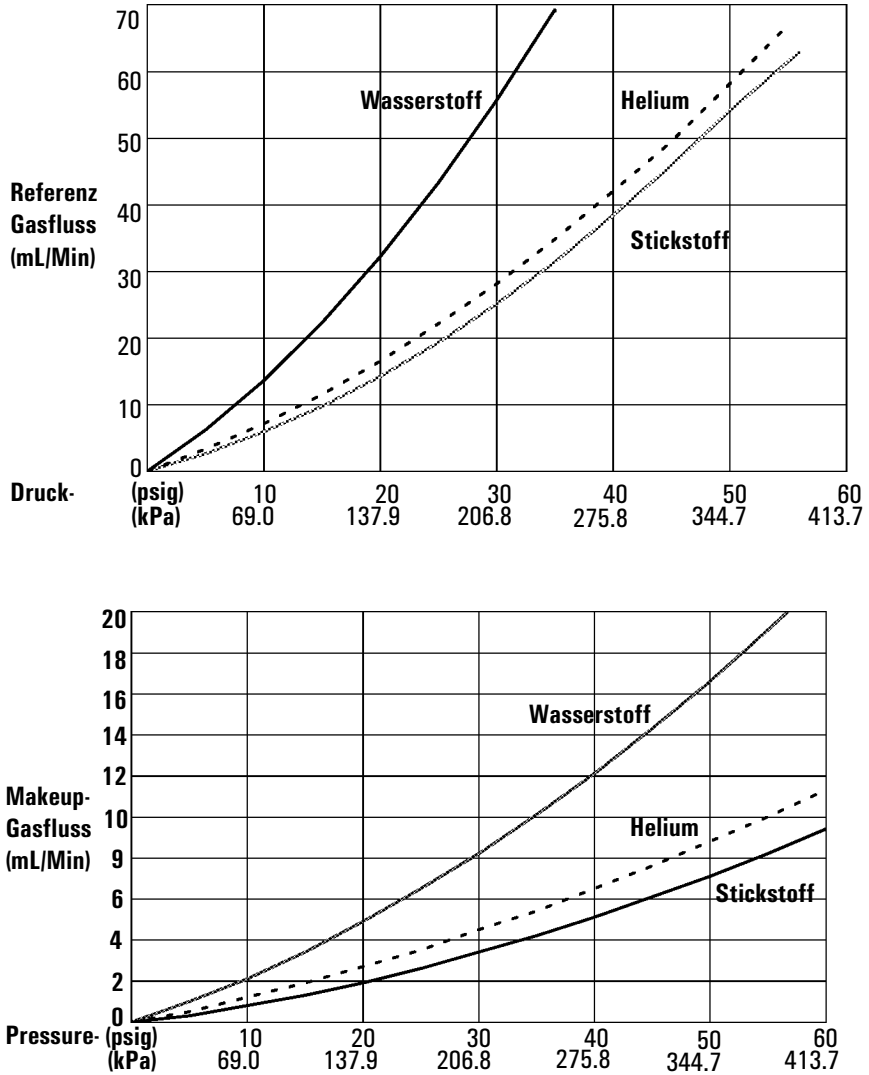
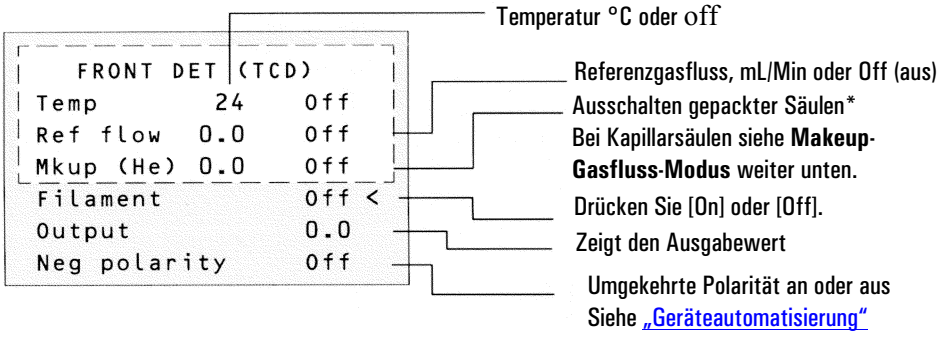


Abbildung 79 Typische Druck-/Fluss-Verhältnisse, Referenz- und Makeup-Gase *(bei 25°C und 1 Atmosphäre Druck)*

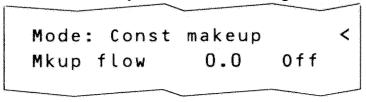
Arbeiten mit dem WLD

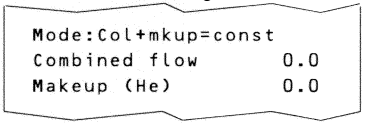
Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det].



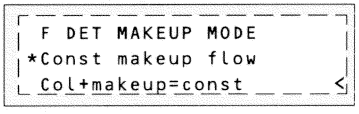
Makeup-Gasfluss-Modus:

Falls er für Kapillarsäulen konfiguriert ist, enthält Ihre Stauerungstabelle einen der Einträge:

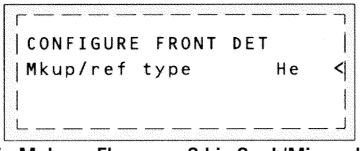




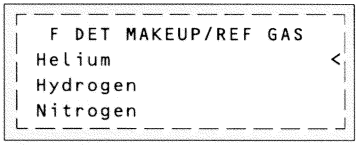
Um den **Makeup-Modus zu ändern** gehen Sie zu Mode und drücken [Mode/Type].
Treffen Sie eine Auswahl und geben Sie die geeigneten Flusswerte ein.



Um das **Makeup/Referenzgas anzuzeigen,** drücken Sie [Config][Front Det] oder [Config][Back Det].



Um die **Makeup/Referenzgase zu ändern** drücken Sie auf [Mode/Type]:



Wählen Sie das passende Gas aus.

* Ein Makeup-Fluss von 2 bis 3 mL/Min verbessert die Peakformen.

Abbildung 80 WLD Steuertabelle

Vorgehensweise: Die Verwendung des WLD

Diese Vorgehensweise setzt voraus, dass die Detektorgase angeschlossen sind, das System dicht und eine Säule installiert ist. Bevor Sie mit dem Detektor arbeiten können, stellen Sie die Ofentemperatur, die Einlasstemperatur und den Einlass-/Säulenfluss ein.

1. Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det], um die Steuerungstabelle für den Detektor verfügbar zu machen.
2. Stellen Sie die Detektortemperatur ein. Setzen Sie ihn nicht auf einen höheren Wert als maximal für die Säule zulässig, da ein Teil der Säule durch den geheizten Detektorblock hindurchgeht, um zur Zelle zu gelangen.
3. Stellen Sie sicher, dass die verwendete Gasart der eingetragenen entspricht (neben der Zeile Mkup in der Steuerungstabelle). Ändern Sie die Gasart, falls nötig („Makeup-Gasfluss“).

VORSICHT Die Detektorelektronik ist abhängig von der richtigen Gasartkonfiguration.

4. Stellen Sie die Referenzgasflussrate ein.
5. Wenn Sie ***gepackte Säulen*** einsetzen, dann schalten Sie das Makeup-Gas von der Steuerungstabelle aus ab (oder fahren Sie mit Schritt 6 fort und geben Sie 2 bis 3 mL/Min ein, siehe „Träger-, Referenz- und Makeup-Gas“) und gehen Sie bis zu 7. vor.

Abgekürzte Vorgehensweise:
(Voraussetzung: Sollwerte sind abgespeichert)

1. Detektorsteuerungstabelle öffnen.
2. Temperatur anschalten.
3. Falls benötigt: Makeup-Gas an.
4. Drücken Sie [Det Control]
5. Drücken Sie [On]

6. Bei der Benutzung von ***Kapillarsäulen***:
   a. Wenn Ihre Säule *definiert* und an einem EPC-Einlass angeschlossen ist, wählen Sie, falls gewünscht, einen neuen Flussmodus aus („Makeup-Gasfluss“) und stellen Sie den Makeup-Gasfluss oder kombinierten Fluss ein.
   b. Wenn Ihre Säule an einen anderen als einen EPC-Einlass angeschlossen ist, geben Sie einen Makeup-Gasfluss ein. In diesem Fall ist lediglich konstanter Fluss verfügbar.
7. Schalten Sie das Filament an. Warten Sie etwa 30 Minuten, bis es sich thermisch stabilisiert hat. Die höchste Empfindlichkeit wird erst nach einer etwas längeren Periode erreicht.

8. Schalten Sie falls nötig Negative polarity an [On], um negative Peaks umzukehren. Bei einer Probe, die Substanzen enthält, die negative und positive Signale erzeugen, kann Neg polarity zeitabhängig geschaltet werden.

Testbedingungen und Referenzchromatogramm

Dieser Abschnitt zeigt ein typisches Beispiel eines Testprobenchromatogramms. Es kann als Hilfestellung dienen, um die Geräteleistungsfähigkeit zu erfassen.

Beachten Sie, dass die aufgelisteten Injektionsvolumina bei bestimmten Betriebsbedingungen nicht unbedingt den tatsächlich injizierten absoluten Volumina entsprechen. Das angegebene Volumen bezieht sich auf die Strichmarke (Position des Spritzenstempels) einer 10-µl-Standardspritze. Bei einem beheizten Einlass schließt das wirklich injizierte Volumen zusätzliche 0,4-0,7 µL ein; das Probenvolumen, das aus dem Inneren der Spritzennadel verdampft wird. Beim On-Column-Einlass (nicht beheizt) stellt die Position des Spritzenkolbens das wirklich injizierte Volumen dar.

Beachten Sie auch, dass die folgenden Vorgehensweisen und Ergebnisse ausschließlich dafür gedacht sind, die einwandfreie Funktionsweise des Einlass- oder Detektorsystems festzustellen; sie sind nicht dafür geeignet, ein System auf seine spezifizierten Grenzen hin zu überprüfen.

WLD-Testbedingungen

Säule und Probe

Säulenart	HP-5 30m × 0.32mm × 0.25 µm PN 19091J-413
Probe	FID Referenzprobe 18710-60170
Injektionsvolumen	1 µL

Einlass

Temperatur	250°C Gespülter Gepacktsäuleneinlass oder Split/Splitless
	Ofennachführung Cool On-Column
	40°C PTV (siehe unten)
Einlassdruck	25 psi (Konstantdruck für EPC-Einlass, Helium)

Split/Splitless-Einlass

Modus	Splitless
Spülfluss	60 mL/Min
Spülzeit	0,75 min

Einlass, fortgesetzt

PTV

Modus	Splitless
Temperatur im Einlass	40°C
Anfangshaltezeit	0.1 min
Rate 1	720°C/Min.
Final temp 1	350°C
Final time 1	2 min
Rate 2	100°C/Min.
Final temp 2	250°C
Final time 2	0 min
Einlassdruck	25 psi (Konstantdruck für EPV-Einlass)
Spülzeit	0,75 min
Spülfluss	60 mL/Min

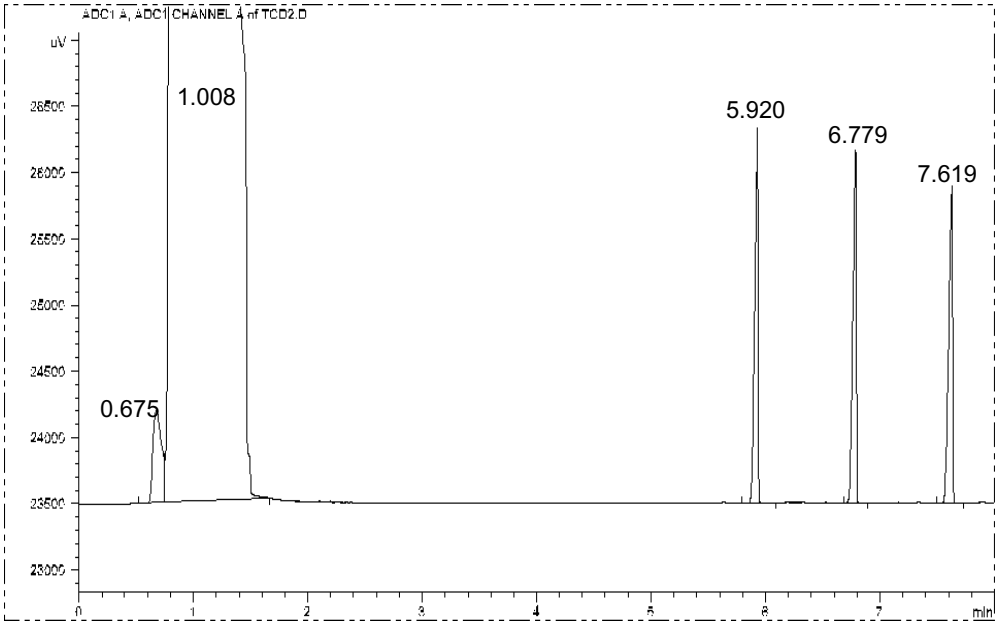
Detektor

Temperatur	300°C
Referenzfluss (He)	30 mL/Min
Makeup-Fluss (He)	2 mL/Min
Offset	Sollte < 30 Anzeigeeinheiten betragen

Ofen

Anfangstemperatur	40°C
Anfangshaltezeit	0 min
Rate 1	25°C/min
Endttemp	90°C
Endzeit	0 min
Rate 2	15°C/min
Endttemp	170°C
Endzeit	2 min

Typisches WLD-Referenzchromatogramm



Ihre Retentionszeiten werden sich unterscheiden, die Peaksymmetrie sollte jedoch der in diesem Beispiel entsprechen.

Wartung eines Wärmeleitfähigkeits-Detektors

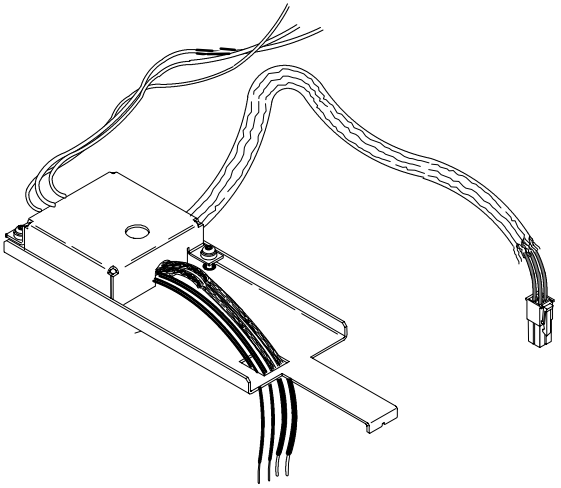


Abbildung 81 Der WLD

Beheben von Leistungsfähigkeitsproblemen des WLD

Wenn beim WLD Probleme auftauchen, wie eine instabile Basislinie, erhöhtes Untergrundrauschen oder Signalveränderungen bei der Messung der Referenzprobe, ist er wahrscheinlich durch Ablagerungen vom Säulenbluten oder schmutzigen Proben verunreinigt.

Der WLD wird mit einem Prozess gereinigt, der „Ausheizen“ (Bakeout) genannt wird. Ein Bakeout sollte nur dann durchgeführt werden, wenn überprüft worden ist, dass das Trägergas und das Flusssystem leck- und kontaminationsfrei sind.

VORSICHT Wenn beim Ausheizen des Detektors eine große Undichtigkeit vorliegt, sodass Luft einströmt, kann das Filament zerstört werden.

Vorgehensweise: Thermisches Reinigen

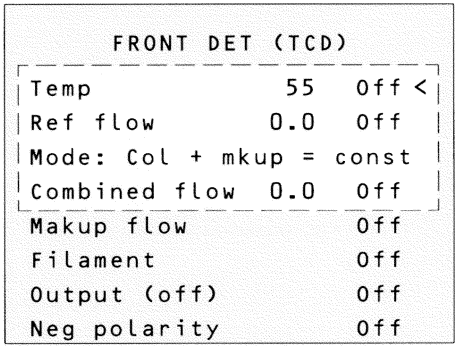
Die einzige Wartungsprozedur, die Sie gewöhnlich am WLD vornehmen müssen, ist das thermische Reinigen.

Der WLD kann durch Säulenbluten oder verschmutzte Proben mit Ablagerungen kontaminiert werden. Eine instabile Basislinie, erhöhtes Untergrundrauschen oder Signalveränderungen bei der Messung der Referenzprobe sind Hinweise auf eine Verschmutzung des Detektors.

Das thermische Reinigen ist auch unter dem Namen **Bakeout** bekannt. Ein Bakeout sollte nur dann durchgeführt werden, wenn überprüft worden ist, dass das Trägergas und das Flusssystem leck- und kontaminationsfrei sind.

VORSICHT Sie müssen den WLD ausschalten und die Detektorsäulenanschlüsse verschließen, um irreparablen Schäden am Filament vorzubeugen, die durch Eindringen von Sauerstoff in den Detektor verursacht werden können.

1. Schalten Sie den Detektor aus.
2. Schrauben Sie die Säule aus dem Detektor heraus und verschließen Sie den Detektorsäulenanschluss.
3. Setzen Sie die Referenzgas-Flussraten auf einen Wert zwischen 20 und 30 mL/Min. Setzen Sie die Detektortemperatur auf 400°C.



4. Führen Sie diese thermische Reinigung über einige Stunden durch. Kühlen Sie danach das System auf normale Betriebstemperaturen ab.

24 Der Stickstoff-Phosphor-Detektor

Allgemeine Information

Erfordernisse für die Software

NPD-Pneumatik

Bedingungen, bei denen der NPD nicht funktioniert

Gasreinheit

Die Perle

Adjust Offset
Adjust Offset abbrechen
Detektor ausschalten
Einstellung des Adjust Offset über die zeitgeschaltete Tabelle
Equilibrierzeit
Vorgehensweise: Ändern der Equilibrierzeit
Wasserstoff während des Lösungsmittelpeaks ausschalten
Ausschalten des Wasserstoffs zwischen zwei Läufen
Perlenspannung (Bead Voltage)
Wie Sie die Lebensdauer der Perle erhöhen

Temperaturprogrammierung

Elektrometer

Datenraten
Vorgehensweise: Einstellung der Datenrate für den NPD

Düsen und Kollektoren

Arbeiten mit dem NPD

Säulen und Filter

Gasdrücke

Betrieb mit EPC

Vorgehensweise: Verwendung des NPD

Testbedingungen und Referenzchromatogramm

NPD-Testbedingungen

Typisches NPD-Referenzchromatogramm

Wartung eines Stickstoff-Phosphor-Detektors

Detaillierte Darstellung des NPD

Behebung von NPD-Geräteproblemen

Vorgehensweise: Austausch der Perleneinheit

Vorgehensweise: Reinigung des Detektors und des Kollektors, sowie Austausch der Isolatoren und Ringe

Austausch oder Reinigung der Düse

Vorgehensweise: Ausbau und Begutachtung der Düse

Vorgehensweise: Reinigung der Düse

Vorgehensweise: Austausch der Düse und Zusammenbau des Detektors

Der Stickstoff-Phosphor-Detektor

Allgemeine Information

Beim NPD wird die Probe durch ein Wasserstoff/Luft-Plasma geleitet. Direkt über der Düse befindet sich eine beheizte Keramikperle, auch als bead bezeichnet. Um die Ionisation von normalen Kohlenwasserstoffen zu minimieren, wird die Flamme mit einem niedrigen Wasserstoff/Luft-Verhältnis betrieben. Die Alkali-Ionen auf der Oberfläche der Keramikperle ermöglichen hingegen die Ionisation stickstoff- oder phosphorhaltiger Verbindungen. Der Ausgangsstrom ist proportional zur Anzahl der eingesammelten Ionen. Der Strom wird durch ein Elektrometer erfasst, in digitale Signale umgewandelt und an ein Ausgabegerät geleitet.

Erfordernisse für die Software

Im Folgenden wird angenommen, dass die folgende Firmware/Software installiert ist:

Produkt	Software/Firmware Revision
6890 GC	A.03.03 oder höher
Agilent GC ChemStation	A.05.02 oder höher
Agilent MSD ChemStation	G1701AA oder höher

Software/Firmware mit Zahlenangaben, die niedriger als die in der Tabelle gezeigten sind, können eine verkürzte Lebensdauer der Perle bewirken. Setzen Sie sich in diesem Falle mit dem Agilent Kundendienst wegen einer Aktualisierung in Verbindung.

NPD-Pneumatik

Abbildung 82 zeigt die Flusspfade für den NPD.

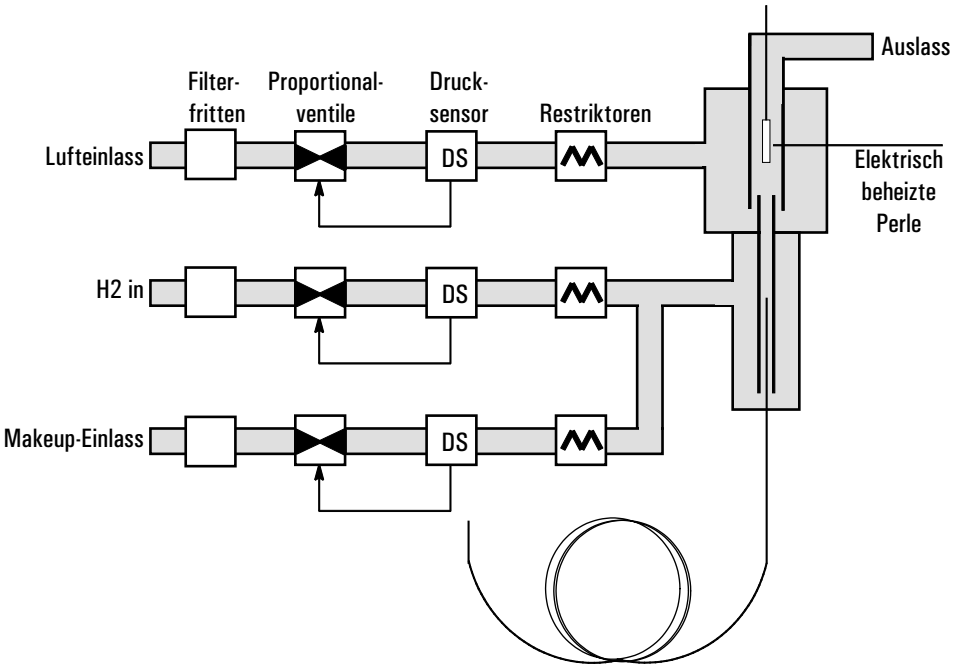


Abbildung 82 NPD-Pneumatik

Bedingungen, bei denen der NPD nicht funktioniert

- Die Sollwerte für Wasserstoff oder Luft sind auf 0 eingestellt.
- Die Funktion Adjust Offset wird nicht gestartet, wenn die Detektortemperatur niedriger als 150°C oder der Ofen ausgeschaltet ist.

Gasreinheit

Wegen seiner hohen Empfindlichkeit erfordert der NPD Gase höchster Reinheit. Es wird dringend empfohlen, Filter für Feuchtigkeit und organische Verbindungen für das Trägergas und für alle Detektor- und Makeup-Gase zu verwenden.

Die Perle

Es sind zwei keramische Perlen verfügbar:

Farbe der Perle (Bead Color)	Bestell-Nr.	Vorteile	Nachteile
weiß	G1530-60570	Standard-	Phosphor-Tailing
schwarz	5183-2007	Dauerhaft, kein Phosphor-Tailing	Geringere Stickstoff-Empfindlichkeit, ungefähr 40%

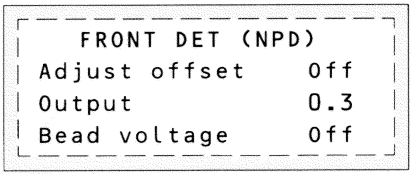
Es gibt drei Sollwerte, die mit der Perle assoziiert sind – Adjust Offset, Bead Voltage und Equib Time.

Adjust Offset

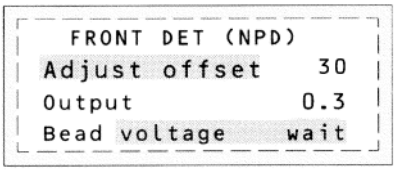
Wenn Sie hier einen Wert eingeben oder auf [On] drücken, um den gespeicherten Wert zu verwenden, dann werden die Detektor-Gasflüsse eingeschaltet, die Perle aufgeheizt und die Perlen-Spannung solange nachgestellt, bis der Output stabil ist und dem eingegebenen Wert entspricht. Es gibt fünf Stufen von Adjust Offset.

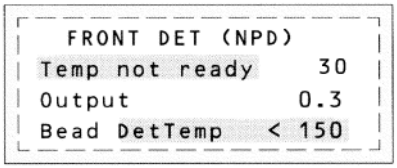
Detektor aus (off). Wenn der Detektor ausgestellt ist, dann sind Adjust Offset und Bead Voltage auf Off und der anfängliche Output wird angezeigt.

Drücken Sie [Front Det] [Det Control] oder [Back Det] [Det control].

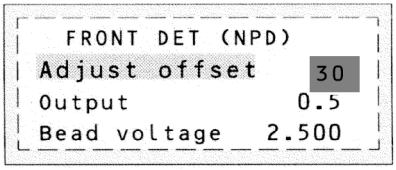


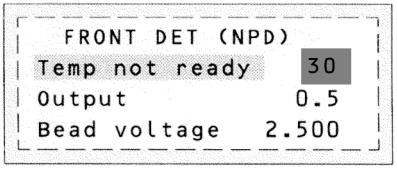
Detektor an (on)—Detektortemperatur unter 150°C. Wenn Sie einen Wert für Adjust Offset eingeben oder auf [On] drücken, dann stehen die Detektorgase auf Off und das Display zeigt die folgenden Meldungen blinkend an:



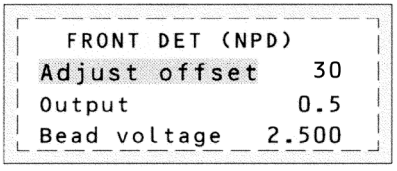


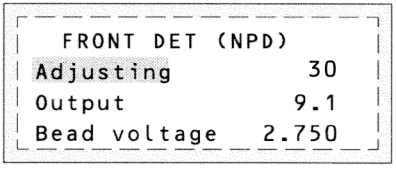
Detektor an (on) – wartet, dass der Ofen/Detektor den Temperatur-sollwert und das Gleichgewicht (Equilibrium) erreicht
Wenn die Detektortemperatur 150°C übersteigt, werden die Flüsse für Wasserstoff und Luft eingeschaltet und die Perle beginnt, sich aufzuheizen, während der Ofen und der Detektor ihren Sollwert und das Gleichgewicht erreichen. Die Anzeige blinkt während dieser Zeit:



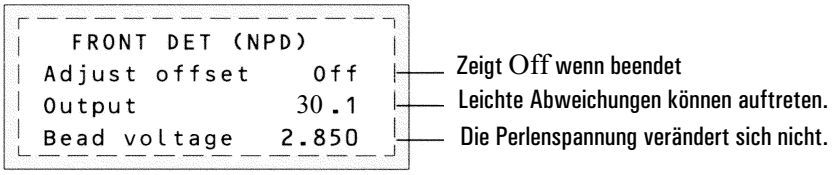


Detektor an (on) – während Adjust Offset und der Equilibrierzeit. Wenn der Detektor und der Ofen Sollwert und Gleichgewicht erreicht haben, beginnt der Adjust Offset-Vorgang. Die Perlenspannung wird solange erhöht, bis der Output nahe beim Adjust Offset-Wert liegt. Die Zeit für die Gleichgewichts-einstellung (Equilibration Time) (siehe „Equilibrierzeit“) beginnt. Die Anzeige blinkt während dieser Zeit:





Detektor an (on) und betriebsbereit (ready). Wenn der Adjust Offset-Wert erreicht ist und die Equilibrierzeit abgelaufen ist, verlischt die Zeile Adjust Offset . Der Detektor ist an und betriebsbereit.



Adjust Offset abbrechen

Drücken Sie, wenn der Cursor auf der Zeile Adjust Offset steht auf [Delete]. Dies bricht die Anpassung ab, ohne die Detektorgase und die Perlenspannung abzuschalten. Sie benötigen diese Funktion, wenn Sie einen Analysenlauf starten möchten, bevor die Equilibrierzeit für die Perle abgelaufen ist.

Detektor ausschalten

VORSICHT Wenn Sie zu irgendeiner Zeit Adjust Offset [Off] anwählen, geht die Perlenspannung aus und die Wasserstoff- und Luftflüsse werden abgeschaltet.

Einstellung des Adjust Offset über die zeitgeschaltete Tabelle

Sie können die Funktion Zeitgeschaltete Tabelle (Clock Table) verwenden, um Adjust Offset zu einem bestimmten Zeitpunkt einzuschalten. Einzelheiten hierzu finden Sie unter „Zeitprogrammierung“.

VORSICHT Es ist nicht empfehlenswert, die Funktion Adjust Offset zwischen Läufen auszuführen. Bevor der Ofen seine Anfangstemperatur erreicht und das System thermisch stabil ist, können Säulenbluten und Restpeaks vom vorherigen Lauf eine eigentlich stabile Basislinie überdecken. Hierdurch können Sie Zeit zwischen den Läufen verlieren.

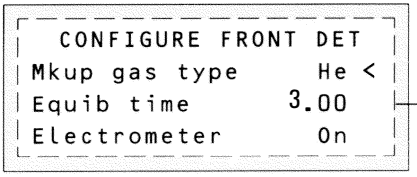
Equilibrierzeit

Die Equilibrierzeit (Zeit für die Gleichgewichtseinstellung) beginnt, wenn sich der Output dem Wert für Adjust Offset nähert. Während der Gleichgewichtseinstellung wird der Output gemessen und mit dem Wert für Adjust Offset verglichen. Wenn der Wert für Output dem Wert für Adjust Offset während der gesamten Zeit für die Gleichgewichtseinstellung sehr nahe bleibt, dann wird der Detektor auf Ready geschaltet. Wenn jedoch der Wert für Output während der Equilibrierungsperiode für einige Zeit zu hoch oder zu niedrig ist, dann fährt der Adjust Offset-Prozess fort und die Equilibrierzeit beginnt wieder von vorne.

Es wird eine Equilibrierzeit von 0.0 Minuten und der Einsatz des automatischen Adjust Offset-Prozesses empfohlen. Einige Perlen geben beim automatischen Prozess kein gutes Ergebnis. Für diese wird vorgeschlagen, mit 2.0 Volt zu beginnen und die Perlenspannung allmählich anzuheben, jeweils um 10 mV, bis der gewünschte Offset erreicht ist.

Vorgehensweise: Ändern der Equilibrierzeit

1. Drücken Sie auf [Config][Front Det] oder [Config][Back Det]:



2. Wert (in Minuten) eingeben. Eine lange Equilibrierzeit vermindert die Lebenszeit der Perle.

Wasserstoff während des Lösungsmittelpeaks ausschalten

Bei der Verwendung des NPD-Detektors verschiebt sich die Basislinie nach dem Lösungsmittelpeak und es kann eine Weile dauern, bis sie sich wieder stabilisiert, besonders bei chlorierten Lösungsmitteln. Um diesen Effekt zu minimieren, schalten Sie den Wasserstofffluss während des Lösungsmittelpeaks aus und erst wieder ein, nachdem das Lösungsmittel eluiert ist. Bei Anwendung dieser Technik kehrt die Basislinie innerhalb von 30 Sekunden auf ihren ursprünglichen Wert zurück. Auch die Lebensdauer der Perle wird dadurch verlängert. Der Wasserstoff kann automatisch an- und ausgeschaltet werden als Teil der Laufzeittabelle (Run Table). Weitere Einzelheiten finden Sie unter „Programmierung der Laufzeit“.

Ausschalten des Wasserstoffs zwischen zwei Läufen

Um die Lebensdauer der Perle zu verlängern, sollten Sie den Wasserstoffffluss zwischen den Läufen ausschalten. Lassen Sie alle anderen Gasflüsse und die Detektortemperatur eingeschaltet. Schalten Sie den Wasserstoffffluss für den nächsten Lauf wieder ein; die Perle ist fast augenblicklich betriebsbereit. Dieser Vorgang kann mithilfe der Run Table automatisiert werden.

Perlenspannung (Bead Voltage)

Bead Voltage zeigt die Spannung an, die zur Erhitzung der Perle verwendet wird. Sie kann abhängig vom Adjust Offset-Wert einen aktuellen Wert anzeigen oder als Sollwert eingegeben werden.

Sie können die Basislinienstabilität nicht abschätzen, da die Equilibrierzeit nicht verwendet wird, wenn Sie einen Sollwert für Bead Voltage eingeben. Setzen Sie nur dann den Bead Voltage-Setpoint ein, wenn der automatische Startup nicht funktioniert.

Bead Voltage ist nützlich, um kleine Anpassungen zwischen Läufen vorzunehmen. Sollten Sie eine Basisliniendrift feststellen, können Sie einmalig eine kleine Veränderung eingeben, um die Abweichung zu kompensieren, ohne dabei auf eine Equilibrierzeit zu warten.

Die Perlenspannung (Bead Voltage) liegt in der Regel für neue Perlen zwischen 2,5 und 3,7 Volt. Höhere Werte vermindern die Lebensdauer der Perle.

Wie Sie die Lebensdauer der Perle erhöhen

- Verwenden Sie die niedrigste Adjust Offset oder Bead Voltage, die praktikabel ist.
- Analysieren Sie saubere Proben.
- Schalten Sie die Perle aus, wenn Sie sie nicht verwenden.
- Belassen Sie die Detektortemperatur auf hohen Werten (320 bis 335°C).
- Schalten Sie den Wasserstoffffluss während des Lösungsmittelpeaks und zwischen den Läufen aus.

- Wenn der NPD über längere Zeit in einem Raum mit hoher Luftfeuchtigkeit ausgeschaltet ist, kann sich Wasser im Detektor ansammeln. Um dieses Wasser zu verdampfen:
  a. setzen Sie den Detektor 30 Minuten lang auf eine Temperatur von 100°C,
  b. setzen Sie den Detektor danach 30 Minuten lang auf eine Temperatur von 150°C.

Temperaturprogrammierung

Der NPD reagiert empfindlich auf instabile Flüsse. Wenn Sie eine Temperaturprogrammierung verwenden, bei der sich der Widerstand des Säulenflusses mit der Temperatur ändert, stellen Sie das Gerät folgendermaßen ein:

- Stellen Sie das Trägergas im Constant flow-Modus ein. Stellen Sie das Detektor-Makeup-Gas auf Const makeup ein.
- Wenn Sie im Konstantdruckmodus arbeiten möchten, stellen Sie das Makeup-Gas auf den Col+mkup=const-Modus.

Elektrometer

Die Steuerungstabelle Configure Detector enthält einen An/Aus-Sollwert für das Elektrometer. Während Sie mit Ihrem NPD arbeiten, brauchen Sie das Elektrometer nicht an- oder auszuschalten.

VORSICHT Schalten Sie das Elektrometer nicht während eines Analysenlaufes aus. Dies unterbricht das Detektorausgangssignal.

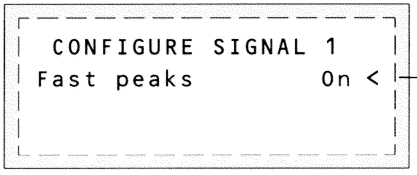
Datenraten

Der Analogausgang für den NPD kann wahlweise auf eine von zwei Geschwindigkeiten eingestellt werden. Bei der schnellen Geschwindigkeit können minimale Peakbreiten von 0,004 Minuten erfasst werden, während die Standardgeschwindigkeit Peakbreiten von 0,01 Minute erfasst.

Vorgehensweise: Einstellung der Datenrate für den NPD

Wenn Sie die Option *fast peaks* verwenden, muss Ihr Integrator schnell genug sein, um die vom GC kommenden Daten zu verarbeiten. Die Bandbreite Ihres Integrators sollte mindestens 15 Hz betragen. Damit Sie die Option *Schnelle Peaks* verwenden können:

1. Drücken Sie auf [Config][Signal 1] oder [Config][Signal 2].



2. Drücken Sie auf [On].

Der Digitalausgang (Digital Output) zur ChemStation ist mit elf verschiedenen Zyklusraten, die von 0,1 Hz bis 200 Hz reichen, ausgestattet, wodurch Peaks mit Breiten von 0,001 bis 2 Minuten bearbeitet werden können. Unter „Signalverarbeitung“ finden Sie weitere Informationen über die Verwendung der verschiedenen Raten.

Die Option *fast peaks* ist irrelevant für die digitale Signalausgabe.

Düsen und Kollektoren

Der *kapillar-optimierte* NPD wird ausschließlich mit Kapillarsäulen verwendet. Er wird mit der Standard-Düse und dem -Kollektor versandt (Standard Jet und Collector).

Tabelle 63 Düsen und Kollektoren für den kapillaroptimierten NPD

Säulenart	Bestell-Nr.	id	Eingesetzt mit
Standard Jet	G1531-80560	0.29 mm	Jeder Kollektor
Extended Jet (Erweiterte Düse) (optional)	G1534-80580		Jeder Kollektor
Standard-Kollektor	G1534-20530	7 mm	
Kollektor mit kleinem inneren Durchmesser (id) (optional)	G1534-20660	5 mm	

Der *adaptierbare* NPD paßt zu gepackten Säulen, kann aber auch an Kapillarsäulen angepasst werden. Er wird mit der Kapillarsäulen-Düse und dem Standard-Kollektor versandt (Capillary Column Jet und Standard Collector). Sie müssen die Düse wechseln, wenn Sie mit gepackten Säulen arbeiten. Eine Umbauanleitung finden Sie unter „Austausch oder Reinigung der Düse“.

Tabelle 64 Düsen und Kollektoren für den adaptierbaren (Adaptable) NPD

Säulenart	Bestell-Nr.	id	Eingesetzt mit
Düse für Kapillarsäulen	19244-80560	0.29 mm	Jeder Kollektor
Extended Jet (Erweiterte Düse)	G1534-80590		Jeder Kollektor
Standard-Kollektor	G1534-20530	7 mm	
Kollektor mit kleinem inneren Durchmesser (id)	G1534-20660	5 mm	

Die erweiterten Düsen (Extended Jets), die mit den Kollektoren mit dem kleinen Innendurchmesser eingesetzt werden, vermindern den Kontakt der Probe mit den erhitzen Metallteilen und bewirken so ein geringeres Tailing einiger hoch polarer Substanzen.

Arbeiten mit dem NPD

Benutzen Sie für die Einstellung der Temperaturen und Flüsse die Informationen in Tabelle 65. Wählen Sie aus Abbildung 83 einen minimalen Druck für die Gasversorgung aus. Addieren Sie dem in der Tabelle angegebenen Druck 10 psi (69 kPa) hinzu.

Tabelle 65 Flüsse, Temperaturen und Informationen zur Perle

Gasart	Empfohlener Fluss
Trägergas *(Wasserstoff*, Helium, Stickstoff)*	*Kapillarsäulen*, optimalen, an der Säulendimension orientierten, Fluss wählen
Detektorgase	
Wasserstoff	3.0 mL/Min (der maximale Fluss beträgt 5 ml/min)
Luft	60 ml/min
Kapillar-Makeup *(Helium, ** Stickstoff)*	Stickstoff: 5 bis 10 mL/Min Helium: weniger als 5 mL/Min
Temperatur (Standardeinstellung ist 250°C ; möglicher Bereich geht von Raumtemperatur bis 400°C) < 150° × C, der Vorgang Adjust offset startet nicht. Empfohlen werden 325 bis 335°C. Die Detektortemperatur sollte oberhalb der höchsten Ofentemperatur des Laufes liegen. Bei höherer Detektortemperatur wird weniger Heizspannung für die Perle benötigt.	
Adjust Offset Standardeinstellung ist 30 pA, der vorgeschlagene Betriebsbereich liegt zwischen 30 und 40 pA, der mögliche Bereich geht von 10 bis 99 pA. ≥50 pA erhöht die Empfindlichkeit, setzt aber die Lebenserwartung der Perle herab. Niedrigere Einstellungen reduzieren die Empfindlichkeit und erhöhen die Lebensdauer der Perle. Zu niedrige Einstellung führt jedoch zum Quenchen des Lösungsmittels. Wenn Sie Adjust Offset angeschaltet haben, warten Sie 20 bis 60 Minuten, bis der Detektor betriebsbereit ist.	
Equib time (Equilibrierzeit) (Standardeinstellung ist 5 Minuten; der mögliche Bereich ist 0 bis 999,9 Minuten) Die empfohlene Zeit ist 0,0 Minuten.	
Bead voltage (Perlenspannung) (Bereich geht von 0 bis 4,095 V). Wird verwendet, um geringe Spannungskorrekturen vorzunehmen oder die Perle manuell zu aktivieren. Stellen Sie die Equib Time auf 0.0 und die Bead Voltage auf 2.0. Erhöhen Sie die Spannung in Schritten von 0.01 Volt, bis die Perle zündet.	

Gasdrücke

Nach Auswahl eines Flusses wird der Druck automatisch gefunden und der Anfangsdruck sollte um 10 Psi (70 kPa) höher gesetzt werden.

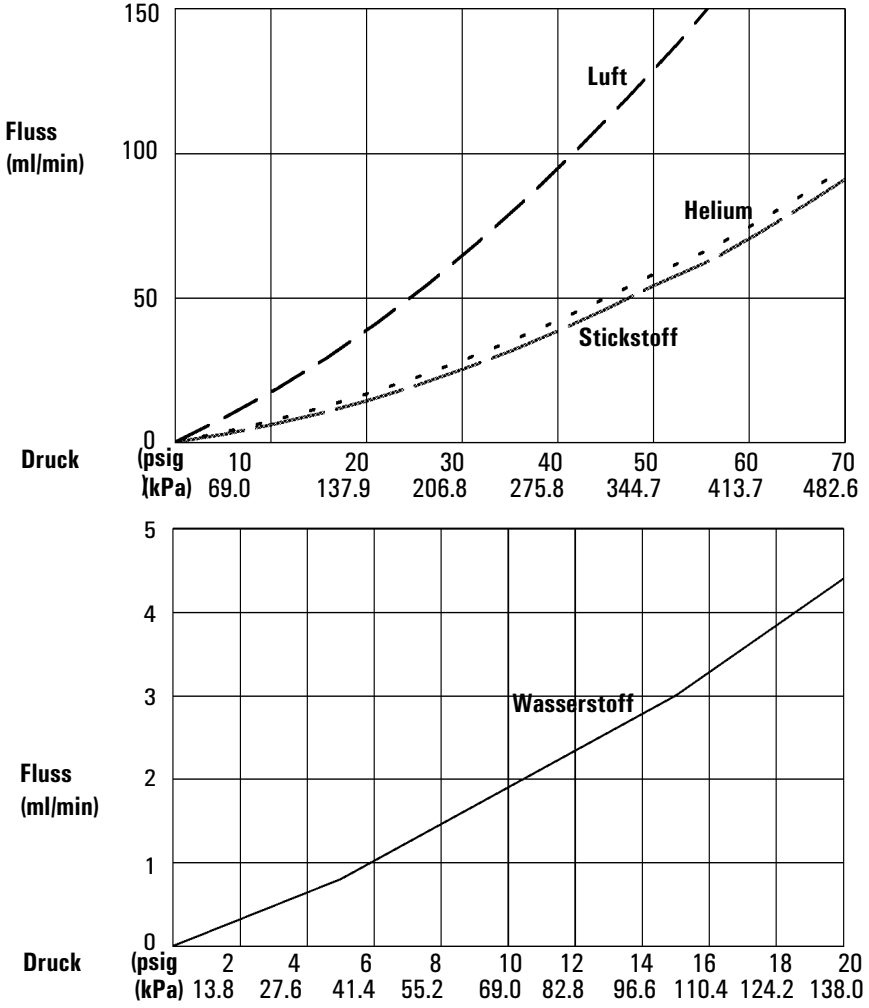
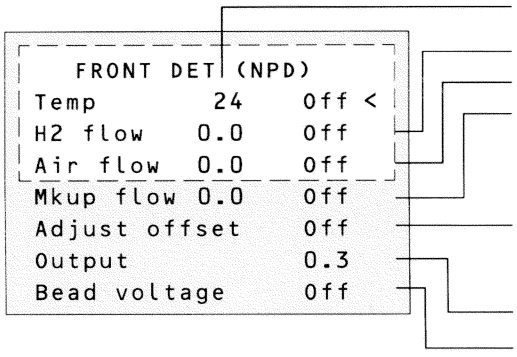


Abbildung 83 Druck/Fluss Verhältnisse für NPD Gase
(bei 25°C und 1 Atmosphäre Druck)

Betrieb mit EPC

Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det].



Makeup-Gasfluss-Modus

Wenn die Säulenabmessungen angegeben sind und Sie einen EPC-Einlass besitzen, enthält die Steuerungstabelle einen der beiden Einträge:

```
Mode: Const makeup
Mkup flow 0.0   Off<
```

```
Mode:Col+mkup=const
Combined flow    0.0
Makeup flow      0.0 <
```

Um den **Makeup-Modus zu ändern**, gehen Sie zu Mode und drücken [Mode/Type].

Treffen Sie eine Auswahl und geben Sie die geeigneten Flusswerte ein.

```
 F DET MAKEUP MODE
*Const makeup flow
 Col+makeup=const  <
```

Zum Ändern der **Makeup-Gasart** oder **Equilibrierzeit** drücken Sie [Config][Front Det] oder [Config][Back Det]:

```
CONFIGURE FRONT DET
Mkup gas type     He <
Equib time      0.00
Electrometer      On
```

Es ist nicht nötig, das Elektrometer an- oder auszuschalten.

Zum Ändern der **Makeup-Gasart drücken Sie auf [Mode/Type]:**

```
FRONT DET MAKEUP GAS
Helium              <
*Nitrogen
```

Wählen Sie das passende Gas aus.

Abbildung 84 NPD-Steuertabelle

Vorgehensweise: Verwendung des NPD

Stellen Sie vor dem Betrieb des NPDs sicher, dass alle Detektorgase angeschlossen sind, eine Säule und eine passende Detektordüse installiert ist und das System leckfrei ist. Stellen Sie die Ofentemperatur, die Einlasstemperatur und den Säulenfluss ein. Benutzen Sie die Informationen in Abbildung 84 zum Editieren der Steuerungstabellen.

WARNUNG Stellen Sie sicher, dass entweder eine Säule installiert oder der NPD-Säulenanschluss verschlossen ist, bevor Sie die Luft- oder Wasserstoffzufuhr aufdrehen. Es kann zu einer Explosion kommen, wenn Luft und Wasserstoff in den Ofen austreten.

1. Drücken Sie auf [Config][Front Det] oder [Config][Back Det].
   a. Bei der Verwendung von Makeup-Gas stellen Sie sicher, dass die ausgewählte Gasart der an Ihrem Gerät angeschlossenen entspricht. Ändern Sie, falls notwendig, die Gasart (siehe Seite 529). Stickstoff wird empfohlen.
   b. Kontrollieren Sie die Equilibrierzeit. 0,0 ist die empfohlene Einstellung.
2. Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det], um die NPD-Steuerungstabelle zu öffnen.
3. Stellen Sie die Detektortemperatur ein. Der empfohlene Bereich: 325 bis 335°C.
4. Geben Sie, wenn erforderlich, den Wasserstoff-Fluss ein (empfohlen wird 3.0) und drücken Sie auf [Off].
5. Geben Sie, wenn erforderlich, die Flussrate für Luft ein (empfohlen wird 60) und drücken Sie auf [Off].

   Wenn Sie ***gepackte Säulen*** verwenden, schalten Sie das Makeup-Gas aus und fahren bei Schritt 7 fort.

   Wenn Ihre ***Kapillarsäule*** *definiert* ist und an einem EPC-Einlass angeschlossen ist, wählen Sie, falls erwünscht, einen neuen Flussmodus aus (Seite 529) und stellen den Makeup-Gasfluss ein. Wenn Sie Ihre Säule im

abgekürzte Vorgehensweise:
(setzt korrekt eingestellte Sollwerte voraus)

1. Detektosteuerungstabelle öffnen
2. Temperatur anschalten
3. Bei Bedarf Makeup-Gas anschalten
4. Drücken Sie [Det Control].
5. Drücken Sie [On].

Modus Constant Flow (Konstantdruck) betreiben, wählen Sie const makeup. Wenn Sie Ihre Säule im Modus Constant Pressure (konstanter Druck) betreiben, wählen Sie Col+makeup=const.

Wenn Ihre Kapillarsäule entweder *nicht definiert* ist oder an einen anderen als einen EPC-Einlass angeschlossen ist, geben Sie einen Makeup-Gasfluss ein. In diesem Fall ist lediglich konstanter Fluss verfügbar.

6. Geben Sie eine Zahl bei Adjust Offset ein oder drücken Sie auf [On], um die Einstellungsprozedur zu starten. Die Wasserstoff und doe Luftflüsse werden angeschaltet, wenn der Detektor eine Temperatur von 150°C erreicht hat.

Testbedingungen und Referenzchromatogramm

Dieser Abschnitt zeigt ein typisches Beispiel eines Testprobenchromatogramms. Es kann als Hilfestellung dienen, um die Geräteleistungsfähigkeit zu erfassen.

Beachten Sie, dass die aufgelisteten Injektionsvolumina bei bestimmten Betriebsbedingungen nicht unbedingt den tatsächlich injizierten absoluten Volumina entsprechen. Das angegebene Volumen bezieht sich auf die Strichmarke (Position des Spritzenstempels) einer 10-µl-Standardspritze. Bei einem beheizten Einlass schließt das wirklich injizierte Volumen zusätzliche 0,4-0,7 µL ein; das Probenvolumen, das aus dem Inneren der Spritzennadel verdampft wird. Beim On-Column-Einlass (nicht beheizt) stellt die Position des Spritzenkolbens das wirklich injizierte Volumen dar.

Beachten Sie auch, dass die folgenden Vorgehensweisen und Ergebnisse ausschließlich dafür gedacht sind, die einwandfreie Funktionsweise des Einlass- oder Detektorsystems festzustellen; sie sind nicht dafür geeignet, ein System auf seine spezifizierten Grenzen hin zu überprüfen.

NPD-Testbedingungen

Säule und Probe

Säulenart	HP-5 30m x 0.32mm x 0.25μm PN 19091J-413
Probe	NPD Referenzprobe 18789-60060
Injektionsvolumen	1 μL

Einlass

Temperatur	200°C Gespülter Gepacktsäuleneinlass oder Split/Splitless
	Ofennachführung Cool On-Column
	60°C PTV (siehe unten)
Einlassdruck	25 psi (Konstantdruck für EPC-Einlass, Helium)

Einlass, fortgesetzt

Split/Splitless-Einlass	
Modus	Splitless
Spülfluss	60 ml/min
Spülzeit	0,75 min
PTV	
Modus	Splitless
Temperatur im Einlass	60°C
Anfangshaltezeit	0.1 min
Rate 1	720°C/Min.
Final temp 1	350°C
Final time 1	2 min
Rate 2	100°C/Min.
Final temp 2	250°C
Final time 2	0 min
Einlassdruck	25 psi (Konstantdruck für EPC-Einlass)
Spülzeit	0,75 min
Spülfluss	60 ml/min

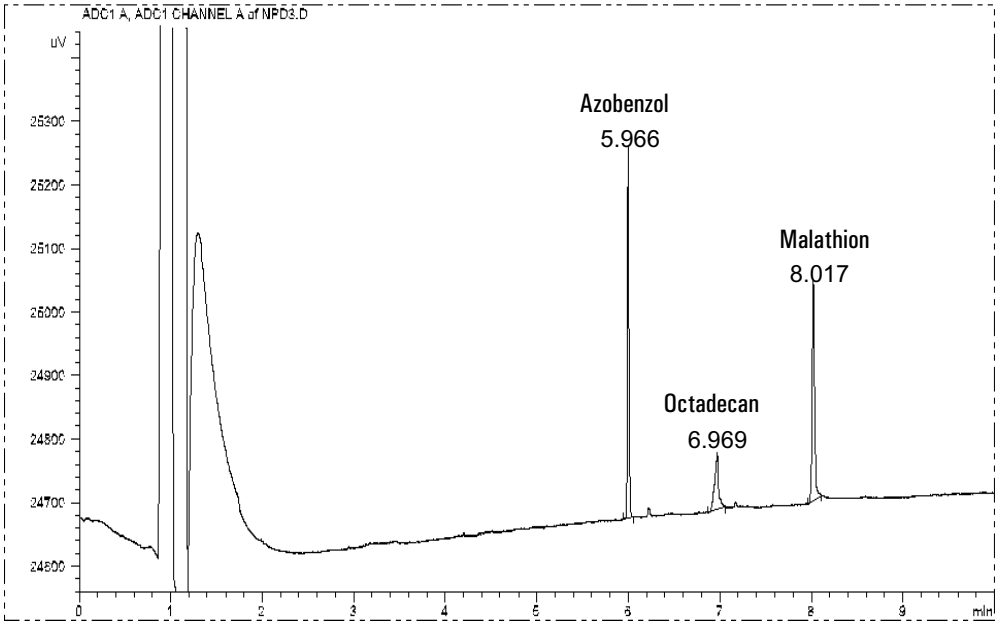
Detektor

Temperatur	300°C (Der empfohlene Bereich geht von 325 bis 330°C)
H_2-Fluss	3 ml/min
Luftfluss	60 ml/min
Makeup-+Säulenfluss	10 mL/Min (empfohlen: Stickstoff)
Offset	50 pA (empfohlen werden 30 bis 35)

Ofen

Anfangstemperatur	60°C
Anfangshaltezeit	0 min
Rate 1	20°C/min
Endttemp	200°C
Endzeit	3 min

Typisches NPD-Referenzchromatogramm



Ihre Retentionszeiten werden sich unterscheiden, die Peaksymmetrie sollte jedoch der in diesem Beispiel entsprechen.

Wartung eines Stickstoff-Phosphor-Detektors

Detaillierte Darstellung des NPDs

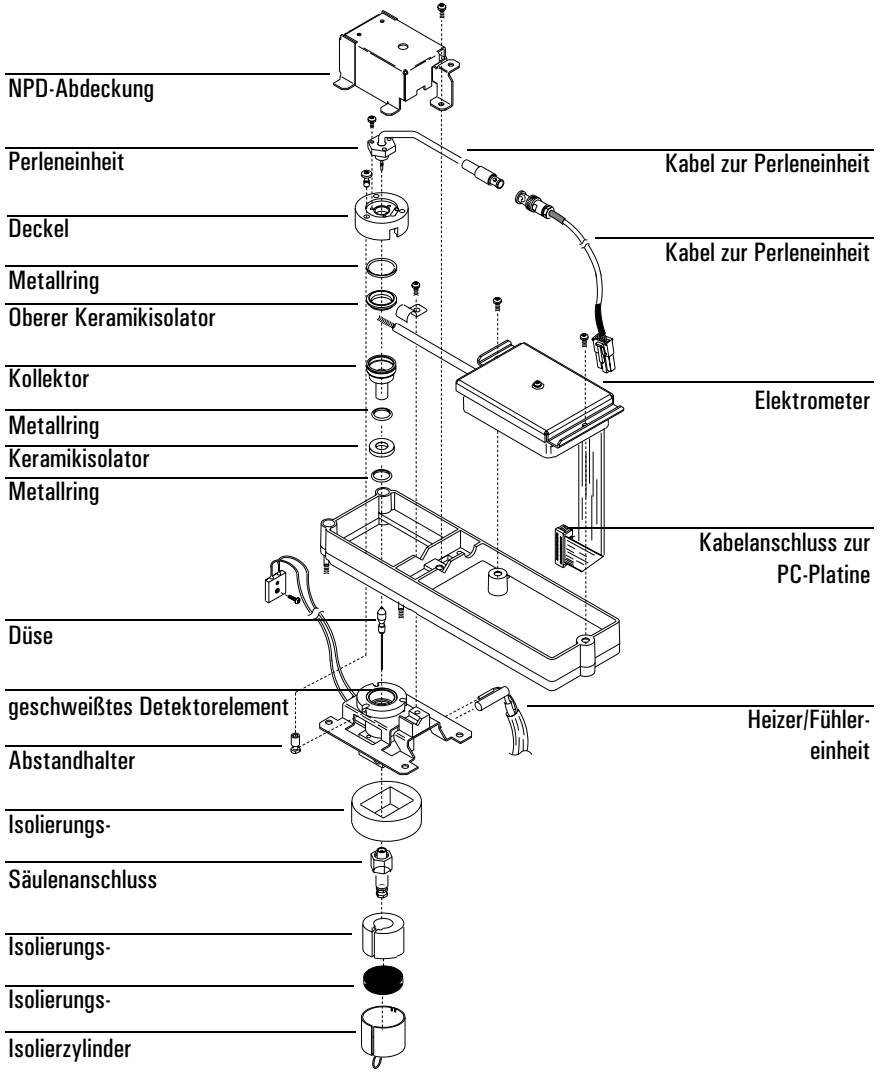


Abbildung 85 Der NPD

Behebung von NPD-Geräteproblemen

Nach injizierter Probe kein Detektorsignal

- Eine hohe Lösungsmittelmenge hat das Wasserstoff/Luftplasma gestört. Erhöhen Sie die Perlenspannung (Bead Voltage). Betreiben Sie den Detektor bei einem höheren Offset (beispielsweise 40 bis 50 pA) oder verwenden Sie Makeup-Gas mit einer Flussrate von 5 ml/min.
- Überprüfen Sie, ob Wasserstoff zum Detektor gelangt. Kontrollieren Sie, dass auch tatsächlich Wasserstoff von der externen Gasversorgung angeliefert wird. Kontrollieren Sie, dass Fluss (Flow) und Druck (Pressure) an der Tastatur angeschaltet sind. Die Flussrate für Wasserstoff sollte zwischen 1,0 und 5,5 ml/min liegen.
- Die Perle ist nicht angeschaltet. Schauen Sie durch das Abluftloch im Detektordeckel, ob die Perle orange glüht. Wenn die Perle nicht glüht, überprüfen Sie, ob die Stromversorgung der Perle hoch genug ist. Überprüfen Sie das Detektoruntergrundsignal. Setzen Sie die Perlenspannung auf Null, um einen Referenzuntergrundwert zu erhalten. Wenn Sie die Perlenspannung danach wieder hochsetzen, müssen Sie ein scharf ansteigendes Ausgangssignal erhalten, welches anzeigt, dass die Zündung stattgefunden hat. Wenn 4 V auf die Perle gegeben wurden, ohne dass sie gezündet hat, ist diese wahrscheinlich durchgebrannt. Ersetzen Sie die Perle.
- Das Stromversorgungskabel für die Perle ist defekt. Setzen Sie sich mit dem Agilent Kundendienst in Verbindung.
- Wenn der obere keramische Isolator kontaminiert ist und wenn die Perle ausgeschaltet ist, tritt ein hoher Offset-Strom (2 bis 15 pA oder mehr) auf. Dadurch wird die Empfindlichkeit direkt beeinflusst. Ersetzen Sie den keramischen Isolator.

Keine Basislinie; Das Ausgangssignal überschreitet 8 Millionen

- Das Elektrometerkabel ist nicht korrekt an der PC-Platine angeschlossen. Schalten Sie auf jeden Fall den GC aus, bevor Sie das Kabel erneut einstecken! Wenn das Signal nicht auf einen normalen Wert abfällt (<3 pA), müssen

Sie das Elektrometer austauschen. Setzen Sie sich mit dem Agilent Kundendienst in Verbindung.

- Der Kollektor ist mit dem Detektorgehäuse kurzgeschlossen. Überprüfen Sie die Isolatoren.

Das Basislinienniveau ist 0,0

- Das Elektrometer ist defekt. Setzen Sie sich mit dem Agilent Kundendienst in Verbindung.

Großer positiver Basislinienversatz mit nur langsamer Abnahme auf das ursprüngliche Basisliniensignal

- Das Lösungsmittel beinhaltet eine signifikante Konzentration chlorierter Kohlenwasserstoffe. Erstellen Sie eine Zeittabelle, durch die der Wasserstoff-Gasfluss während der Injektionszeit ausgeschaltet wird. Wenn das Lösungsmittel den Detektor passiert hat, stellen Sie wieder den vorherigen Flusswert für Wasserstoff ein. Normalerweise wird der NPD dann schnell zu seiner stabilen Basislinie zurückkehren.

Die Basislinie kehrt nach dem Lösungsmittelpeak nicht auf den normalen Wert zurück

- Erstellen Sie eine Zeittabelle, durch die der Wasserstoff-Gasfluss während der Injektionszeit ausgeschaltet wird. Wenn das Lösungsmittel den Detektor passiert hat, stellen Sie wieder den vorherigen Flusswert für Wasserstoff ein. Normalerweise wird der NPD dann schnell zu seiner stabilen Basislinie zurückkehren.

  Fügen Sie Makeup-Gas mit einer Flussrate von 5 ml/min hinzu.

  Eine hohe Lösungsmittelmenge hat das Wasserstoff/Luftplasma gestört. Erhöhen Sie die Perlenspannung (Bead Voltage). Betreiben Sie den Detektor bei einem höheren Offset (beispielsweise 40 bis 50 pA).

Adjust Offset funktioniert nicht einwandfrei (der Wert ist um mehrere hundert pA zu hoch oder zu niedrig)

- Auf der Spitze der Düse brennt eine Flamme. Wenn der Wasserstoff-Gasfluss zu hoch ist, wird die Flamme an der Düsenspitze weiterbrennen. Stellen Sie

den Wasserstoff-Gasfluss komplett aus und vermindern Sie die Flussrate. Die Wasserstoff-Flussrate sollte 4.0 mL/Min niemals überschreiten.

Große Lösungsmittelsignale mit sehr kleinem NPD-Signal

- Überprüfen Sie die Flussrate für den Wasserstoff. Ist sie zu hoch, kann eine Flamme auf der Düsenspitze brennen. Stellen Sie den Wasserstoff-Gasfluss komplett aus und vermindern Sie die Flussrate. Die Wasserstoff-Flussrate sollte 4.0 mL/Min niemals überschreiten.
- Der Kollektor kann kontaminiert sein. Wechseln Sie den Kollektor und die keramischen Isolatoren aus.

Langsam abfallende Peakflanke (Peak Tailing)

- Stellen Sie sicher, dass Liner und Säule im bestmöglichen Zustand sind.
- Manche polaren Substanzen zeigen bei Kontakt mit dem metallischen Kollektor ein Tailing. Dafür werden die optionalen erweiterten Düsen (Extended Jets) empfohlen.
- Manche Substanzen, speziell die phosphorhaltigen, verursachen Peak-Tailing. Für phosphorhaltige Substanzen wird die optionale schwarze Keramikperle (Black Ceramic Bead) empfohlen.

Die Basislinie steigt während eines Ofentemperaturprogramms signifikant nach oben an

- Wenn die Ofentemperatur während eines Laufes drastisch ansteigt (beispielsweise von 50 auf 350°C), ist ein Anstieg von 10 bis 15 pA normal. Heizen Sie, wenn Sie starken Basislinienanstieg erwarten, die Einlässe und den Ofen 60 Minuten lang bis auf über 300°C auf, um starken Basislinienanstieg während des Laufes zu vermeiden.
- Stellen Sie sicher, dass die Detektorisolierung keine Sprünge hat oder sonstwie beschädigt ist.

Hohe Detektorbasislinie bei GC auf Raumtemperatur

- Feuchtigkeit im Detektor kann dazu führen, dass das Signal das zehn- bis hundertfache Signal in pA hat, wenn der Detektor auf niedrigen Temperaturen (wie Raumtemperatur) ist. Setzen Sie die Detektortemperatur auf 150°C

und schalten Sie die Detektorgase ein. Die Basislinie sollte innerhalb von etwa zehn Minuten auf einen Wert von unter 1 pA abfallen.

Das Basisliniensignal fällt nicht auf einen Wert unter 3 pA, wenn die Perlenspannung auf 0 gesetzt ist

- Der Keramikisolator kann verschmutzt sein. Die Isolatoren müssen sehr sauber sein, damit das NPD-Ergebnis zufrieden stellend ist. Informationen zur Reinigungsprozedur erhalten Sie auf Seite 614 im Abschnitt „Reinigung des Kollektors und Detektors sowie Austausch der Isolatoren und Ringe“.

Vorgehensweise: Austausch der Perleneinheit

Die Perle, die auch als „Quelle“ bezeichnet wird, ist der aktive Teil des NPDs. Die Perle ist Teil einer Einheit, bestehend aus einem Kabel, das in einem Verbindungsstück endet, und einem Metallsechskant, auf dem die Keramikperle angebracht wird. Die NPD-Perleneinheit muss ausgebaut werden, um ausgetauscht zu werden oder um die Reinigung des Kollektors durchführen zu können.

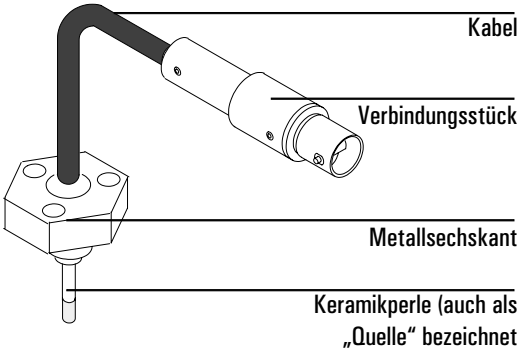


Abbildung 86 Die NPD-Perleneinheit

VORSICHT Die Keramikperle ist empfindlich. Seien Sie vorsichtig, damit die Perle nicht bricht oder zerkratzt. Vermeiden Sie bei Wartungsarbeiten am NPD, die Perle mit den Fingern anzufassen und sie in Kontakt mit anderen Oberflächen kommen zu lassen.

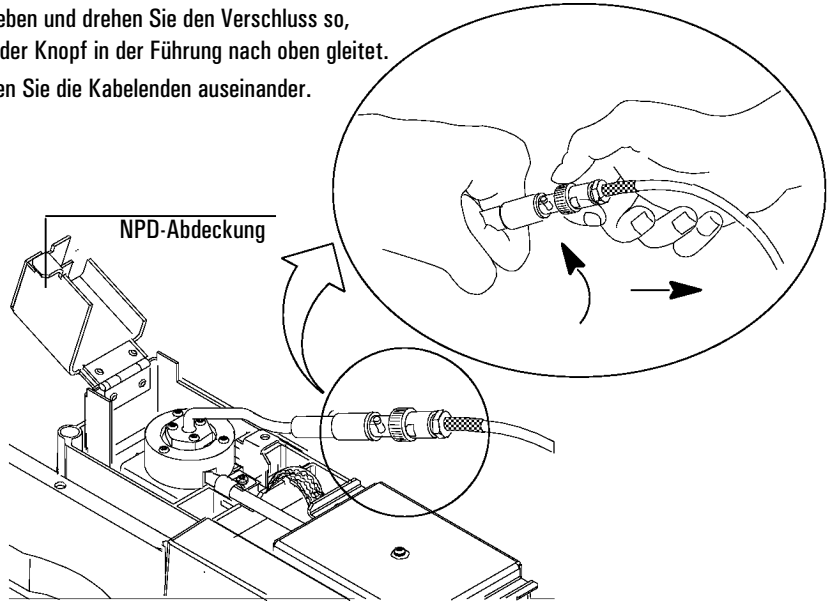
VORSICHT Seien Sie vorsichtig! Der Ofen oder die Detektoranschlüsse können so heiß sein, dass sie bei Berührung Verbrennungen verursachen.

Benötigte Materialien:

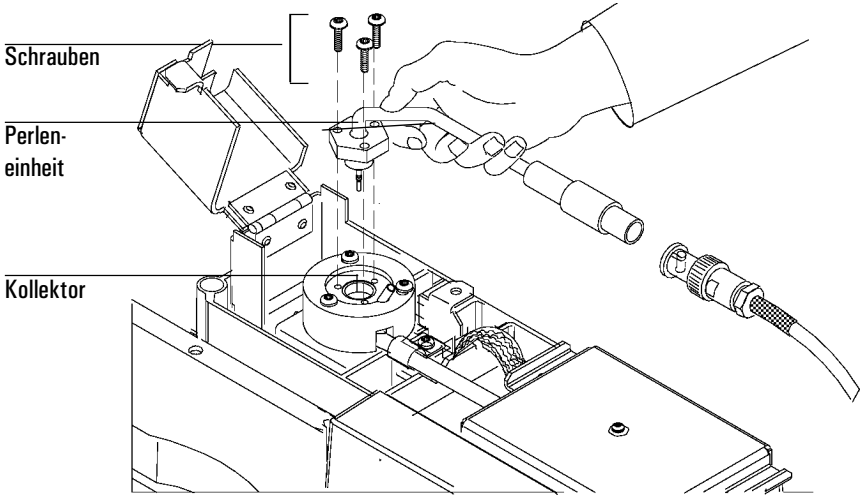
- T-10 Torx-Schraubendreher
- Eine Schutzkappe für die Perle

1. Vorbereitende Schritte:
   - Kühlen Sie den Detektor auf 100°C oder weniger ab, bevor Sie die Perle wechseln.
   - Heben Sie die obere Abdeckung des GCs hoch und öffnen Sie die NPD-Abdeckung, um den Abkühlungsprozess zu beschleunigen.
   - Schalten Sie den Detektor aus. Stellen Sie die Perlenspannung (Bead Voltage) auf weniger als 2.0 Volt ein. Lassen Sie die Gase angestellt.
   - Öffnen Sie die obere Detektorabdeckung des GCs und entfernen Sie die obere Abdeckung für die Elektronik.
2. Lösen Sie die Kabelverbindung, indem Sie den Ring drehen und die Enden auseinander ziehen.

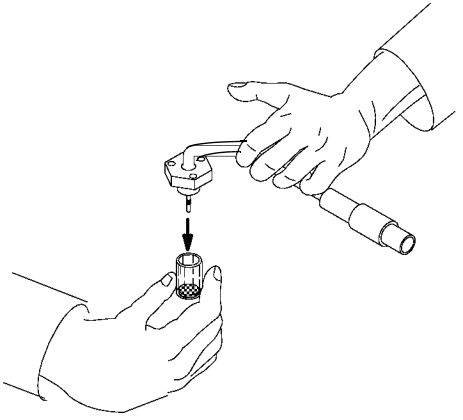
1. Schieben und drehen Sie den Verschluss so, dass der Knopf in der Führung nach oben gleitet.
2. Ziehen Sie die Kabelenden auseinander.



3. Verwenden Sie den Torx-Schraubendreher, um die drei Schrauben aus der Perleneinheit herauszudrehen. Fassen Sie das Kabel vorsichtig an und ziehen Sie die Perleneinheit gerade nach oben heraus. Vermeiden Sie, die Perle gegen die Seitenwand des Kollektors stoßen zu lassen.

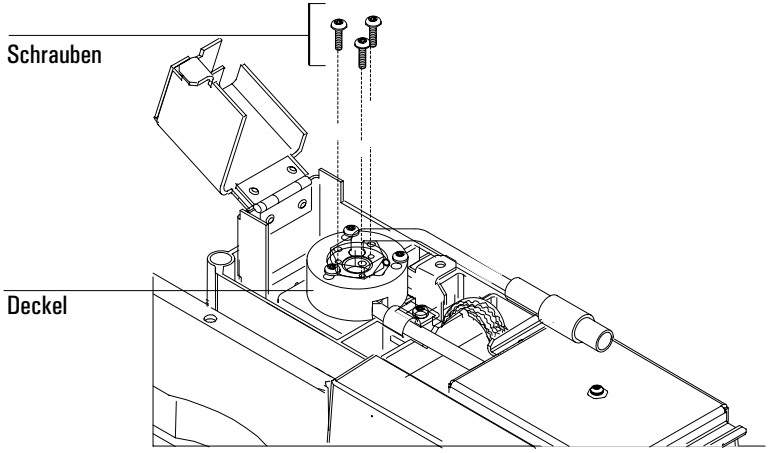


4. Nehmen Sie die Kappe von der neuen Perle ab, indem Sie sie von der Kabelseite aus herunterschieben. Die Perle darf die Seiten der Kappe nicht berühren.

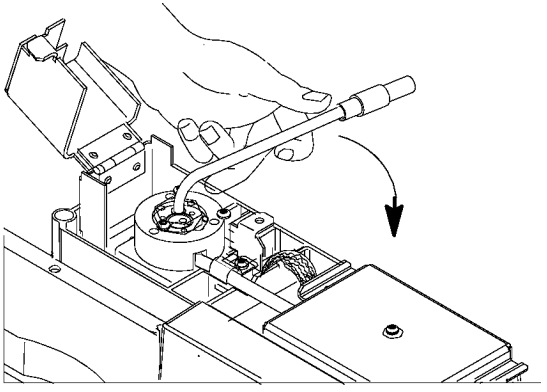


5. Befestigen Sie die neue Perleneinheit auf dem NPD-Deckel. Die Perle darf dabei nicht den Deckel oder den Kollektor berühren. Setzen Sie die drei Schrauben ein. Schrauben Sie die erste Schraube nur fingerfest, ziehen Sie

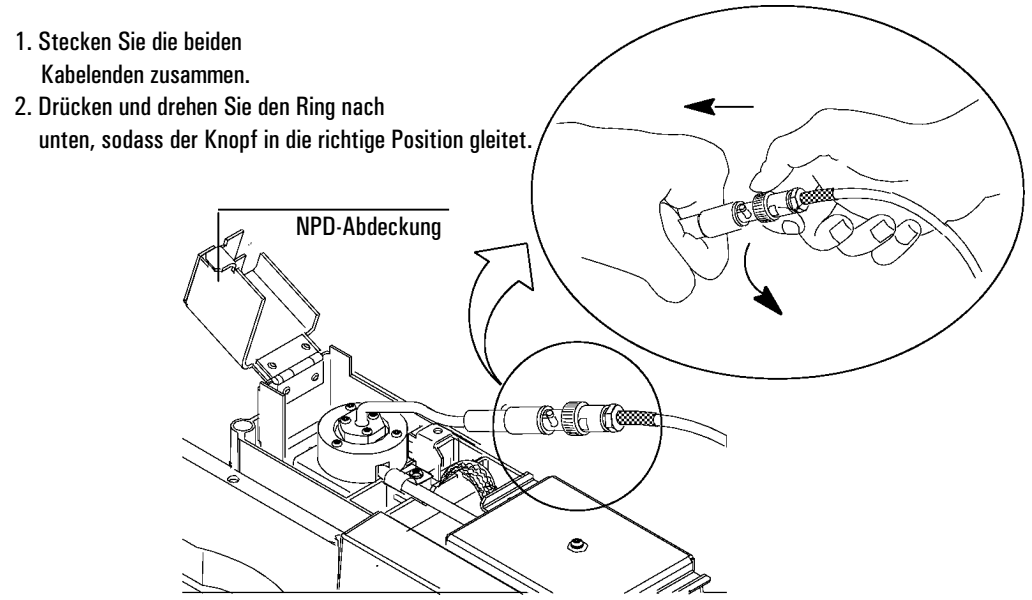
die anderen beiden Schrauben fest und ziehen Sie dann die erste Schraube nach.



6. Biegen Sie das Kabel für die Perleneinheit um 90 Grad. Unterstützen Sie die Perle dabei wie im nächsten Bild gezeigt.



7. Stecken Sie das Stromkabel für die Perle wieder mit dem Stromkabel für den NPD zusammen und drehen Sie den Ring, um die Verbindung zu schließen.



8. Schließen Sie die Abdeckungen des NPDs und des GC-Detektors. Montieren Sie wieder die obere Elektronikabdeckung. Alle drei Abdeckungen müssen ordnungsgemäß geschlossen sein, damit Sie eine stabile NPD-Basislinie erhalten. Kehren Sie zu den normalen Betriebsbedingungen zurück.
9. Heizen Sie den Detektor ungefähr 15 Minuten auf 150°C. Dann erhöhen Sie die Temperatur auf die Betriebstemperatur (empfohlen werden 325 bis 335°C). Warten Sie 15 Minuten bis zur Gleichgewichtseinstellung.
10. Stellen Sie die Equilibrierzeit (Equilibration Time) auf 0.0. Starten Sie dann entweder Adjust Offset oder steigern Sie allmählich die Perlenspannung (Bead Voltage), ungefähr jeweils um 0,01 Volts, bis die Basislinie auf den gewünschten Offset-Wert ansteigt.

Vorgehensweise: Reinigung des Detektors und des Kollektors, sowie Austausch der Isolatoren und Ringe

Mit der Zeit können sich im Kollektor Rückstände von der Perle oder von Proben ansammeln und Basislinienprobleme verursachen. Sie sollten den Kollektor reinigen, nachdem Sie zwei- bis dreimal die Perle ausgetauscht haben.

Die Keramikisolatoren müssen sehr sauber bleiben, damit eine stabile Basislinie erreicht wird. Tragen Sie immer Handschuhe, wenn Sie die Isolatoren ein- oder ausbauen müssen. Saubere Isolatoren sollten bei ausgeschaltetem Wasserstoff oder einer Perlenspannung von 0 einen Offset von nicht mehr als 1,0 pA liefern, normalerweise nur ungefähr 0,5 pA.

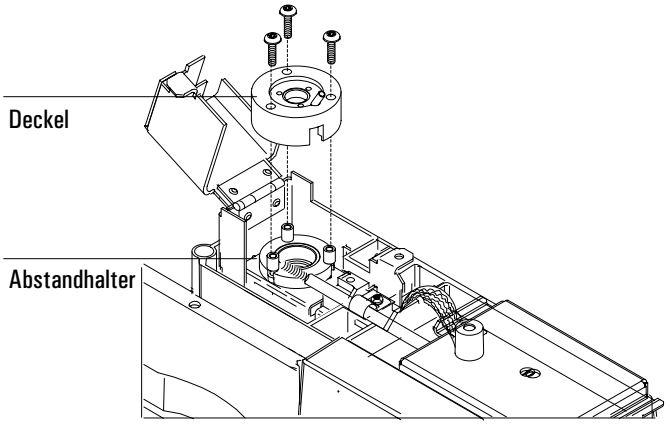
Die C-Ringe aus Metall leiden bei jedem Montieren und Demontieren etwas. Nach einigen Montagen und Demontagen (fünf oder mehr) dichten die Ringe möglicherweise nicht mehr effektiv, was eine unregelmäßige Basislinie zur Folge hat. Es gibt einen Ersatzteilkit mit einem keramischen Isolator und einer Dichtung (Ceramic Insulator und Seal) (Teile-Nr. 5182-9722). Kühlen Sie den Detektor stets auf Umgebungstemperatur ab, wenn Sie die Dichtungen und Isolatoren wechseln.

VORSICHT Seien Sie vorsichtig! Der Ofen oder die Detektoranschlüsse können so heiß sein, dass sie bei Berührung Verbrennungen verursachen.

Benötigte Materialien:

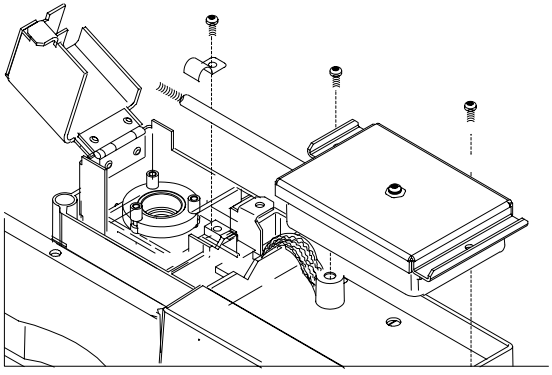
- T-10 und T-20 Torx-Schraubendreher
- Eine Schutzkappe für die Perle
- Baumwolltupfer
- Methanol oder Aceton
- Druckluft oder Stickstoff
- Fusselfreie Handschuhe
- Kornzange oder Pinzette
- Neue Metallringe und keramische Isolatoren (Kit Teile-Nr. 5182-9722)

1. Vorbereitende Schritte:
   - Kühlen Sie den Detektor auf 60°C oder weniger ab. Heben Sie die Detektorabdeckung des GCs hoch und öffnen Sie die eingehängte NPD-Abdeckung, um den Detektor schneller abzukühlen.
   - Schalten Sie die Temperatur, die Gase und die Perlenspannung aus.
   - Schalten Sie das Elektrometer aus; drücken Sie auf [Config] [Front Det] oder [Config] [Back Det], blättern Sie bis zu Electrometer und drücken Sie [Off].
   - Nehmen Sie die obere Abdeckung der Elektronik ab.
2. Ziehen Sie die fusselfreien Handschuhe an, bevor Sie Detektorteile berühren.
3. Demontieren Sie die Perle. Die Prozedur ist auf Seite 609 beschrieben. Setzen Sie vorsichtig die Schutzkappe auf die Perle.
4. Verwenden Sie den T-20-Schraubendreher, um die drei Schrauben, die den Deckel halten, herauszuschrauben und nehmen Sie dann den Deckel ab. Metallring und Keramikisolator können am Deckel festhängen.

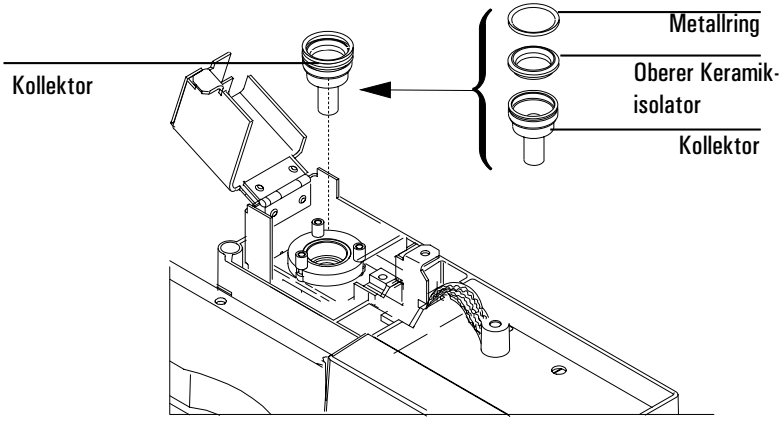


5. Schrauben Sie die drei Schrauben los, die das Elektrometer und die Zwischenverbindung sichern. Ziehen Sie das Elektrometer vom Detektor ab, um

die Zwischenverbindung freizulegen. Drehen Sie das Elektrometer nach rechts, um mehr Platz zum Arbeiten zu bekommen.

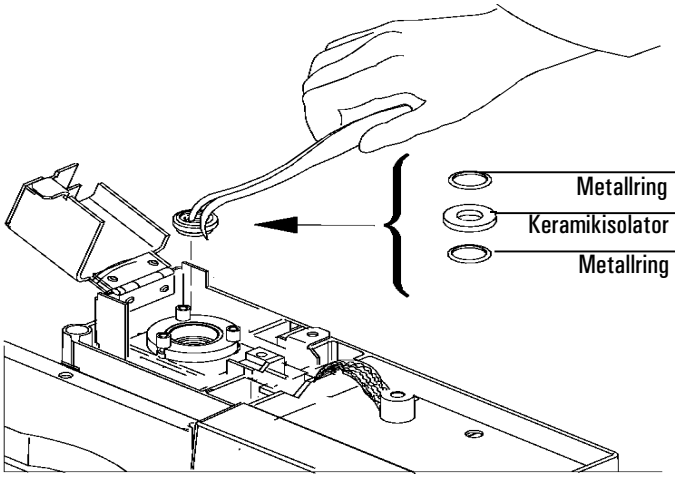


6. Nehmen Sie den großen Metallring und den oberen Keramikisolator ab, falls sie nicht am Deckel hängen. Nehmen Sie den Kollektor heraus. Wenn Sie den Detektor bei hohen Temperaturen betreiben, können diese Teile innen am Detektor festgebacken sein. Drücken und rütteln Sie daran, um die Dichtung zu brechen.

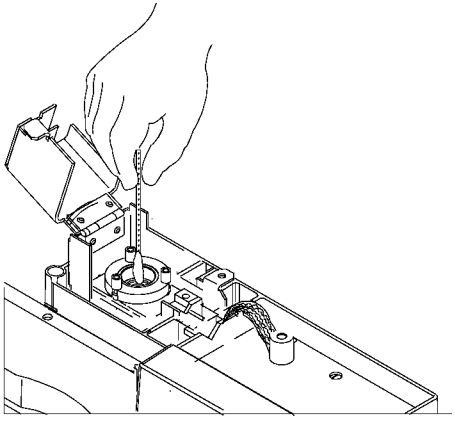


7. Nehmen Sie mit Hilfe der Kornzange den unteren Keramikisolator und die beiden kleinen Metallringe, die sich darüber und darunter befinden, heraus. Wenn diese Teile zusammenkleben, nehmen Sie sie nicht auseinander. Wenn sie nicht aneinander kleben, merken Sie sich, welcher Metallring oben auf

dem Isolator saß und welcher darunter! Sie müssen die Teile in gleicher Ausrichtung und Reihenfolge wieder zusammenbauen.



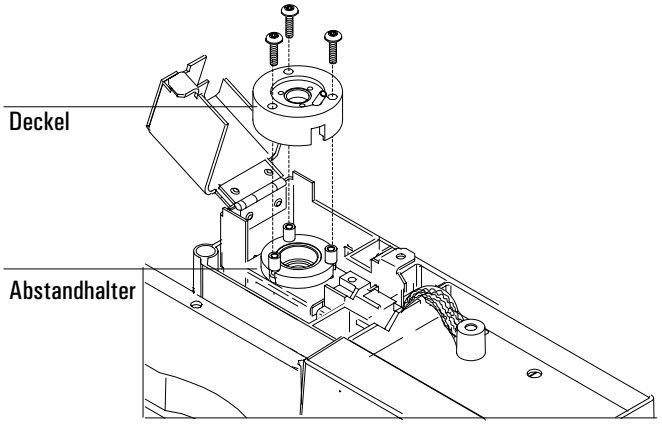
8. Verwenden Sie einen in Lösungsmittel getränkten Baumwolltupfer, um die Rückstände an der Innenseite des Kollektors und um die Umrandung herum zu entfernen. Wischen Sie genauso die Detektorgrundeinheit um die Düse herum ab.



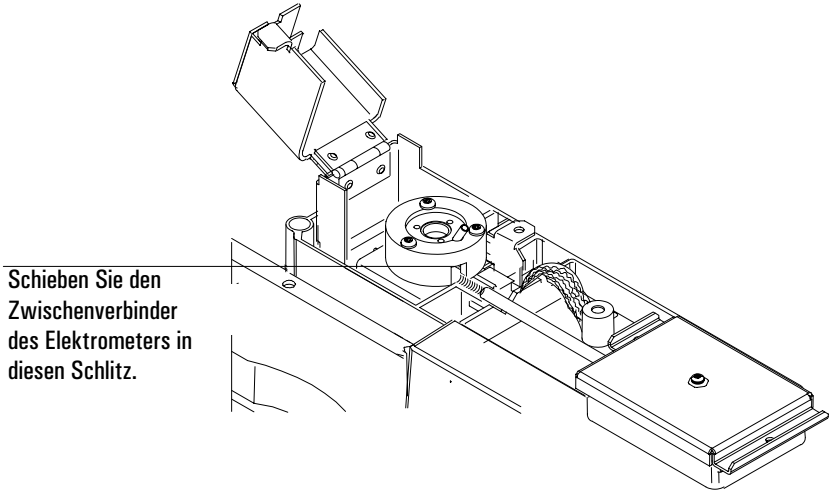
Wenn der Kollektor oder der obere keramische Isolator wirklich verunreinigt ist, dann mag eine Reinigung nicht mehr helfen. Ersetzen Sie sie dann durch neue Teile.

9. Installieren Sie wieder den alten oder einen neuen unteren Metallring, den unteren Keramikisolator und den zweiten Metallring. Installieren Sie den sauberen (oder neuen) Kollektor. Installieren Sie wieder den alten oder einen neuen oberen Keramikisolator und den großen Metallring oben auf dem Kollektor.

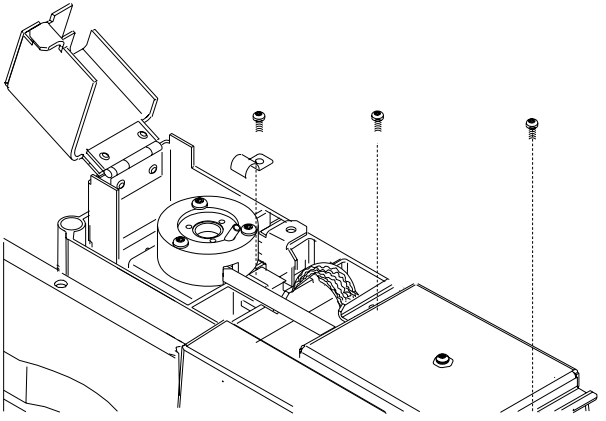
10. Befestigen Sie den Deckel wieder. Achten sie darauf, dass die drei Abstandhalter in den vorgesehenen Schlitzen sind. Halten Sie den Deckel waagerecht, während Sie die Schrauben festdrehen, bis Sie den Deckel berühren. Drehen Sie sie reihum jeweils eine halbe Umdrehung fester, bis alle Schrauben fest angezogen sind.



11. Schieben Sie den Zwischenverbinder des Elektrometers in den Schlitz auf dem Deckel. Senken Sie das Elektrometer in die Montagevorrichtung ab.

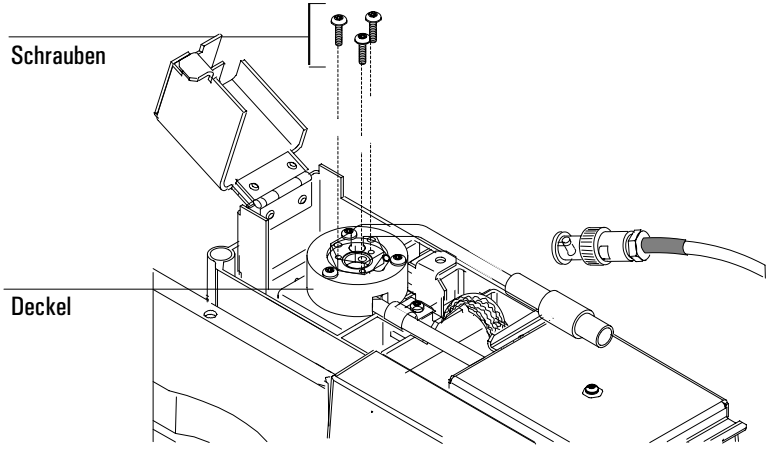


12. Befestigen Sie die Klammer wieder und schrauben Sie die drei Schrauben wieder an.

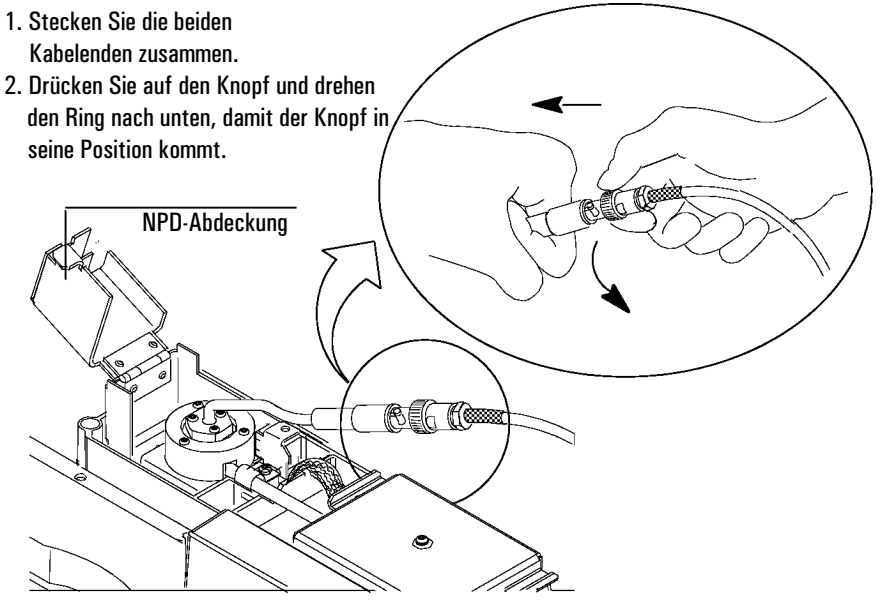


13. Nehmen Sie die Schutzkappe der Perle ab und bauen Sie die Perle ein. Setzen Sie die drei Schrauben ein. Ziehen Sie die erste Schraube nur sehr leicht an.

Dann die anderen beiden Schrauben hineinschrauben und festziehen. Danach ziehen Sie die erste Schraube fest.



14. Schließen Sie wieder das Kabel der Perleneinheit an das NPD-Sromversorgungskabel an und drehen Sie den Ring, um die Verbindung zu sichern. Schließen Sie die NPD-Abdeckung und die GC-Detektorabdeckung und bringen Sie wieder die obere Abdeckung für die Elektronik an. Sie können jetzt zu den normalen Betriebsbedingungen zurückkehren.



Nachdem Sie den Detektor wieder zusammengebaut haben, sollten Sie seine Funktion überprüfen. Drehen Sie die Gase an und setzen Sie die Perlenspannung hoch, um den Detektorbetrieb wieder zu starten. Achten Sie darauf, dass die Einstellung des Offsets zu Ihrem Detektor passt. Sind die Werte nicht normal, ist der Kontakt der Feder des Elektrometers mit dem Detektor nicht korrekt oder der Detektor wurde nicht einwandfrei zusammengebaut.

Austausch oder Reinigung der Düse

Da es keine Flamme im NPD gibt, sammelt die Düse keine Silikat- oder Rußablagerungen, wie es bei der FID-Düse der Fall ist. Obwohl Sie die Düsen reinigen können, ist es empfehlenswert, die verschmutzte Düse gegen eine neue auszutauschen. Wenn Sie die Düse reinigen möchten, benutzen Sie einen Reinigungsdraht (Bestellnummer 18765-20070) und achten Sie darauf, die Düse nicht innen zu zerkratzen. Sie können auch ein Ultraschallbad für die Reinigung der Düse verwenden.

Tabelle 66 listet die NPD-Düsen auf.

Tabelle 66 NPD-Düsen

Säulenart	Bestell-Nr.	Eingesetzt mit
Standard Jet	G1531-80560	Kapillar-optimierte (Capillary-Optimized) NPD
Extended Jet (Erweiterte Düse) (optional)	G1534-80580	Kapillar-optimierte (Capillary-Optimized) NPD
Extended Jet (Erweiterte Düse) (optional)	G1534-80590	Adaptierbarer NPD

Die Reinigung der Düse besteht aus vier Teilschritten: Ausbau der Düse, Überprüfung der Düse auf Beschädigung oder Verschleiß hin, Reinigung der Düse (optional) und Austausch der Düse mit Wiedereinbau in den Detektor.

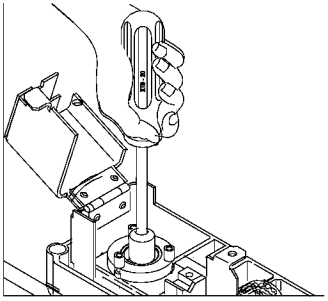
Vorgehensweise: Ausbau und Begutachtung der Düse

Benötigte Materialien:

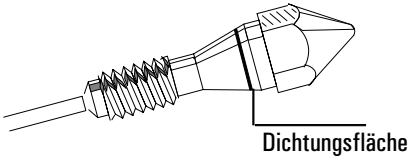
- T-10 und T-20 Torx-Schraubendreher
- 1/4"-Sechskantschlüssel
- Eine Schutzkappe für die Perle
- Fusselfreie Handschuhe
- Kornzange oder Pinzette
- Erdungsarmband

1. Vorbereitende Schritte:
   - Heben Sie die obere Abdeckung und die NPD-Abdeckung hoch. Kühlen Sie den Detektor auf 60°C oder weniger ab. Schalten Sie die Einlassgase aus.
   - Schalten Sie die Temperatur, die Gase und die Perlenspannung aus.
   - Schalten Sie das Elektrometer aus; drücken Sie auf [Config] [Front Det] oder [Config] [Back Det], blättern Sie bis zu Electrometer und drücken Sie [Off].
   - Kühlen Sie den Ofen auf Raumtemperatur ab. Schrauben Sie die Säule aus dem Detektor und verschließen Sie die Säulenverbindung des Detektors.
   - Öffnen Sie die Detektorabdeckung des GCs und entfernen Sie die obere Abdeckung für die Elektronik.
2. Bauen Sie den Kollektor, die Keramikisolatoren und die Metallringe ab. Eine Anleitung hierzu finden Sie auf Seite 614.

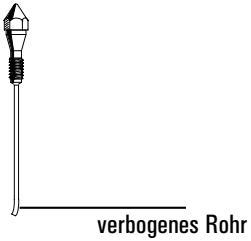
3. Verwenden Sie den Steckschlüssel, um die Düse loszuschrauben. Ziehen Sie die Düse gerade aus dem Detektor heraus. Sie können hierfür die Pinzette zur Hilfe nehmen.



4. Untersuchen Sie die Dichtungsfläche der Düse auf Kratzer hin. Ein kleiner Ring auf der Dichtungsfläche ist normal, alle anderen Kratzer sind nicht akzeptierbar.



5. Überprüfen Sie das Rohr der Düse und stellen Sie sicher, dass es nicht gebogen oder an einer Stelle zusammengeklemmt ist.



6. Indem Sie die Düse gegen eine Lichtquelle halten, können Sie sehen, ob sich Verunreinigungen im Rohr festgesetzt haben. Ist es nicht kontaminiert, ist das Rohr durchgängig.

VORSICHT Die adaptierbare erweiterte NPD-Düse (Adaptable Extended Jet) ist länger als die kapillaroptimierte erweiterte NPD-Düse (Capillary-Optimized Extended Jet) und sollte niemals in einen kapillaroptimierten Detektor installiert werden.

Vorgehensweise: Reinigung der Düse

Es ist oft einfacher, verschmutzte Düsen gegen neue auszutauschen, als sie zu reinigen, vor allem, wenn sie stark kontaminiert sind.

VORSICHT Wenn Sie die Düse reinigen möchten, müssen Sie vorsichtig mit dem Reinigungsdraht umgehen. Die Düse darf inwändig nicht zerkratzt werden, da sie sonst ruiniert ist. Sie können auch die Reinigungsprozedur mit dem Draht überspringen und ausschließlich die Reinigungsmethode mit dem wässrigen Bad benutzen.

Benötigte Materialien:

- Kleines Ultraschallreinigungsbad
- Wässriges Spülmittel
- GC-reines Methanol in einer Teflon-Waschflasche
- Flammendetektor-Reinigungskit (Bestellnr. 9301-0985)
- Trockene, gefilterte Druckluft oder Stickstoff

1. Schieben Sie einen Reinigungsdraht durch die Spitze der Düse. Ziehen Sie ihn mehrere Male vor und zurück, bis er frei beweglich ist. Seien Sie vorsichtig, damit Sie nicht die Innenseite der Düse zerkratzen.
2. Wässriger Reinigungsschritt:
   a. Füllen Sie das Ultraschallbad mit wässrigem Spülmittel und legen Sie die Düse hinein. Behandeln Sie sie fünf Minuten mit Ultraschall.
   b. Setzen Sie die Düsen-Reibahle ein, um das Innere der Düse zu reinigen.
   c. Behandeln Sie sie noch einmal fünf Minuten mit Ultraschall.

   Fassen Sie ab diesem Zeitpunkt die Teile nur noch mit der Kornzange (oder Pinzette) an!

a. Nehmen Sie die Düse aus dem Bad heraus und spülen Sie sie zuerst sorgfältig mit heißem Leitungswasser ab. Spülen Sie sie anschließend mit einer kleinen Menge Methanol.

b. Blasen Sie die Düse mit einem Stoß komprimierter Luft trocken und legen Sie dann die Düse auf ein Stück Papier zum Trocknen an der Luft.

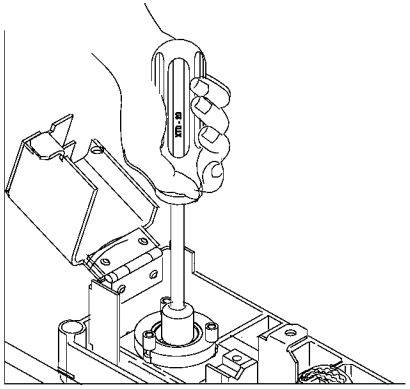
Vorgehensweise: Austausch der Düse und Zusammenbau des Detektors

Benötigte Materialien:

- T-10 und T-20 Torx-Schraubendreher
- Eine Schutzkappe für die Perle
- Erdungsarmband
- Fusselfreie Handschuhe

VORSICHT Die adaptierbare erweiterte NPD-Düse (Adaptable Extended Jet) ist länger als die kapillaroptimierte erweiterte NPD-Düse (Capillary-Optimized Extended Jet) und sollte niemals in einen kapillaroptimierten Detektor installiert werden.

1. Stecken Sie die Düse in den Detektorgrundkörper und ziehen Sie sie mit dem Steckschlüssel leicht fest. Ziehen Sie die Düse jedoch nicht zu fest an.



2. Montieren Sie den Detektor wieder. Die Anleitung dafür finden Sie ab Seite 618.

25 Der Elektroneneinfang-Detektor

Vorschriften und Sicherheitsinformationen

Das ^{63}Ni-Isotop

ECD-Lizenzen

Spezifische Lizenz (Specific License)

Allgemeine Lizenz (General License)

µ-ECD-Warnungen

Sicherheits- und Vorsichtsmaßnahmen beim Umgang mit den µ-ECDs

Allgemeine Informationen

Linearität

Detektorgas

Temperatur

Elektrometer

Arbeiten mit dem µ-ECD

Säulen und Filter

Arbeiten mit dem µ-ECD

Testbedingungen und Referenzchromatogramm

µ-ECD-Testbedingungen

Typisches µ-ECD-Referenzchromatogramm

Wartung des Detektors

Behebung von Leistungsfähigkeitsproblemen

Überprüfen auf Undichtigkeit

Thermisches Reinigen

Durchführung eines Wischtests (Radioaktivitäts-Lecktest)

Der Elektroneneinfang-Detektor

Vorschriften und Sicherheitsinformationen

Dieses Kapitel beschreibt den Mikro-Zellen-Detektor (µ-ECD).

Der µ-ECD enthält eine mit Ni^{63}, einem radioaktiven Isotop, beschichtete Zelle. Ni^{63} sendet β–Teilchen aus, die mit den Trägergasmolekülen kollidieren und dabei niederenergetische Elektronen erzeugen – jedes β-Teilchen erzeugt etwa 100 Elektronen. Die freien Elektronen erzeugen einen geringen Stromfluss – als *Referenzstrom* oder *stehender Strom* bezeichnet – der gesammelt und mit einer Impulsschaltung gemessen wird.

Kommt ein Probenmolekül in Kontakt mit den freien Elektronen, können die Elektronen vom Probenmolekül eingefangen werden, sodass sich ein negativ geladenes Ion bildet. Die Spannung an den Elektroden der Zelle wird gepulst, sodass die nicht eingefangenen Elektronen periodisch eingesammelt werden. Die schwereren Ionen hingegen bleiben davon nahezu unberührt und werden mit dem Trägergasfluss aus dem Auslass herausgespült.

Der Strom an der Zelle wird gemessen und mit einem Referenzstrom verglichen. Die Pulsrate wird so eingestellt, dass sich ein konstanter Strom in der Zelle ergibt. Je höher die Zahl an nicht eingefangenen (freien) Elektronen ist, desto niedriger muss die Pulsfrequenz sein, um dem Referenzstrom zu entsprechen. Passiert eine Substanz den Detektor, die die Elektronen einfängt, steigt die Pulsrate an. Die Pulsrate wird in eine Spannung umgewandelt und als Signal dargestellt.

Das ^{63}Ni-Isotop

Das radioaktive Isotop, das in der Zelle eingesetzt wird, ist Ni^{63}. Die innere Oberfläche des Zellkörpers ist mit diesem Material beschichtet. Bei den Temperaturen, die in der Chromatographie Verwendung finden, ist es fest. Einige seiner Eigenschaften sind in der Tabelle 67 aufgelistet.

Tabelle 67 Eigenschaften des ^{63}Ni

Halbwertzeit:	101,1 Jahre
Emission:	65,87 keV max., Betastrahlung
Schmelzpunkt:	1453°C
Dimensionen des aktiven Teils des µ-ECD:	Innerer Durchmesser: 6 mm Höhe: 4,2 mm
Totale Aktivität (µ- ECD-Zelle):	555 MBq (15 millicurie) maximal

ECD-Lizenzen

Kunden in den Vereinigten Staaten können einen µ-ECD entweder unter einer General License oder einer Specific License erwerben. Kunden außerhalb der Vereinigten Staaten können in ihren lokalen Agilent-Verkaufsbüros nähere Informationen erhalten.

Spezifische Lizenz (Specific License)

Sie benötigen für die Specific License µ-ECDs eine Materials License von der Nuclear Regulatory Commission (NRC) oder der lokalen Strahlenschutzbehörde, die Ihnen erlaubt, die Menge und die Art der Radioisotope zu besitzen, die im Detektor eingesetzt werden. Normalerweise können Sie den µ-ECD an andere Lizenznehmer der Specific License versenden, verkaufen oder transferieren. Wenn es die Lizenz erlaubt, dann dürfen Sie auch den µ-ECD zu Reinigungszwecken öffnen.

Allgemeine Lizenz (General License)

Für die General License ECDs wird keine Materials License benötigt. Sie werden automatisch ein Lizenznehmer der General License, wenn Sie einen µ-ECD direkt von Agilent Technologies kaufen. In einigen Staaten ist es erforderlich, dass Sie den ECD in einer Staatsagentur registrieren lassen.

Bei der Allgemeinen Lizenz (General License) gibt es einige Einschränkungen:

1. Die Besitzer dürfen die µ-ECD-Zelle nicht öffnen.
2. Die Besitzer dürfen die Zelle in keiner Weise modifizieren.
3. Die Besitzer dürfen beim internen Reinigen der Zelle keine Lösungsmittel verwenden, einschließlich Wasser.
4. Die Besitzer dürfen nicht in den Überhitzungsschutz-Schaltkreis, der mit dem µ-ECD geliefert wird, eingreifen oder versuchen, ihn zu umgehen.
5. Die Besitzer dürfen den µ-ECD nicht zu einer anderen Person oder zu einer anderen Lokalität transferieren, ausgenommen, wenn es in den Applicable Regulations beschrieben ist.
6. Die Besitzer müssen mindestens alle sechs Monate einen radioaktiven Lecktest durchführen.
7. Die Besitzer müssen Aufzeichnungen machen, wie sie von ihren lokalen Agenturen (der NRC oder in manchen Staaten einer Staatsagentur) vorgeschrieben sind.
8. Die Besitzer müssen die Agentur im Falle von Unfällen oder Fehlfunktionen, die zu einem gefährlichen Zustand führen könnten, benachrichtigen.

In der Veröffentlichung „Information for General Licensees“, Teile-Nr. 5961-5664, finden Sie wichtige Informationen über die Zulassungserfordernisse.

µ-ECD-Warnungen

Obwohl die β–Teilchen bei diesem niedrigen Energieniveau nur geringe Durchdringungskraft besitzen – die Oberflächenschicht der Haut oder wenige Blatt Papier werden den Großteil der Teilchen stoppen – können sie gefährlich sein, wenn das Isotop aufgenommen oder inhaliert wird. Aus diesem Grunde muss die Zelle mit Vorsicht behandelt werden: Radioaktive Leckagetests müssen in den geforderten Intervallen durchgeführt werden, die Einlass- und Auslassanschlüsse müssen verschlossen werden, wenn der Detektor nicht im Gebrauch ist, korrodierend wirkende Chemikalien dürfen nicht in den Detektor gebracht werden und das Detektorabgas darf nicht in das Labor geleitet werden.

WARNUNG Materialien, die mit der ^{63}Ni-Quelle reagieren könnten, entweder um flüchtige Produkte zu bilden oder um einen physikalischen Abbau des platinierten Films zu bewirken, müssen vermieden werden. Diese Materialien schließen oxidierende Substanzen, Säuren, Halogenwasserstoffe in wässriger Lösung, Salpetersäure, Ammoniumhydroxid, Schwefelwasserstoff, PCBs und Kohlenmonoxid ein. Diese Liste ist nicht vollständig, aber sie zeigt die Substanzklassen an, die die ^{63}Ni-Detektoren schädigen könnten.

WARNUNG Im *extrem* unwahrscheinlichen Fall, dass der Ofen *und* die beheizte Zone des Detektors gleichzeitig eine thermische Drift aufweisen (maximales, unkontrolliertes Aufheizen auf 400°C) *und* der Detektor für *mehr als 12 Stunden* auf dieser hohen Temperatur bleibt, führen Sie die folgenden Schritte durch:

- Schalten Sie den Hauptschalter aus und lassen Sie das Gerät abkühlen. Verschließen Sie den Detektoreinlass und die Abluftauslässe. Tragen Sie Einmalhandschuhe aus Kunststoff und halten Sie die normalen Laborsicherheitsvorschriften ein.
- Schicken Sie die Zelle zum Austausch ein, indem Sie die Anweisungen befolgen, die Sie auf dem Formular „License Verification“ (Bestellnummer 19233-90750) finden.
- Legen Sie ein Schreiben bei, das die Ursachen für diesen Schritt beschreibt.

Selbst in diesem ungewöhnlichen Fall ist es sehr unwahrscheinlich, dass Radioaktivität aus der Zelle austritt. Es ist allerdings eine dauerhafte Beschädigung

der ^{63}Ni-Beschichtung in der Zelle möglich, sodass die Zelle zum Austausch an Agilent Technologies zurückgegeben werden muss.

WARNUNG Verwenden Sie keine Lösungsmittel zum Reinigen des µ-ECD.

WARNUNG Wenn Sie nicht durch Ihre lokale Strahlenschutzbehörde (Nuclear Regulatory Agency) dazu bevollmächtigt sind, dürfen Sie die µ-ECD-Zelle nicht öffnen. Beschädigen Sie nicht die vier Bolzen, die den Sockel halten. Diese halten die Zellhälften zusammen. Der Ausbau oder die Beschädigung dieser Bolzen bedeutet eine Verletzung der Allgemeinen Lizenz (General License) und kann zu einer Gefährdung der Sicherheit führen.

Sicherheits- und Vorsichtsmaßnahmen beim Umgang mit den µ-ECDs

- Essen, Trinken oder Rauchen ist während des Arbeitens mit dem µ-ECD verboten.
- Tragen Sie immer eine Sicherheitsbrille, wenn Sie mit oder in der Nähe von offenen µ-ECDs arbeiten.
- Tragen Sie Schutzkleidung wie Laborkleidung, Sicherheitsbrillen und Handschuhe und folgen Sie den Vorschriften der Guten Labor-Praxis. Waschen Sie Ihre Hände gründlich mit einem milden, nichtscheuernden Reiniger nach dem Umgang mit den µ-ECDs.
- Die Einlass- und Auslassanschlüsse müssen verschlossen werden, wenn der Detektor nicht in Gebrauch ist.
- Leiten Sie die µ-ECD-Abgase in einen Abzug oder führen Sie sie direkt nach Außen. Informieren Sie sich über die letzte Revision des Titels 10, Code of Federal Regulations, Teil 20, (einschließlich Anhang B) oder die anwendbaren Vorschriften Ihres Staates. Wenden Sie sich an die entsprechende Institution, die Ihnen die geltenden Regularien mitteilen kann.

  Agilent Technologies empfiehlt einen inneren Durchmesser der Abluftleitung von mindestens 6 mm (1/4") oder größer. Bei einer Leitung mit diesem Durchmesser ist seine Länge nicht kritisch.

Allgemeine Informationen

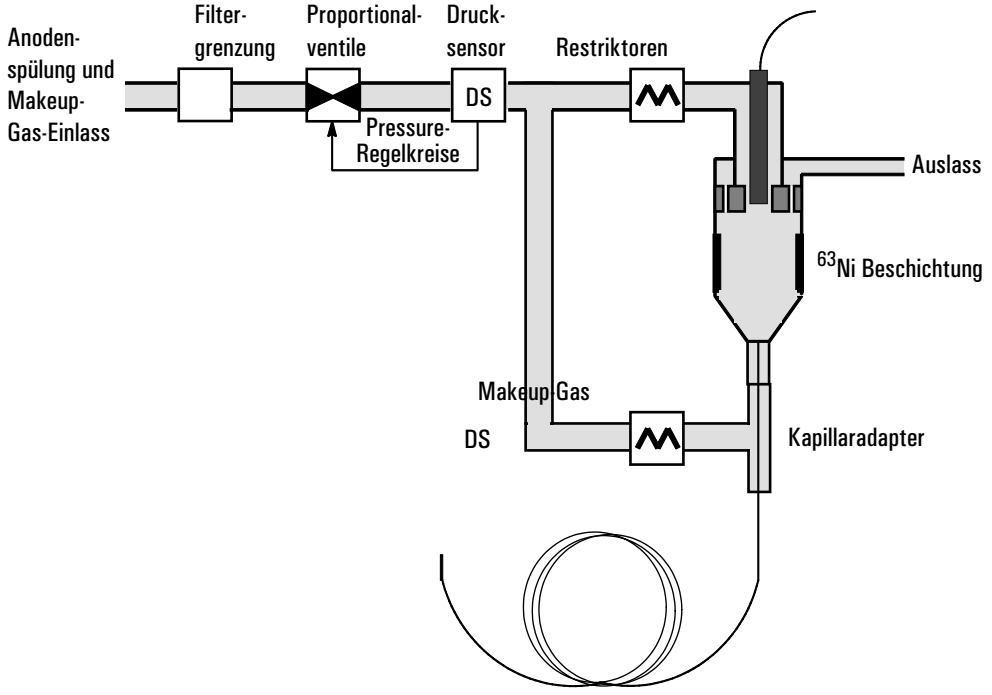


Abbildung 87 µ-ECD-Pneumatik

Linearität

Die Kurve, die sich ergibt, wenn man den µ-ECD-Responsefaktor gegen die Konzentration aufträgt, verläuft bei sehr vielen Substanzen über vier und mehr Größenordnungen linear (linearer Dynamikbereich = 104 oder höher). Trotzdem sollten Sie eine Kalibrierkurve für Ihre Proben ermitteln, um die Grenzen des linearen Bereichs bei Ihrem Probenmaterial festzustellen.

Detektorgas

Der µ-ECD arbeitet entweder mit Stickstoff oder Argon/Methan als Makeup- und Anodengas.

Aufgrund der hohen Detektorempfindlichkeit müssen Träger- und Makeup-Gas trocken und frei von Sauerstoff sein. Es sollten Sauerstoff-, chemische und Feuchtigkeitsfilter in die Trägergas- und Makeup-Gas-Zuleitung eingebaut sein, die sich in gutem Zustand befinden.

Temperatur

Um eine langsam abfallende Peakflanke (Peak Tailing) zu vermeiden und die Zelle sauber zu halten, sollte die Detektortemperatur höher gesetzt werden als die höchste in den Läufen erreichte Ofentemperatur – der Sollwert sollte sich nach der Elutionstemperatur der letzten Substanz richten. Wenn Sie den Detektor bei extrem hohen Temperaturen betreiben, werden Ihre Ergebnisse nicht unbedingt besser und die Proben- und Säulenzersetzung wird verstärkt.

Elektrometer

Die Steuerungstabelle Configure Detector enthält einen An/Aus-Sollwert für das Elektrometer. Lassen Sie das Elektrometer immer angeschaltet, wenn Sie mit dem Detektor arbeiten.

Arbeiten mit dem µ-ECD

Wenn Sie vorhaben, die Analogausgabe des µ-ECD zu verwenden, müssen Sie den Ausgabebereich auf 10 setzen. Drücken Sie hierzu folgende Kombination:

[SIG 1] [RANGE] [10] [ENTER]

Wählen Sie Temperaturwerte und Flussraten anhand der Informationen in Tabelle 68 aus. Der Druck in der Quelle darf den Maximalwert 100 psi nicht überschreiten. Arbeiten Sie mit dem Höchstdruck in der Quelle, um einen maximalen Makeup-Gasfluss zur erreichen.

Tabelle 68 Betriebsparameter

Gasart	Empfohlener Flussbereich
Trägergas	
Gepacktsäulen *(Stickstoff oder Argon-Methan)*	30 bis 60 mL/Min
Kapillarsäulen *(Wasserstoff, Stickstoff oder Argon-Methan)*	0,1 bis 20 mL/Min, abhängig vom Durchmesser
Capillary makeup (nitrogen or argon-methane)	20 bis 150 mL/Min (50 bis 60 mL/Min typisch
Temperatur	
250°C bis 400°C Die Detektortemperatur wird typischerweise 25°C höher als die höchste Temperatur des Ofentemperaturprogramms gesetzt.	

Hinweise

1. Wenn sich Trägergastyp und Makeup-Gastyp unterscheiden, muss die Flussrate des Makeup-Gases mindestens dreimal so hoch sein wie die des Trägergases.
2. Durch eine Verringerung der Flussrate des Makeup-Gases kann die Empfindlichkeit des µ-ECD gesteigert werden.
3. Durch eine Erhöhung der Flussrate des Makeup-Gases kann die chromatographische Geschwindigkeit des µ-ECD erhöht werden (schnellere Peaks).

Vorgehensweise: Arbeiten mit μ-ECD

Diese Vorgehensweise setzt voraus, dass die Detektorgase angeschlossen sind, das System dicht ist und eine Säule installiert ist. Stellen Sie die Ofentemperatur, die Einlasstemperatur und den Einlass-/Säulenfluss ein. Vergewissern Sie sich, dass die eingestellte Trägergasart ([Config][Inlet]) der tatsächlich am GC angeschlossenen entspricht.

1. Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det], um die Steuerungstabelle für den µ-ECD verfügbar zu machen.
2. Stellen Sie die Detektortemperatur ein. Damit die µ-ECD-Zelle von Verunreinigungen frei bleibt, muss diese Temperatur höher sein als die Ofentemperatur.

VORSICHT Die Detektorelektronik ist abhängig von der richtigen Gasartkonfiguration.

abgekürzte Vorgehensweise: *(setzt korrekt eingestellte Sollwerte voraus)*

1. Detektor steuerungstabelle öffnen.
2. Temperatur anschalten.
3. Bei Bedarf Makeup-Gas anschalten.
4. Drücken Sie [Det Control] und überprüfen die Ausgabe.

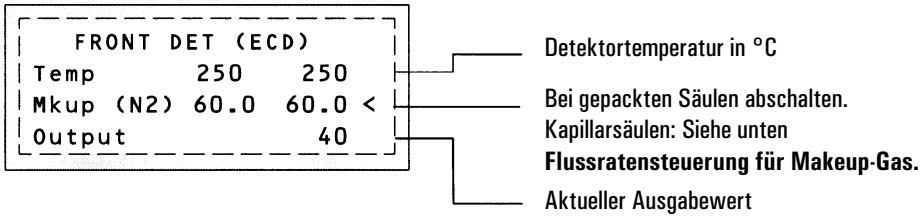
3. Stellen Sie sicher, dass die Makeup-Gasart der an Ihrem Gerät angeschlossenen entspricht. Die Gasart steht in Klammern neben der Zeile Mkup in der Steuerungstabelle. Ändern Sie, falls notwendig, die Gasart.
4. Geben Sie einen Wert für das Makeup-Gas ein.

   Schalten Sie bei der Verwendung von ***gepackten Säulen*** das Makeup-Gas aus.

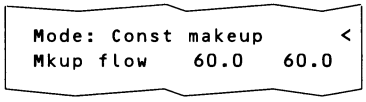
   Wenn Ihre ***Kapillarsäule*** *definiert* ist, wählen Sie, falls gewünscht, einen neuen Flussmodus aus und stellen Sie den Makeup-Gasfluss oder kombinierten Fluss ein.

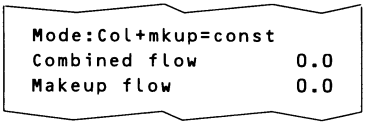
   Wenn Ihre Kapillarsäule *nicht definiert* ist, ist ausschließlich konstanter Makeup- Fluss verfügbar. Geben Sie einen Makeup-Gasfluss ein.

Drücken Sie [Front Det] oder [Back Det]

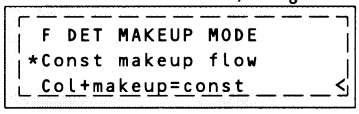


Flussratensteuerung für Makeup-Gas:
Falls das Gerät für Kapillarsäulen konfiguriert ist, enthält Ihre Steuerungstabelle einen der folgenden Einträge:

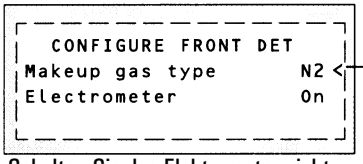




Um den **Makeup-Modus zu ändern**, aktivieren Sie Mode und drücken [Mode/Type].
Treffen Sie eine Auswahl, und geben Sie eine geeignete Flussrate ein.

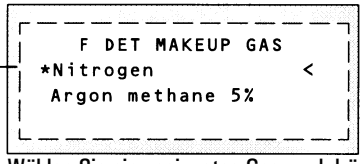


Um den **Makeup-Gastyp zu ändern**, drücken Sie [Config][Front Det] oder [Config][Back Det]:



Schalten Sie das Elektrometer nicht an oder aus.

Drücken Sie [Mode/Type], **um das Makeup-Gas zu ändern:**



Wählen Sie ein geeignetes Gas, und drücken Sie [Enter].

Abbildung 88 µ-ECD-Steuerungstabelle

Testbedingungen und Referenzchromatogramm

Dieser Abschnitt zeigt ein typisches Beispiel eines Testprobenchromatogramms. Es kann als Hilfestellung dienen, um die Geräteleistungsfähigkeit zu erfassen.

Beachten Sie, dass die aufgelisteten Injektionsvolumina bei bestimmten Betriebsbedingungen nicht unbedingt den tatsächlich injizierten absoluten Volumina entsprechen. Das angegebene Volumen bezieht sich auf die Strichmarke (Position des Spritzenstempels) einer 10-µl-Standardspritze. Bei einem beheizten Einlass schließt das wirklich injizierte Volumen zusätzliche 0,4-0,7 µL ein; das Probenvolumen, das aus dem Inneren der Spritzennadel verdampft wird. Beim On-Column-Einlass (nicht beheizt) stellt die Position des Spritzenkolbens das wirklich injizierte Volumen dar.

Beachten Sie auch, dass die folgenden Vorgehensweisen und Ergebnisse ausschließlich dafür gedacht sind, die einwandfreie Funktionsweise des Einlass- oder Detektorsystems festzustellen; sie sind nicht dafür geeignet, ein System auf seine spezifizierten Grenzen hin zu überprüfen.

µ-ECD-Testbedingungen

Säule und Probe

Säulenart	HP-5 30m x 0.32mm x 0.25μm PN 19091J-413
Probe	ECD Referenzprobe 18713-60040
Injektionsvolumen	1 μL

Einlass

Temperatur	200°C Gespülter Gepacktsäuleneinlass oder Split/Splitless
	Ofennachführung Cool On-Column
	80°C PTV (siehe unten)
Einlassdruck	25 psi (Konstantdruck für EPC-Einlass, Helium)

Split/Splitless-Einlass

Modus	Splitless

Einlass, fortgesetzt

Spülfluss	60 ml/min
Spülzeit	0,75 min
PTV	
Modus	Splitless
Temperatur im Einlass	80°C
Anfangshaltezeit	0.1 min
Rate 1	720°C/Min.
Final temp 1	350°C
Final time 1	2 min
Rate 2	100°C/Min.
Final temp 2	250°C
Final time 2	0 min
Einlassdruck	25 psi (Konstantdruck für EPC-Einlass)
Spülzeit	0,75 min
Spülfluss	60 ml/min

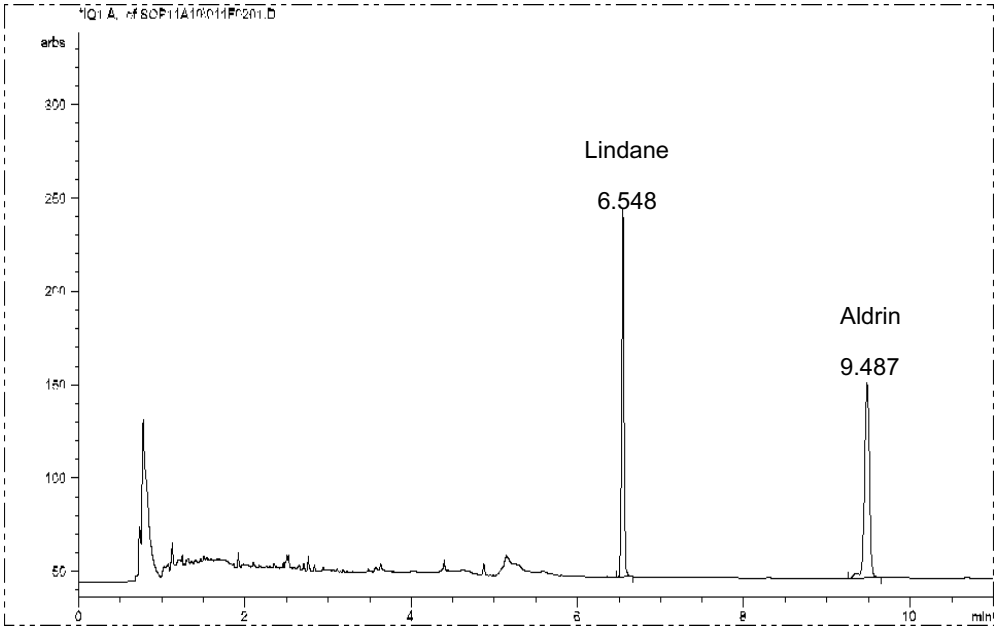
Detektor

Temperatur	300°C
Anodenspülung, Stickstoff	60 ml/min
Makeup, Stickstoff	25 ± 2 ml/min
Offset	Sollte < 70 Anzeigeeinheiten betragen

Ofen

Anfangstemperatur	80°C
Anfangshaltezeit	0 min
Rate 1	15°C/min
Endttemp	180°C
Endzeit	10 min

Typisches µ-ECD-Referenzchromatogramm



Ihre Retentionszeiten werden sich unterscheiden, die Peaksymmetrie sollte jedoch der in diesem Beispiel entsprechen.

Wartung des Detektors

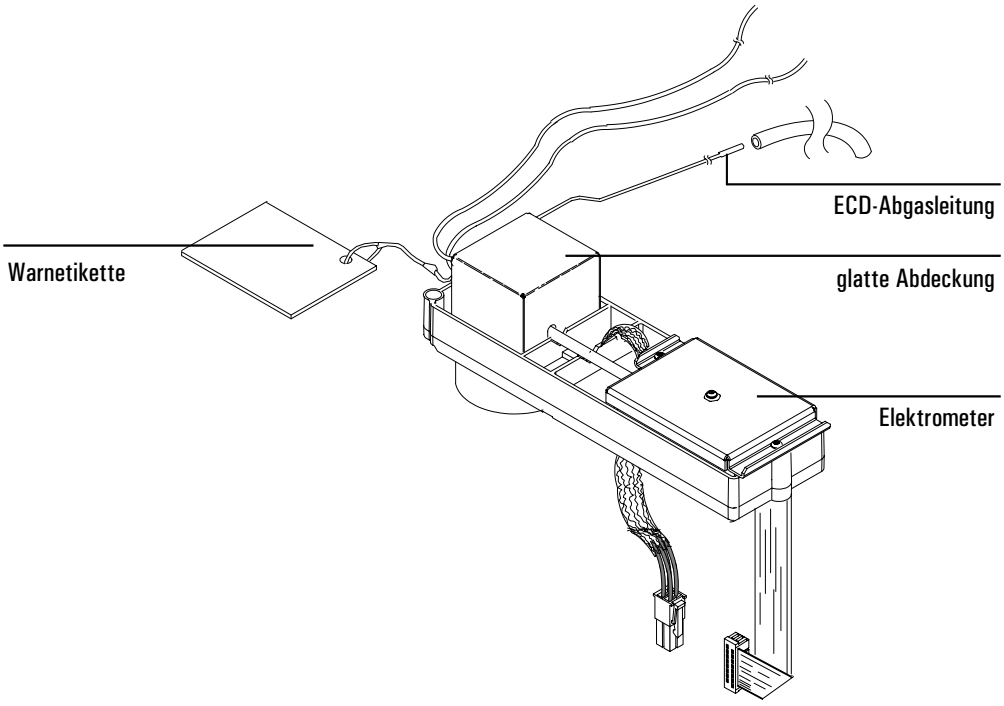


Abbildung 89 Der μ-ECD

Behebung von Leistungsfähigkeitsproblemen

Probleme mit der Leistungsfähigkeit des Detektors wie ein zu hohes oder zu niedriges Ausgangssignal oder unbefriedigende chromatographische Ergebnisse (wie eine verrauschte Basislinie) können durch Undichtigkeiten oder Verschmutzungen im Detektor oder anderen Teilen des Systems hervorgerufen werden. Um die Ursache des Problems zu finden, müssen Sie eine Reihe Tests durchführen.

Bevor Sie den Detektor überprüfen, sollten Sie überlegen, wodurch das Problem verursacht sein könnte. Haben Sie zum Beispiel kürzlich das System umgebaut und haben nun einen erhöhtes Ausgangssignal, so ist die Wahrscheinlichkeit recht hoch, dass Sie durch den Umbau Kontaminierungen in das System bekommen haben oder dass es nicht wieder ganz dicht geworden ist. Haben Sie zum Beispiel kürzlich die Gasversorgung gewechselt, kann das neue Gas Unreinheiten beinhalten. Bei einer neu installierten Säule kann zum Beispiel eine Undichtigkeit am Detektoranschluss vorliegen.

Ist auf der anderen Seite der Ausgabewert oder Rauschpegel langsam angestiegen, so ist vermutlich der Detektor mit der Zeit durch Ablagerungen verschmutzt worden. Der Detektor kann beispielsweise Ablagerungen vom Säulenbluten beinhalten oder die Feuchtigkeitsfalle kann gesättigt sein. Wenn die Veränderung langsam aufgetreten ist und Sie das GC-System nicht kürzlich verändert haben, sollten Sie beginnen, den Detektor auf Verschmutzung hin zu überprüfen. *Hinweis: Verunreinigungen, die in dieser Prozedur beschrieben sind, beziehen sich auf nichtradioaktive Ablagerungen beispielsweise vom Säulenbluten oder schmutzigen Proben!*

1. Stellen Sie sicher, dass der Detektor bei den normalen Betriebsbedingungen ist und der letzte Analysenlauf mindestens zwei Stunden vorher beendet wurde.

   Überprüfen Sie den Ausgabewert in der Steuerungstabelle des Detektors. Wenn er deutlich vom normalen Ausgabepegel abweicht – höherer oder niedrigerer Wert – sollten Sie mit der Prozedur fortfahren und überprüfen, ob es sich um eine Undichtigkeit oder eine Verschmutzung handelt.

2. Verwenden Sie einen elektronischen Leckdetektor, um Undichtigkeiten am Einlass, am Detektor oder den Säulenanschlüssen zu finden. Beseitigen Sie die Undichtigkeiten und überprüfen Sie wieder den Ausgabepegel. Ist er immernoch abnormal, fahren Sie bei Schritt 3 fort.

3. Der Detektor selber ist keine wahrscheinliche Ursache für eine Undichtigkeit, sodass Sie den Einlass überprüfen sollten, wenn der Ausgabewert immer noch nicht normal ist. Die Vorgehensweise hierfür finden Sie unter „Der Split/Splitless-Einlass“, „Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen“, „Der Cool-On-Column-Einlass“, „Das temperaturprogrammierbare Einlasssystem (PTV)“, „Das Volatiles Interface (Gasinterface)“.

   Befindet sich die Undichtigkeit auch nicht im Einlass, gehen Sie zu Schritt 4, um mögliche Undichtigkeiten im Detektor zu finden.

   Wenn sich die Undichtigkeit am Einlass befindet, beseitigen Sie sie und überprüfen Sie das Ausgangssignal. Ist es immer noch abnormal, kann auch eine weitere Undichtigkeit im Detektor vorliegen. Fahren Sie bei Schritt 4 fort.

4. Befolgen Sie die Anweisungen für den Lecktest am Detektor auf der folgenden Seite.

   Ist auch am Detektor keine Undichtigkeit zu finden, ist der Grund für das Problem eine Kontamination. Fahren Sie bei Schritt 5 fort.

   Wenn sich die Undichtigkeit am Detektor befindet, beseitigen Sie sie und überprüfen Sie das Ausgangssignal. Ist es immer noch abnormal, fahren Sie bei Schritt 5 fort.

5. Überprüfen auf Kontaminationen:

   a. Bauen Sie die Säule aus und verschließen Sie den Detektoranschluss mit einer Verschlusskappe (Bestellnummer 19234-20650) und der dazugehörigen Mutter (Bestellnummer 19234-20570).

   b. Betreiben Sie den Detektor bei den normalen Betriebsbedingungen, allerdings mit Makeup-Gas als dem einzigen Gas, das durch den Detektor strömt. Zeichnen Sie das Ausgabesignal auf. Ist es normal für Ihren Detektor, so ist die Verschmutzung in einem anderen Teil des GC-Systems zu suchen. Fahren Sie bei Schritt 6 fort.

c. Ist das Ausgabesignal abnormal, so ist der Detektor verschmutzt. Heizen Sie den Detektor aus, um die Kontamination zu entfernen. Die Anleitung hierfür finden Sie unter „Thermisches Reinigen“.

6. Überprüfen Sie nacheinander den Rest des GC-Systems auf Kontaminierungen hin. Die folgenden Änderungen sind hierbei vorzunehmen und das Ausgangssignal aufzuzeichnen:

   - Tauschen Sie die Säule mit einer leeren (unbelegten) Säule aus und vergleichen Sie das Ausgabesignal mit dem vorherigen.
   - Wechseln Sie, wenn möglich, zu einem anderen Einlass und vergleichen Sie das Ausgabesignal.
   - Wechseln Sie zu einer anderen Gasquelle und vergleichen Sie das Ausgabesignal.
   - Tauschen Sie die Filter aus, vergleichen Sie das Ausgabesignal.

Überprüfen auf Undichtigkeit

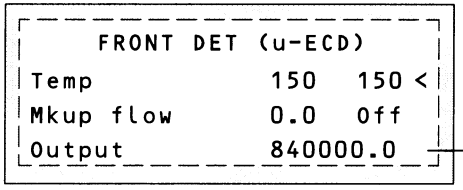
Der Detektor selber ist eine unwahrscheinliche Quelle für Undichtigkeiten. Wenn Sie eine Undichtigkeit in Ihrem GC-System vermuten, überprüfen Sie zunächst die Gasanschlüsse in der Zuleitung des GCs, den Einlass sowie die Säuleneinlass- und Detektorverbindungen. Wenn Sie an allen diesen Stellen keine Undichtigkeit finden konnten und diese nach wie vor vorhanden ist, führen Sie die folgende Prozedur zur Überprüfung des Detektors durch.

Für diesen Test sollten für den Ofen und den Einlass die normalen Betriebstemperaturen eingestellt sein.

Benötigte Materialien:

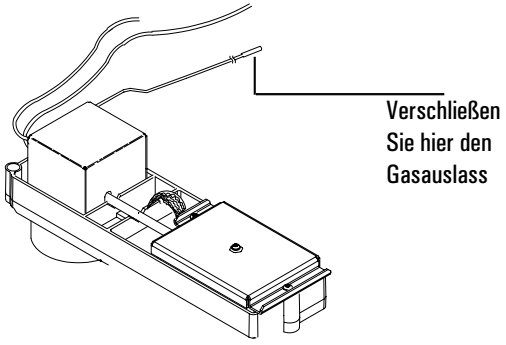
- Ein Verschluss für den Gasauslass (Bestellnummer 5060-9055)
- Ein elektronischer Leckdetektor, der in der Lage ist, Ihr Trägergas zu detektieren

1. Schalten Sie den Einlassvordruck ab. Warten Sie eine Weile, bis das Gas aus dem System gespült ist.
2. Schalten Sie den Makeup-Gasfluss aus.



Wenn kein Gasfluss stattfindet, ist die Ausgabe (Output) maximal, was sowohl für Argon/Methan als auch für Stickstoff dem Wert 840.000 entspricht.

3. Verschließen Sie den Detektor-Abluftauslass mit dem Auslassverschluss.



4. Setzen Sie den Einlassvordruck auf 15 psi (103 kPa). Beobachten Sie den Systemdruck am Einlass. Warten Sie einige Zeit, bis das System vollständig unter Druck steht (mindestens eine Minute). Nehmen Sie dann den Druck weg oder schalten Sie die Gasversorgung ab.

   Beobachten Sie den Druck für weitere 10 bis 15 Minuten. Wenn der Druck stabil bleibt oder nur 0,2 bis 0,3 psi/min abfällt, ist der Detektor leckfrei. Fällt der Druck schneller ab, liegt eine Undichtigkeit vor. Fahren Sie bei Schritt 5 fort.

5. Verwenden Sie den elektronischen Leckdetektor, um die Säulenanschlüsse und den verschlossenen Gasauslass auf Undichtigkeiten hin zu überprüfen. Finden Sie Undichtigkeiten, schrauben Sie die Verschlüsse fester und wiederholen Sie den Lecktest.

Sind die anderen Komponenten leckfrei, kann der Detektor undicht sein. Der Detektor darf nicht ohne spezielle Erlaubnis der zuständigen Behörde auseinander gebaut werden. Wenden Sie sich an Ihren Agilent Serviceingenieur.

Thermisches Reinigen

Wenn Ihre Basislinie verrauscht ist oder der Ausgabewert abnormal hoch ist und Sie festgestellt haben, dass die Ursache nicht bei einer Undichtigkeit im GC-System zu suchen ist, können Verunreinigungen im Detektor durch Säulenbluten vorliegen. Um die Verunreinigung zu entfernen, führen Sie eine thermische Reinigung des Detektors durch (auch als „Ausheizen“ bezeichnet).

WARNUNG Detektorauseinanderbau und/oder andere Reinigungsprozeduren als das Ausheizen müssen von Personal durchgeführt werden, das ausreichend für den Umgang mit radioaktivem Material geschult wurde (Lizenz erforderlich). Spuren des radioaktiven ^{63}Ni können durch andere Prozeduren freigesetzt werden und mögliche gefährliche β- und Röntgenstrahlung verursachen.

WARNUNG Um eine mögliche gefährliche Kontamination des Labors mit radioaktivem Material zu verhindern, muss die Detektorabluft immer in einen Abzug führen bzw. nach den jeweiligen Bestimmungen des Landes abgeleitet werden. Wenden Sie sich an die entsprechende Institution, die Ihnen die geltenden Regularien mitteilen kann.

Benötigte Materialien:

- Verschluss für den Detektoranschluss (Bestellnummer 19234-20650)
- Die Mutter, um den Verschluss anzuschrauben (Bestellnummer 19234-20570)

1. Setzen Sie den Detektor und den Ofen auf normale Betriebstemperatur und drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det], um die Steuerungstabelle zu öffnen. Notieren Sie den Ausgabewert, um später damit vergleichen zu können.
2. Schalten Sie den Anodenspül- und Makeup-Gasfluss aus.

3. Bauen Sie die Säule aus dem Detektor aus. Verschließen Sie das nicht angeschlossene Ende. Setzen Sie den Detektorverschluss in den Säulen-Detektor-Anschluss ein, und schrauben Sie die Mutter fest.
4. Geben Sie die folgenden Werte ein:
   - Temperatur = 350 bis 375 °C
   - Makeup-Gas = 60 ml/min.
5. Stellen Sie die Ofentemperatur auf 250 °C ein.
6. Lassen Sie das System nun für einige Stunden ausheizen und setzen Sie es danach wieder auf die normalen Betriebstemperaturen herab.
7. Überprüfen Sie den Ausgabewert des µ-ECD an der Steuerungstabelle. Er sollte deutlich unter dem ersten Wert liegen. Ist dies nicht der Fall, wenden Sie sich an Ihren Agilent Kundendienstingenieur.

Durchführung eines Wischtests (Radioaktivitäts-Lecktest)

Elektroneneinfang-Detektoren müssen auf radioaktive Leckagen mindestens alle sechs Monate überprüft werden. Aufzeichnungen der Tests und der Ergebnisse müssen für mögliche Inspektionen der Atomaufsichtsbehörde (Nuclear Regulatory Commission) und/oder der verantwortlichen Staatsagentur aufbewahrt werden. Häufigere Test sollten, wenn nötig, durchgeführt werden.

Das dafür vorgesehene Verfahren ist der **Wischtest**. Ein Wischtestkit wird mit jedem neuen Detektor ausgeliefert. Komplette Informationenen über die Durchführung des Tests erhalten Sie mit dem Wischtestkit (Wipe Test Kit, Bestell-Nr. 18713-600650).

26 Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)

Allgemeine Informationen

Linearität

Quench-Effekte

PMT-Sättigung

Optische Filter

Liner aus Quarzglas (Fused-Silika Liner)

Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert

Ausschalten des Detektors (Detector Shutdown)

Erfordernisse für die Kompatibilität

Der Doppel-Wellenlängen- (Dual Wavelength) FPD

Arbeiten mit dem Detektor

Detektor-Überlegungen zur Detektor-Temperatur

Konfiguration der Heizung

Lit Offset

Vorgehen: Ändern des Sollwerts für Lit Offset

Sequenz zum Zünden der Flamme

Zünden der Flamme

Elektrometer ein/aus

Datenraten des Elektrometers

Vorgehensweise: Einsatz schneller Peaks

Arbeiten mit dem FPD

Vorgehensweise: Einsatz des FPD

Säulen und Filter

Testbedingungen und Referenzchromatogramm

FPD-Testbedingungen

Typisches FPD-Referenzchromatogramms

Wartung des Detektors

Probleme mit der Zündung

Wechsel der Wellenlängen-Filter

Dichtigkeitsprüfung (Leakage-Tests)

Identifizierung der Teile

Reinigen/Ersetzen von Fenstern, Filter und Dichtungen

Reinigen/Ersetzen der Düse

Ersetzen des Quarzglas-Liners der Transferleitung
Ersetzen der Fotovervielfacher-Röhre (Photomultiplier Tube)

Der Flammenphotometrische Detektor (FPD)

Allgemeine Informationen

Die Probe verbrennt in einer Wasserstoff-reichen Flamme, wodurch einige Spezies reduziert und angeregt werden. Durch den Gasfluss werden die angeregten Spezies in eine kühlere Zone oberhalb der Flamme transportiert, wo sie ihre Anregung abgeben und dabei Licht aussenden. Ein schmaler Bandpass-Filter lässt nur das Licht einer spezifischen Spezies durch, während eine Abschirmung verhindert, dass die intensive Kohlenstoffemission die Fotovervielfacher-Röhre (Photomultiplier Tube = PMT) erreicht.

Das Licht fällt auf eine fotosensitive Oberfläche in der PMT, wo ein Lichtphoton ein Elektron freisetzt. Das Elektron wird im Innern der PMT verstärkt, wobei eine Gesamtverstärkung bis zu Eins zu einer Million auftreten kann.

Der Strom von der PMT wird auf dem FPD-Elektronik-Board weiter verstärkt und digitalisiert. Das Signal ist dann entweder als ein digitales Signal am Kommunikationsausgang oder als ein Spannungssignal am Analogausgang verfügbar.

Der FPD sollte nicht bei Temperaturen oberhalb 50°C gelagert werden. Das ist in den Spezifikationen des Herstellers der PMT so vorgeschrieben.

Linearität

Die Emissionen des Schwefels werden durch verschiedene Mechanismen erzeugt. Die angeregte Spezies ist zweiatomig, sodass die Intensität der Emission ungefähr proportional zum Quadrat der Konzentration der Schwefelatome ist.

Die angeregte Spezies im Phosphor-Modus ist einatomig, wodurch ein lineares Verhältnis zwischen der Intensität der Emission und der Konzentration der Atome besteht.

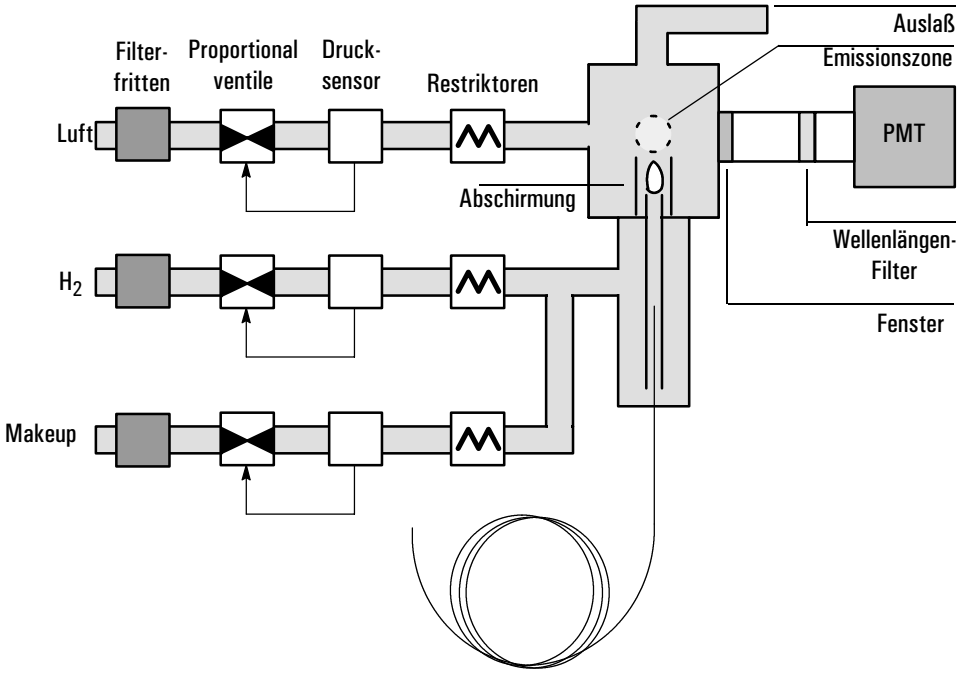


Abbildung 90 Schemazeichnung eines Flammenphotometrischen Detektors

Quench-Effekte

Ein Kohlenwasserstoff-Quenchen erfolgt, wenn sich eine hohe Konzentration von Kohlendioxid aus einem Kohlenwasserstoff-Peak zur selben Zeit in der Flamme befindet wie die schwefelhaltige Substanz. Dann kann ein Teil des von der schwefelhaltigen Substanz emittierten Lichts von einem Teil der CO_2-Substanzen absorbiert werden.

Ein Selbst-Quenchen erfolgt, wenn eine hohe Konzentration von Substanzen mit Heteroatomen auftritt. Einige andere Substanzen im Grundzustand (nicht aktiviert) können dabei die emittierten Photonen wieder absorbieren und dadurch verhindern, dass diese die PMT erreichen.

Diese Effekte können durch gute chromatographische Praktiken vermindert werden. Die Säule sollte eine gute Trennung der Substanzen durchführen, sodass die Schwefel oder Phosphor enthaltenden Substanzen gut von denen getrennt sind, die Licht absorbieren könnten. Eine sorgfältige, mehrstufige Kalibrierung lohnt die aufgewendete Arbeit!

Auf die Reinhaltung von Detektor und Gas muss großer Wert gelegt werden, um einen gleich bleibenden Response zu erhalten. Da die meisten Schwefel und Phosphor enthaltenden Substanzen chemisch aktive Stellen besitzen, müssen die Injektions- und Säulensysteme sehr sauber gehalten werden.

PMT-Sättigung

Die Fotovervielfacher Röhre kann den Sättigungspunkt erreichen, wenn die Lichtintensität zu hoch ist. Wenn dieses eintritt, dann erzeugen ansteigende Konzentrationen wenig oder keinen Signalanstieg und die Peakmaxima sind gerundet oder abgeflacht. Dieses Problem kann man durch Verdünnen der Probe beheben.

Optische Filter

Die Filter enthalten auf der Seite die Angabe über die Transmissionswellenlänge. Jeder Filter hat eine verspiegelte Seite – die bei der Installation zur Flamme ausgerichtet sein muss – und eine gefärbte Oberfläche.

Der Schwefel-Filter ist blau/purpurn und transmittiert bei 393 Nanometern.

Der Phosphor-Filter ist gelb/grün und transmittiert bei 525 Nanometern.

Liner aus Quarzglas (Fused-Silika Liner)

Der FPD verwendet einen inerten Insertliner aus Quarzglas in der Transferleitung. Dadurch können Säulen aus Quarzglas mit inneren Durchmessern bis zu 530 µm direkt bis zur Basis der Flamme geführt werden, wodurch das Tailing oder ein Verlust der Probe an aktiven Stellen minimiert wird. Der Liner ist auch mit gepackten Standardsäulen kompatibel.

Bedingungen, bei denen der Detektor nicht funktioniert

- Die Temperatur ist auf unter 120°C eingestellt.
- Der Gasfluss (Luft und Wasserstoff) ist AUS (Off)oder auf 0,0 eingestellt.
- Die Zündung der Flamme war nicht erfolgreich.

Ausschalten des Detektors (Detector Shutdown)

Wenn ein kritisches Brenngas durch einen Fehler der Pneumatik oder einen Zündfehler abgeschaltet wird, schaltet sich der Detektor aus. Bei diesem Vorgang werden alle Funktionen außer der Detektortemperatur und dem Makeup-Gasfluss abgeschaltet.

Erfordernisse für die Kompatibilität

Wenn ein Einzel-Wellenlängen (Single Wavelength)-FPD mit einer Agilent ChemStation eingesetzt wird, muss die ChemStation eine Version 4.02 oder höher besitzen.

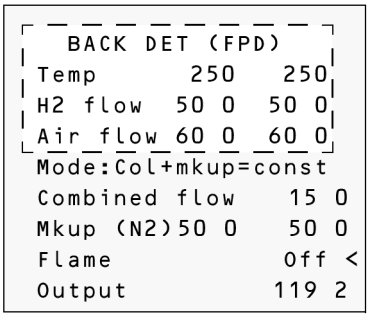
Wenn ein Doppel-Wellenlängen (Dual Wavelength)-FPD mit einer Agilent ChemStation eingesetzt wird, muss die ChemStation eine Version 5.01 oder höher besitzen.

Der Doppel-Wellenlängen (Dual Wavelength)-FPD

Dieser besteht aus einem Einzel-Brenner-Modul mit zwei PMT-Gehäusen, das eine mit einem Schwefel-Filter und das andere mit einem Phosphor-Filter. Da die optimalen Gasflüsse für diese Elemente ganz verschieden sind, ist die Leistungsfähigkeit für diesen Detektor ein Kompromiss.

Der Detektor befindet sich auf der hinteren Position und wird mithilfe der Back Det- und AUX 2-Heizungen beheizt. Der Sollwert für AUX 2 wird automatisch mit dem Sollwert für Back Det gleichgesetzt.

Es werden zwei Signal-Kanäle und zwei Elektrometer-Boards eingesetzt, eines für jeden PMT. Die Back Det-Steuertabelle steuert den Detektor, während die Front Det in einem speziellen „nur Signal“-Modus betrieben wird. Typische Tabellen für einen Doppel-Wellenlängen-FPD sind die Folgenden:



Wenn eine beheizte Zone der Front Det-Position zugeordnet ist, dann wird die Meldung „F det type mismatch“ ausgegeben. Um dies zu unterdrücken, geben Sie [Config] ein, gehen zur Instrument-Zeile und geben dann [Enter] ein. Gehen Sie dann zur F det-Zeile, drücken auf [Mode/Type] und wählen Sig only FPD an.

Arbeiten mit dem Detektor

Detektor-Überlegungen zur Detektor-Temperatur

Die FPD-Flamme erzeugt beträchtliche Wasserdampfmengen. Deshalb muss der Detektor oberhalb von 120°C betrieben werden, um Kondensationen zu verhindern.

Unnötig hohe Temperaturen können eine thermische Zersetzung vieler thermisch labiler Phosphor- und Schwefel-Verbindungen bewirken.

Die Detektortemperatur kann einen signifikanten Einfluss auf die Schwefelempfindlichkeit haben. Wenn man Substanzen mit einem hohen Siedepunkt analysiert, dann sollte die Detektortemperatur auf einen Wert gesetzt werden, der 25°C über der Endtemperatur des Ofens liegt – wenn das durch den oberen Temperaturgrenzwert von 250°C möglich ist.

Konfiguration der Heizung

Das FPD-Brenner-Modul besitzt zwei beheizte Zonen, eine für den Detektorkörper und eine für die Transferleitung.

Ein Einzel-Wellenlängen-FPD kann sowohl in der vorderen als aauch in der hinteren Position montiert werden. In der vorderen Position verwendet er die Front Det- und AUX 1-Heizungen. In der hinteren Position verwendet er die Back Det- und AUX 2-Heizungen. Es kann dabei ein zweiter Detektor – möglicherweise ein weiterer FPD – in der unbenutzten Position montiert werden.

Ein Doppel-Wellenlängen-FPD – simultane Detektion von Schwefel und Phosphor – muss in der hinteren Position montiert werden, wobei die Back Det- und AUX 2-Heizungen verwendet werden. Ein zweiter Detektor kann hierbei nicht montiert werden.

Die Software stellt automatisch die AUX-Heizung auf denselben Sollwert wie die Det-Heizung. So haben Sie sich nicht um zwei getrennte Eingaben zu kümmern.

Lit Offset

Lit Offset ist die erwartete Differenz zwischen dem FPD-Ausgangssignal bei gezündeter Flamme und dem ohne Flamme. Es wird eingesetzt, um zu bestimmen, ob eine versuchte Zündung erfolgreich war, und um eine Flamme Aus-Bedingung zu erkennen.

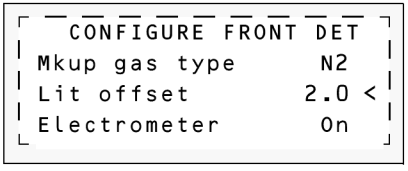
Wenn das Ausgangssignal bei gezündeter Flamme minus Ausgangssignal bei verloschener Flamme größer als der Wert von Lit Offset ist, dann wird die Flamme als gezündet betrachtet.

Die Standardeinstellung für Lit offset beträgt 2,0 Pikoampere. Dies ist ein guter Wert für alle (allerdings reinen) Gase und Systeme. Es kann notwendig sein, diesen Sollwert zu ändern, wenn:

- Ihr Detektor weiterhin versucht, die Flamme zu zünden, obwohl die Flamme brennt. Hierbei wird eine Abschaltung bewirkt;
- Ihr Detektor bei erloschener Flamme nicht wieder versucht, sie zu zünden.

Vorgehen: Ändern des Sollwerts für Lit Offset

1. Drücken Sie auf [Config][Front Det] oder [Config][Back Det].



2. Gehen Sie zu Lit Offset und geben Sie einen Wert ein.
   Der Standardwert ist 2,0 pA.
   Geben Sie 0 ein, um die automatische Zündfunktion (Reignite Function) auszuschalten.
   Der Sollwertbereich umfasst 0 bis 99,9 pA.

Sequenz zum Zünden der Flamme

Wenn eine der Flammenzünd-Methoden (Flame Ignition Methods) auf der nächsten Seite verwandt wird, dann führt der FPD diese Sequenz automatisch durch:

1. Stellen Sie alle Detektorgase – Luft, Wasserstoff und Makeup – aus. Das Trägergas bleibt eingeschaltet.
2. Stellen Sie den Luftfluss auf 200 mL/Min.
3. Stellen Sie den Glühkolbenzünder (Glow Plug Ignitor) an.
4. Fahren Sie den Wasserstofffluss in Stufen von 10 auf 70 mL/Min hoch.
5. Stellen Sie die Flussrate für Luft auf den Sollwert für den Luftfluss zurück.
6. Stellen Sie die Flussrate für Wasserstoff auf den Sollwert für den Wasserstofffluss zurück.
7. Schalten Sie den Makeup-Gasfluss an.
8. Vergleichen Sie die Änderung des Signals mit dem Wert für Lit Offset. Wenn die Änderung größer als der Wert für Lit Offset ist, können Sie die Flamme als gezündet betrachten (Lit). Wenn sie kleiner ist, dann gilt die Flamme als aus (Not Lit).

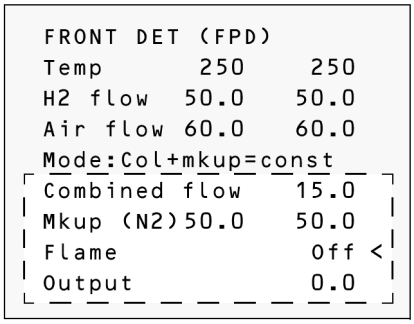
Damit dieser Vorgang klappt, muss der Luftdruck hoch genug sein, damit das Pneumatik-Modul einen Fluss von 200 mL/Min liefern kann. Agilent empfiehlt einen Versorgungsvordruck von 6,5 Bar (90 Psi).

Zünden der Flamme

Manuell

Um die Flammen-Zünd-Sequenz zu starten:

Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det].



Gehen Sie zu Flame und geben Sie [On] ein.

Automatisch

Wenn das FPD-Ausgangssignal mit der gezündeten Flamme unter den Wert für Flamme Aus (Flame-Off) plus dem Wert für Lit Offset fällt, dann wird das als eine Flamme Aus-Bedingung interpretiert. Der FPD beginnt dann die Flame Ignition Sequence, um die Flamme wieder zu zünden. Wenn dies keinen Erfolg hat, wird die Sequenz noch einmal durchlaufen. Wenn auch der zweite Versuch fehlschlägt, werden alle Funktionen des Detektors abgeschaltet, ausgenommen die Temperatur und der Makeup-Gasfluss.

Elektrometer ein/aus

Die Steuerungstabelle „Configure Detector“ enthält einen An/Aus-Stellwert für das Elektrometer.

On	Die Hochspannung und die Signalverarbeitungs-Schaltkreise sind eingeschaltet. **Wenn die Fotovervielfacher-Röhre dem Raumlicht ausgesetzt ist, während das Elektrometer eingeschaltet ist, wird die Röhre zerstört.**
Off	Die Hochspannung und die Signalverarbeitungs-Schaltkreise sind ausgeschaltet. In diesem Zustand kann man die Fotovervielfacher-Röhre dem Raumlicht aussetzen.

VORSICHT Schalten Sie immer das Elektrometer aus, bevor Sie das PMT-Gehäuse entfernen, um ein Zerstören der Röhre zu vermeiden.

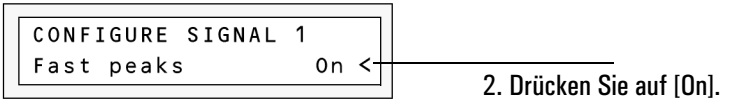
Datenraten des Elektrometers

Der Analogausgang für den FPD kann wahlweise auf eine von zwei Geschwindigkeiten eingestellt werden. Bei der schnellen Geschwindigkeit können minimale Peakbreiten von 0,004 Minuten erfasst werden, während die Standardgeschwindigkeit Peakbreiten von 0,01 Minute erfasst.

Vorgehensweise: Einsatz schneller Peaks

Wenn Sie die Option *fast peaks (schnelle Peaks)* verwenden, muss Ihr Integrator schnell genug sein, um die vom GC kommenden Daten zu verarbeiten. Die Bandbreite Ihres Integrators sollte mindestens 15 Hz betragen. Damit Sie die Option Schnelle Peaks verwenden können:

1. Drücken Sie auf [Config][Signal 1] oder [Config][Signal 2].



Die Option Fast peaks ist irrelevant für die digitale Signalausgabe.

Arbeiten mit dem FPD

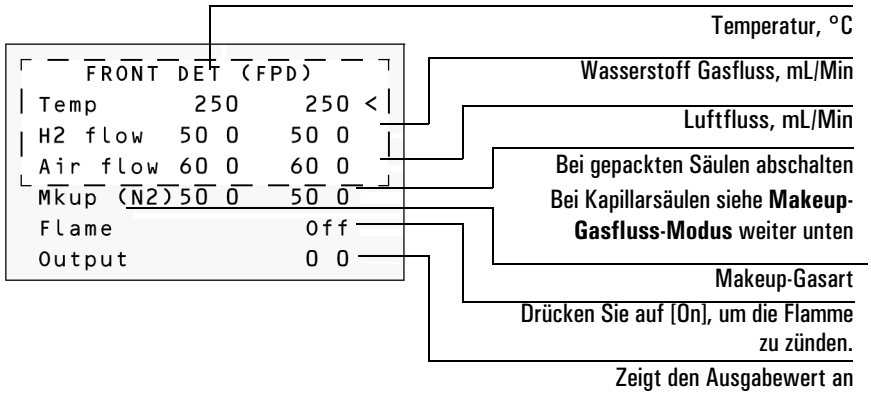
Tabelle 69 zeigt die Gasflüsse für die maximale Empfindlichkeit der FPD-Flamme, die wasserstoffreich und sauerstoffarm ist. Es ist schwierig, die Flamme mit diesen Gasflüssen zu zünden, besonders im Schwefel-Modus. Helium, das als Träger- oder Makeup-Gas eingesetzt wird, kann die Detektorgase unter die Zündtemeratur abkühlen. Agilent empfiehlt den Einsatz von Stickstoff anstelle von Helium.

Tabelle 69 Empfohlene Temperaturen und Gasflüsse

	Gasflüsse für den Schwefel-Modus mL/Min	**Gasflüsse für den Phosphor-Modus mL/Min**
Trägergas (Wasserstoff, Helium, Stickstoff, Argon)		
Gepacktsäulen	10 bis 60	10 bis 60
Kapillarsäulen	1 bis 5	1 bis 5
Detektorgase		
Wasserstoff	50	150
Luft	60	110
Träger + Makeup	60	60
Vordruck		
Vordruck für Luft: mindestens 6,5 Bar (90 Psi) für die Zünd-Sequenz. Alle anderen: ausreichend, um die gewünschten Gasflüsse zu ereichen		
Detektortemperatur		
Unter 120°C, Flamme zündet nicht		
Stellen Sie die Temperatur ungefähr 25°C höher als die höchste Ofentemperatur – der Grenzwert ist 250°C.		
Lit offset [Config][Front Det] **oder** [[Config][Back Det]		
Wenn das Detektorsignal (bei gezündeter Flamme) minus dem Detektorsignal (bei erloschener Flamme) unter diesen Wert fällt, werden zwei Versuche unternommen, den FPD wieder zu zünden. Erhöht sich dabei das Ausgangssignal nicht um mindestens diesen Wert, wird der Detektor abgeschaltet.		
2,0 pA ist die empfohlene Einstellung. Eine Einstellung von 0 oder [Off] verhindert die Selbstzündung (Autoignition).		

Wenn die Flamme mit den angezeigten Flussraten für den Schwefel-Modus nicht zünden will, ändern Sie die Werte auf den Phosphor-Modus. Nachdem die Flamme gezündet hat, vermindern Sie die Flussraten allmählich auf die Werte für den Schwefel-Modus. Zum Finden der geeigneten Flussraten für Ihren speziellen Detektor sind einige Experimente erforderlich.

Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det].

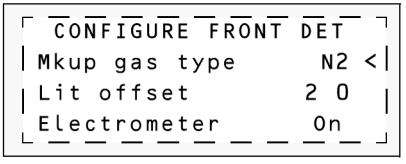


Makeup-Gasfluss-Modus: Wenn die Säulenabmessungen angegeben sind, wird die Steuertabelle auch einen dieser Sätze beinhalten.

Mode:Const Makeup		<	Modus:Col+mkup=konst
Mkup flow	0.0	Off	Kombinierter Fluss0.0
			Makeup Fluss 0.0

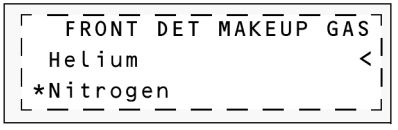
Um den **Makeup-Modus zu ändern,** gehen Sie zu Mode und drücken [Mode/Type]. Treffen Sie eine Auswahl und geben Sie die geeigneten Flusswerte ein.

Zum Ansehen des **Makeup-Gas** oder Ändern des **Lit Offset** drücken Sie auf [Config][Front Det] oder [Config][Back Det]:



Es ist nicht nötig, das Elektrometer an- oder auszuschalten, es sei den Sie führen Wartungsarbeiten durch.

Zum Ändern des **Makeup-Gas**-Typs drücken Sie auf [Mode/Type]:



Wählen Sie das passende Gas aus.

Abbildung 91 FPD-Steuertabelle

Vorgehensweise: Einsatz des FPD

Diese Vorgehensweise setzt voraus, dass alle Detektorgase angeschlossen sind, das System dicht und eine Säule installiert ist. Kontrollieren Sie die Ofentemperatur, die Einlasstemperatur und den Säulenfluss.

WARNUNG Stellen Sie sicher, dass entweder eine Säule installiert oder der FPD- Säulenanschluss verschlossen ist, bevor Sie die Luft- oder Wasserstoffzufuhr aufdrehen. Es kann zu einer Explosion kommen, wenn Luft und Wasserstoff in den Ofen austreten.

1. Drücken Sie auf [Front Det] oder [Back Det], um die FPD-Steuerungstabelle zu öffnen.
2. Stellen Sie die Detektortemperatur ein. Die Temperatur muss oberhalb von 120°C liegen, damit die Flamme brennen kann.
3. Verändern Sie, falls erwünscht, die Flussrate für Wasserstoff und drücken Sie auf [Off].
4. Verändern Sie, falls erwünscht, die Flussrate für Luft und drücken Sie auf [Off].
5. Wenn Sie mit **gepackten Säulen** arbeiten, schalten Sie das Makeup-Gas aus und fahren Sie bei Schritt 7 fort.
6. Bei der Benutzung von **Kapillarsäulen**:
   a. Stellen Sie sicher, dass die verwendete Gasart der eingetragenen entspricht (neben der Zeile Mkup in der Steuerungstabelle). Ändern Sie die Gasart, falls nötig.
   b. Wenn Ihre Kapillarsäule *definiert* ist, wählen Sie, falls gewünscht, einen neuen Flussmodus aus und stellen Sie den Makeup-Gasfluss oder kombinierten Fluss ein.
   c. Wenn Ihre Kapillarsäule stattdessen *nicht definiert* ist, geben Sie einen Makeup-Gasfluss ein. In diesem Fall ist lediglich konstanter Fluss verfügbar.

7. Gehen Sie zu Flame (Flamme) und drücken Sie auf [On]. Die Luft- und Wasserstoffzufuhr werden hierdurch angeschaltet und die Zündsequenz aktiviert. Nach der Zündung steigt das Signal an. Typische Werte sind 4 bis 40 pA im Schwefel-Modus, 10 bis 70 pA im Phosphor-Modus. Stellen Sie sicher, dass die Flamme an ist, indem Sie eine kalte, glänzende Fläche wie einen Spiegel oder einen chrombeschichteten Schraubenschlüssel über den Abluftausgang halten. Ununterbrochene Kondensation ist ein Zeichen für eine brennende Flamme.

Testbedingungen und Referenzchromatogramm

Dieser Abschnitt zeigt ein typisches Beispiel eines Testprobenchromatogramms. Es kann als Hilfestellung dienen, um die Geräteleistungsfähigkeit zu erfassen.

Beachten Sie, dass die aufgelisteten Injektionsvolumina bei bestimmten Betriebsbedingungen nicht unbedingt den tatsächlich injizierten absoluten Volumina entsprechen. Das angegebene Volumen bezieht sich auf die Strichmarke (Position des Spritzenstempels) einer 10-µl-Standardspritze. Bei einem beheizten Einlass schließt das wirklich injizierte Volumen zusätzliche 0,4-0,7 µL ein; das Probenvolumen, das aus dem Inneren der Spritzennadel verdampft wird. Beim On-Column-Einlass (nicht beheizt) stellt die Position des Spritzenkolbens das wirklich injizierte Volumen dar.

Beachten Sie auch, dass die folgenden Vorgehensweisen und Ergebnisse ausschließlich dafür gedacht sind, die einwandfreie Funktionsweise des Einlass- oder Detektorsystems festzustellen; sie sind nicht dafür geeignet, ein System auf seine spezifizierten Grenzen hin zu überprüfen.

FPD-Testbedingungen

Säule und Probe

Säulenart	HP-5 30m x 0.32mm x 0.25μm PN 19091J-413
Probe	FPD Überprüfung (Checkout) 8500-3697
Injektionsvolumen	1 μL

Einlass

Temperatur	250°C Gespülter Gepacktsäuleneinlass oder Split/Splitless
	Ofennachführung Cool On-Column
	80°C PTV (siehe unten)
Einlassdruck	25 psi (Konstantdruck für EPC Einlass, Helium)
Split/Splitless-Einlass	
Modus	Splitless
Spülfluss	60 mL/Min
Spülzeit	0,75 min
PTV	
Modus	Splitless
Temperatur im Einlass	80°C
Anfangshaltezeit	0.1 min
Rate 1	720°C/Min.
Final temp 1	350°C
Final time 1	2 min
Rate 2	100°C/Min.
Final temp 2	250°C
Final time 2	0 min
Einlassdruck	25 psi (Konstantdruck für EPV-Einlass)
Spülzeit	0,75 min
Spülfluss	60 mL/Min

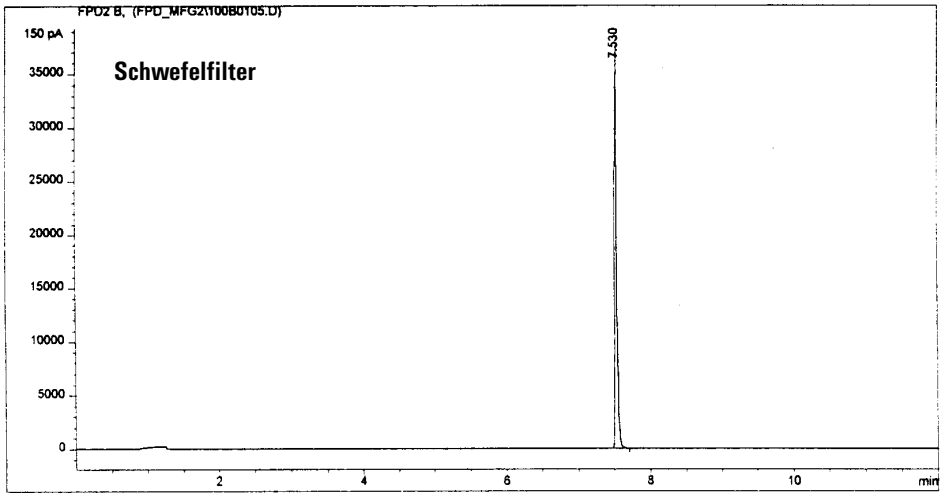
Detektor

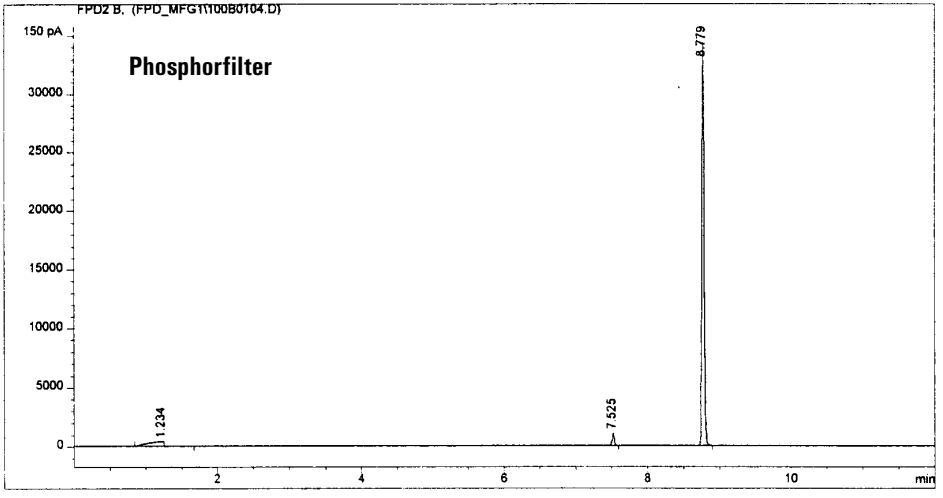
Temperatur	200°C
Hydrogen flow	75 ± 2 mL/Min
Luftfluss	100 ± 2 mL/Min
Makeup-Fluss	60 ± 2 mL/Min, Stickstoff
Offset, Flow Off (O-fa)	Sollte < 40 Anzeigeeinheiten betragen
Offset, Flame O (O+fb)	< [(O-fa) + 85 Anzeigeeinheiten]

Ofen

Anfangstemperatur	60°C
Anfangshaltezeit	0 min
Rate 1	25°C/Min.
Endttemp	110°C
Final Time 0 Min	
Rate 2	10°C/Min.
Final temp 2	170°C
Final temp 1	3 min

Typisches FPD-Referenzchromatogramm





Ihre Retentionszeiten werden sich unterscheiden, die Peaksymmetrie sollte jedoch der in diesem Beispiel entsprechen.

Wartung des Detektors

VORSICHT Bewahren Sie den FPD nicht bei Temperaturen oberhalb 50°C auf, da dies den PMT schädigen könnte.

Probleme mit der Zündung

Wenn die FPD-Famme nicht zünden will oder verlöscht, überprüfen/tun Sie das Folgende:

1. Stellen Sie zuerst einmal sicher, dass es sich wirklich um ein Problem handelt. Die Zündung kann man am besten dadurch bestätigen, dass man einen Spiegel oder eine glänzende Oberfläche in die Nähe der Auslassöffnung bringt, nachdem man den Ablaufschlauch entfernt hat, und überprüft, ob durch die brennende Famme eine Kondensation auftritt.
2. Überprüfen Sie Lit Offset. Wenn dessen Wert auf Null steht, ist die Autoignition (automatische Selbstzündung) ausgeschaltet. Wenn er zu groß ist, erkennt der GC nicht, ob die Flamme gezündet hat und fährt deshalb den Detektor herunter.
3. Erhöhen Sie den Versorgungsdruck für die Luft am Pneumatik-Modul. Dadurch wird die Zündung der Flamme erleichtert, hat aber keinen Einfluss auf den Sollwert für die Flussrate der Luft.
4. Wenn die Flamme trotz allem nicht zündet, überprüfen Sie den Schaltkreis für den Glühknopf (Glow Plug Circuit). Beobachten Sie die visuelle Anzeige, die kurzfristig auf einen Wert größer als 65 500 Zähler ansteigt, wenn die Flamme zündet. Wenn sich die Anzeige nicht ändert, überprüfen Sie den Pin-Stecker auf der gedruckten Schaltung, den Kabelanschluss am Glühknopf und die entsprechende 5A-Sicherung am GC-Hauptschaltkreis. Wenn der Glühknopf fehlerhaft ist, ersetzen Sie ihn mit der Teile-Nr. 0854-0141.
5. Die Flamme kann leichter bei höheren Detektortemperaturen zünden.

6. Bei gewissen Betriebsbedingungen kann die Flamme leichter zünden, wenn man den Ableitungsschlauch aus Gummi entfernt. Nach Zündung der Flamme kann man dann den Ableitungsschlauch wieder anbringen.
7. Wenn die Flamme immer noch nicht zünden will, kann es sich um ein großes Leck im System handeln. Dadurch besteht ein Unterschied zwischen den gemessenen Flussraten und den aktuellen Flussraten, wodurch nichtideale Zündbedingungen bewirkt werden können. Überprüfen Sie daher gründlich das gesamte System auf Leckagen.
8. Wenn es die Analyse erlaubt, sollten Sie Stickstoff anstelle von Helium als Träger- und Makeup-Gas einsetzen.
9. Erhöhen Sie die Flussraten für Wasserstoff und Luft, bis die Zündung erfolgt ist, anschließend reduzieren Sie sie dann auf die Werte in Tabelle 69. Experimentieren Sie, um die besten Werte zu finden.

Wechsel der Wellenlängen-Filter

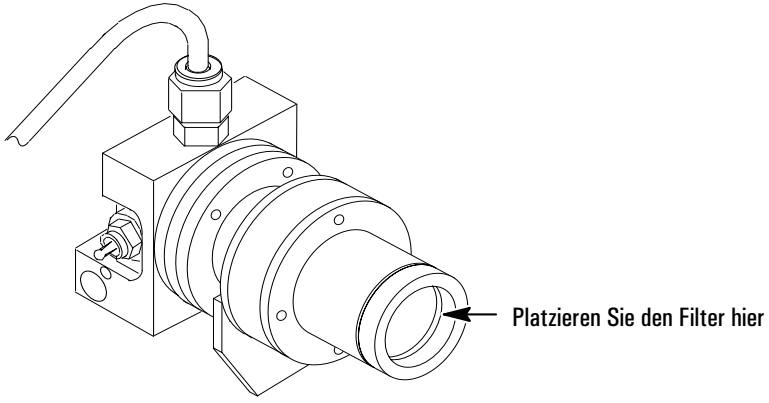
Installieren Sie den richtigen optischen Filter, abhängig davon, ob Sie den Schwefel- oder den Phosphor-Modus (Sulfur oder Phosphorus Mode) gewählt haben. Für den Schwefel-Modus verwenden Sie den 393-Nanometer-Filter (Teile-Nr. 19256-80000). Für den Phosphorus Mode verwenden Sie den 525-Nanometer-Filter (Teile-Nr. 19256-80010).

Zum Wechseln des Filters:

WARNUNG Drehen Sie den Hauptschalter – der sich links unter der Ofentüre befindet – auf Off. Wenn die Fotovervielfacher-Röhre dem Raumlicht ausgesetzt ist, während der Strom eingeschaltet ist, wird die Röhre zerstört.

1. Lösen Sie die Rückhaltefeder, die sich rund um das Fotovervielfacher-Gehäuse befindet.
2. Ziehen Sie das Fotovervielfacher-Gehäuse aus dem Detektorblock. Eine leichte Drehbewegung kann dabei helfen.

3. Entfernen Sie den alten Filter. Wischen Sie mit Linsen-Tüchern die Fingerabdrücke ab.
4. Bringen Sie den neuen Filter so in die Aussparung, dass die versilberte Seite zur Flamme zeigt.



5. Schieben Sie das PMT-Gehäuse so weit in den Detektorblock, wie es geht.
6. Installieren Sie die Rückhaltefeder wieder, die sich rund um das Fotovervielfältiger-Gehäuse befindet.
7. Stellen Sie den Strom wieder an.

Dichtigkeitsprüfung (Leakage-Tests)

Schalten Sie die Gasversorgungen aus. Verschließen Sie den Auslass des Detektors mit einer 1/4"-Swagelok-Verschlusskappe (Teile-Nr. 0100-0196) und einer 40% graphitierten Vespel-Dichtung (Teile-Nr. 0100-1061).

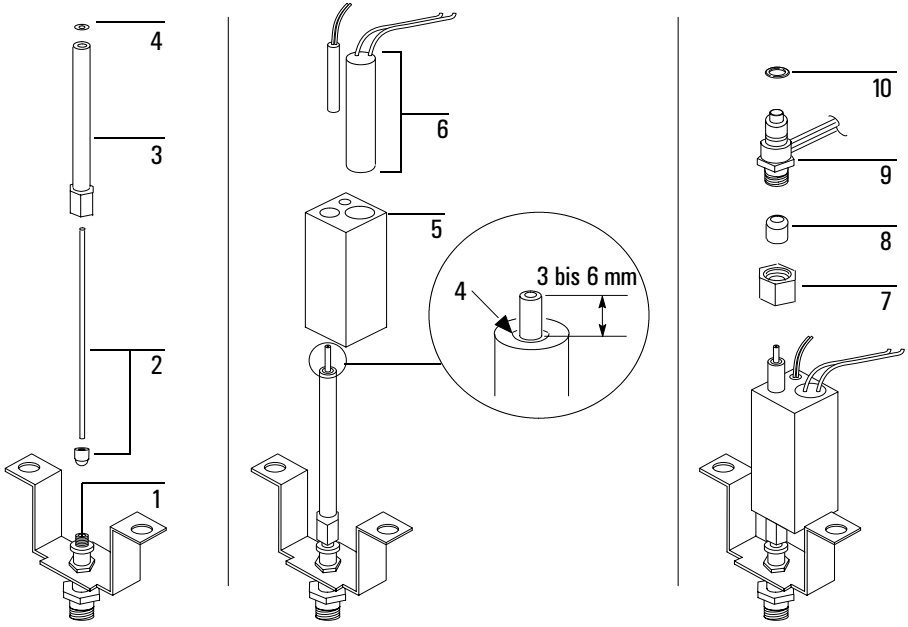
VORSICHT Wenn Sie das Flusssystem unter Druck überprüfen, überschreiten Sie nicht 210 kPa (30 psig). Höhere Drücke können das Fenster oder die Dichtungen des Detektorblocks schädigen.

Schalten Sie eines der Gase für einige Sekunden ein und dann wieder aus. Der angezeigte Fluss, der in Wirklichkeit ein Druck ist, sollte konstant bleiben oder nur langsam abfallen. Wenn nicht, dann befindet sich ein Leck im System. Beginnen Sie damit, mögliche Ursachen für das Leck zu überprüfen und beobachten Sie im Monitor die Durchflussangabe, um festzustellen, wann das Leck eliminiert ist.

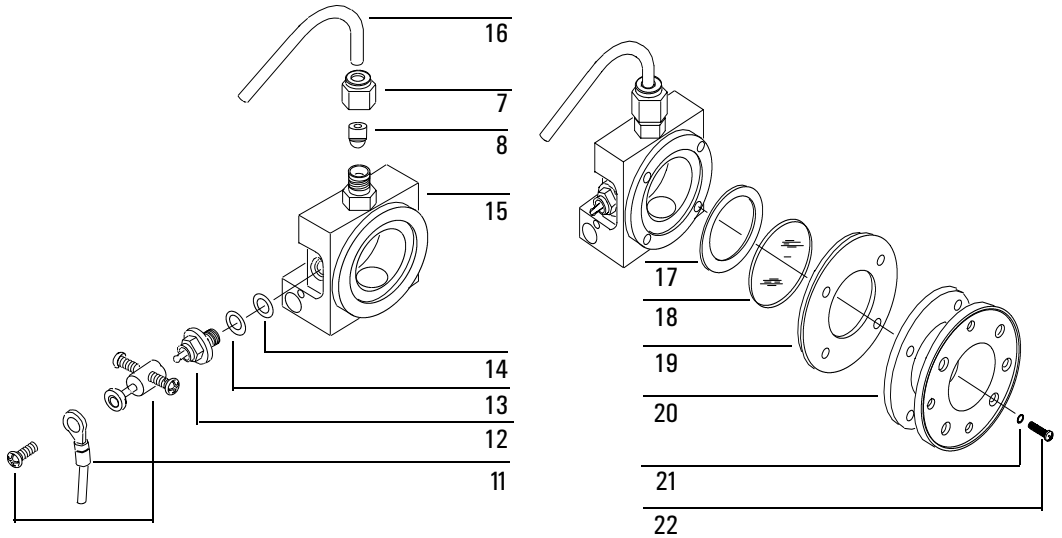
Mögliche Ursachen für die Leckage in der Reihenfolge abnehmender Wahrscheinlichkeit sind:

1. Septum
2. Säulendichtungen
3. Verbindungen der Leitungen vom Swagelock-Typ
4. O-Ringe oder Vespel-Dichtungen des Detektorblocks
5. Andere System-Verbindungen

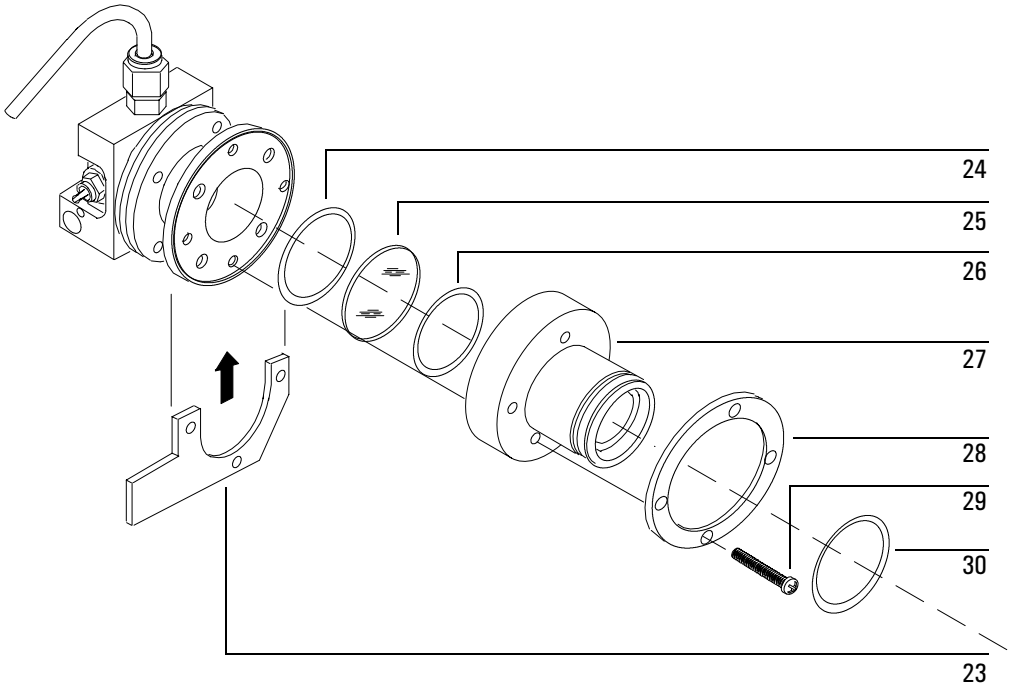
Identifizierung der Teile



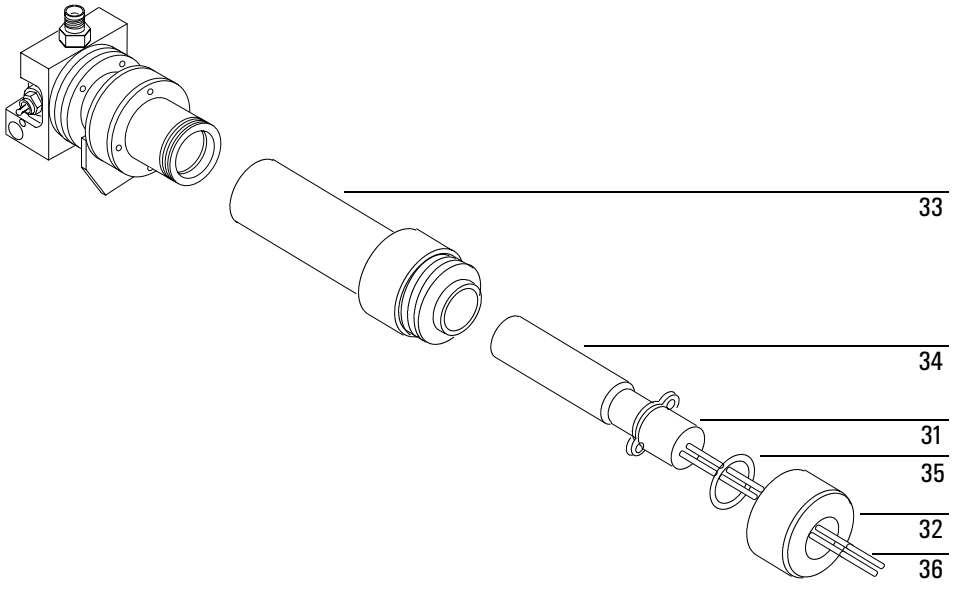
Nr.	Beschreibung	Bestellnr.
1	Schweißelement der Grundeinheit (Base Assembly Weldment)	
2	Gigabore Liner/Ferrule-Einheit	19256-60590
3	Transferleitung	19256-80550
4	O-Ring, Kalrez, Transferleitung	0905-1101
5	Unterer Heizblock	
6	Heizung/Sensor-Einheit	
7	Mutter, Messing, 1/4"	0100-0056
8	Ferrule, Vespel, 1/4" ID	5080-8774
9	Düsen-Patrone (Jet Cartridge)	G1535-80500
10	O-Ring, Kalrez, Düsen-Patrone	0905-1103



Nr.	Beschreibung	Bestellnr.
7	Mutter, Messing, 1/4"	0100-0056
8	Ferrule, Vespel, 1/4"-ID	5080-8774
11	Zündkabel-Einheit (Ignitor Cable Assembly)	G1535-60600
12	Glühkopf (Glow Plug)	0854-0141
13	Abstandsring, Ignitor	19256-20590
14	O-Rring, Kalrez, Ignitor	0905-1102
15	Schweißblock (Weldment, Block)	
16	Auslassleitung, Aluminum Auslassleitung, rostfreier Stahl	19256-20700 19256-20705
17	Dichtung, Hitzeschild (Heat Shield)	19256-80040
18	Fenster, erster Hitzeschild	19256-80030
19	Scheibe, Hitzeschild	19256-20580
20	Kupplung, rostfreier Stahl	19256-20550
21	Unterlegscheiben (4 erforderlich)	2190-0108
22	Schraube, M3 x 12 (4 erforderlich)	0515-0911



Nr.	Beschreibung	Bestellnr.
23	Griff (Clamp)	19256-00090
24	O-Ring, Silikon, 0.926"-ID (orange)	0905-0955
25	Fenster, zweiter Hitzeschild	19256-80060
26	O-Ring, Silikon, 1.05"-ID (orange)	0905-1104
27	Flansch-Adapter	
28	Flansch-Ring	19256-00200
29	Schraube, M3 x 25 (4 erforderlich)	0515-0065
30	O-Ring, Viton, 1,239"-ID (braun)	0905-1100
Filter (nicht gezeigt)		
	Sulfur Mode	19256-80000
	Phosphorus Mode	19256-80010



Nr.	Beschreibung	Bestellnr.
31	Röhren-Sockel	19256-20670
32	Endkappe	19256-20710
33	Gehäuse für PMT-Röhre	19256-20650
34	Ersatzteile für die Fotovervielfacher-Röhren (Photomultiplier Tubes)	
	NUR PM-Röhre	G1535-80050
	PM-Röhre- und -Gehäuse-Einheit	19256-60510
35	O-Ring für PM-Röhre	0905-1099
36	Kabel-Einheit für das Resistor-Netzwerk	19256-60580

Reinigen/Ersetzen von Fenstern, Filter und Dichtungen

Das Säulenbluten und/oder Bestandteile der Probe können das erste Quarzfenster (den Hitzeschild), das sich am nächsten zum Detektor befindet, kontaminieren. Staub, Fingerabdrücke und atmosphärische Verunreinigungen können sowohl die beiden Quarzfenster, die Filter und/oder das Fenster der Fotovervielfacher-Röhre verschmutzen. Eine Kontamination irgendwo im Lichtpfad zwischen der Flamme und der PMT kann die Detektor-Empfindlichkeit vermindern.

1. Schalten Sie das Elektrometer aus.
2. Schalten Sie die Gasversorgungen für Wasserstoff, Luft und Hilfsgase zum Detektor aus. Schalten Sie die Heizungen aus. Warten Sie, bis der Detektor abgekühlt ist.
3. Lösen Sie die Rückhaltefeder, die sich rund um das Fotovervielfältiger-Gehäuse befindet.

VORSICHT Schalten Sie immer das Elektrometer aus, bevor Sie das PMT-Gehäuse entfernen, um ein Zerstören der Röhre zu vermeiden.

VORSICHT Bedecken Sie das offene Ende des PMT-Gehäuse so gut es geht, um eine Schädigung der Röhre durch Licht zu vermeiden.

4. Ziehen Sie das PMT-Gehäuse vom Detektor ab und nehmen Sie den Filter heraus. Reinigen Sie den Filter auf beiden Seiten mit einem faserfreien Linsentuch. Reinigen Sie das PMT-Fenster, das man im Inneren des Gehäuses sieht. Vermeiden Sie Kratzer auf den Oberflächen; verwenden Sie keine Reinigungsflüssigkeiten, die einen Film nach dem Abtrocknen zurücklassen könnten.
5. Überprüfen Sie den Filter: ausgebrochene Stellen, Kratzer und/oder Sprünge im Lichtpfad streuen das Licht und vermindern so die Empfindlichkeit des Detektors. Ersetzen Sie die Filter, wenn nötig.

   Überprüfen Sie das PMT-Fenster auf Schäden; ersetzen Sie das PMT, wenn nötig.

a. Lösen Sie die vier Schrauben am PMT-Adapterflansch und nehmen Sie den Flansch herunter. Seien Sie vorsichtig, da dadurch ein Quarzfenster freigesetzt wird, das herunterfallen könnte. Reinigen Sie das Fenster mit einem Linsentuch.

b. Lösen Sie die vier Schrauben an der Kupplung aus rostfreiem Stahl und nehmen Sie vorsichtig die Kupplung ab. Das offen gelegte Quarzfenster kann herausfallen. Reinigen Sie das Fenster mit einem Linsentuch.

VORSICHT Dieses Fenster – das sich am nächsten zur Flamme befindet – kann festsitzen, wenn der Detektor kalt ist. Man kann es leichter herausnehmen, wenn der Detektor warm ist, aber seien Sie vorsichtig, um Verbrennungen zu vermeiden.

6. Achten Sie auf die Reihenfolge und den Typ der Dichtungen, die sich auf den auseinander genommenen Teilen befinden. Die Dichtungen sollten beim Zusammenbau durch neue Teile ersetzt werden.
7. Überprüfen Sie die Fenster: ausgebrochene Stellen, Kratzer, Sprünge oder matte Stellen im Lichtpfad streuen das Licht und vermindern so die Empfindlichkeit des Detektors. Ersetzen Sie die Fenster, wenn nötig.
8. Bauen Sie die Teile in der umgekehrten Reihenfolge wieder zusammen und stellen Sie dabei sicher, dass jeweils die richtigen Dichtungen verwendet wurden und dass sie gut sitzen. Ziehen Sie die Schrauben gleichmäßig und gut an, um gas- und lichtdichte Verbindungen zu erhalten. Wenn der Filter eine versilberte Seite hat, dann sollte diese zur Flamme zeigen (der Richtungspfeil > auf dem Filterrand sollte zum PMT zeigen).

Reinigen/Ersetzen der Düse

Wenn ein Problem beim Response auftritt (Empfindlichkeit, Rauschen, Selektivität), dann sollte die FPD-Düse auf Ablagerungen untersucht und, wenn nötig, gereinigt oder ausgetauscht werden. Zur richtigen Wartung der Düse muss das Detektor-Modul aus dem Gerät herausgenommen werden, worauf dann die entsprechenden Arbeiten durchgeführt werden können:

1. Schalten Sie den Strom zum Gaschromatographen aus und ziehen Sie das Stromkabel heraus. Nehmen Sie die Abdeckungen des Detektors ab.
2. Warten Sie, bis die beheizten Zonen auf sichere Temperaturen abgekühlt sind.

VORSICHT Schalten Sie immer das Elektrometer aus oder den Strom ab, bevor Sie das PMT-Gehäuse entfernen, um ein Zerstören der Röhre zu vermeiden.

VORSICHT Bedecken Sie das offene Ende des PMT-Gehäuse so gut es geht, um eine Schädigung der Röhre durch Licht zu vermeiden.

3. Nehmen Sie die Fotovervielfacher-Röhren-Einheit aus dem Detektor-Modul heraus; entfernen Sie auch den Filter. Stellen Sie beides auf einen sicheren Platz.
4. Nehmen Sie die Abluftleitung ab.
5. Nehmen Sie die Abdeckung aus Metall ab. Beim Einzel-Wellenlängen-Detektor wird sie durch zwei Schrauben auf der Oberseite und zwei auf der Unterseite gehalten; beim Doppel-Wellenlängen-Detektor wird sie nur durch zwei Schrauben auf der Oberseite gehalten. Lösen Sie die Schrauben, die den Detektor mit der U-Klammer verbinden. Mithilfe von zwei Schraubschlüsseln lösen Sie die Swagelock-Verbindung am Boden der Düsen-Einheit von der Transferleitung und dann heben Sie sehr vorsichtig das Brenner-Modul von der Transferleitung herunter, damit der Liner aus Quarzglas nicht beschädigt wird.

   Es ist nicht nötig, irgendwelche Verbindungen, Zündkabel oder die Heizung/den Sensor auseinander zu nehmen. Lassen Sie alles so, wie es ist, und trennen Sie nur den Detektorblock von der Transferleitung an der 1/4"-Swagelock-Dichtung. Heben Sie dann den Block vorsichtig hoch und drehen Sie ihn soweit, dass Sie Zugang zur Düse haben.
6. Nehmen Sie die Düseneinheit ab und untersuchen Sie sie. Durch leichtes Rotieren bekommt man sie leicht frei. Die Düseneinheit kann man leichter aus dem FPD-Block herausbekommen, wenn der Block noch warm ist. Verwenden Sie einen Draht oder eine Bürste, um alle Ablagerungen zu entfernen.

7. Dies ist auch eine ideale Gelegenheit, um den Glühkolben (Siehe „Probleme mit der Zündung“ auf Seite 667) zu überprüfen/reinigen, ebenso wie die Quarz-Fenster (siehe „Reinigen/Ersetzen von Fenstern, Filter und Dichtungen“ auf Seite 675).
8. Setzen Sie komprimierte Luft oder Stickstoff ein, um lose Partikel aus der Düse und/oder dem Detektorblock herauszublasen.
9. Überprüfen Sie die Bohrung der Düse auf Ablagerungen und entfernen Sie diese gegebenenfalls mit einem geeigneten Draht. Wenn die Düse auf irgendeine Art beschädigt ist, tauschen Sie sie aus. Meist ist es besser, die Düse auszutauschen, als zu versuchen, sie zu reinigen, besonders wenn eine extrem hohe Empindlichkeit erforderlich ist.
10. Installieren Sie eine neue Kalrez-O-Ring-Dichtung auf der Düse. Verwenden Sie den alten O-Ring nicht noch einmal.

VORSICHT Gehen Sie vorsichtig vor, um beim Reinstallieren des Detektors den Quarzglas-Liner nicht zu zerbrechen oder zur Seite zu drücken.

11. Bauen Sie alle Teile des Detektor-Moduls wieder zusammen; bauen Sie das Modul dann in das Gerät zurück. Verwenden Sie eine neue Vespel-Dichtung, um das Detektor-Modul mit der Transferleitung zu verbinden.
12. Reinstallieren Sie die PMT-Einheit auf das Detektor-Modul; stellen Sie die Gase und den Strom wieder an.

Ersetzen des Quarzglas-Liners der Transferleitung

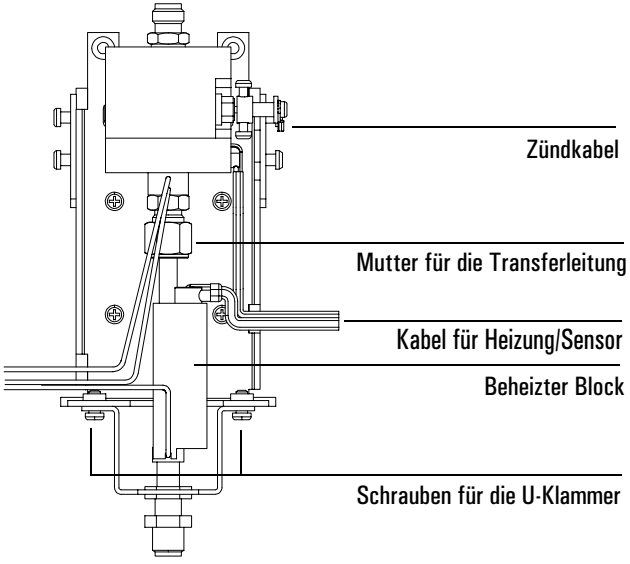
Gelegentlich muss auch der Quarzglas-Liner der Transferleitung zwischen der Säule und dem FPD-Modul inspiziert, gereinigt und/oder ersetzt werden.

1. Schalten Sie den Strom zum Gaschromatographen aus und ziehen Sie das Stromkabel heraus. Nehmen Sie die Abdeckungen des Detektors ab.
2. Warten Sie, bis die beheizten Zonen auf sichere Temperaturen abgekühlt sind.
3. Entfernen Sie im Inneren des Ofens die Verbindung der Säule zum FPD.

VORSICHT Schalten Sie immer das Elektrometer aus oder den Strom ab, bevor Sie das PMT-Gehäuse entfernen, um ein Zerstören der Röhre zu vermeiden.

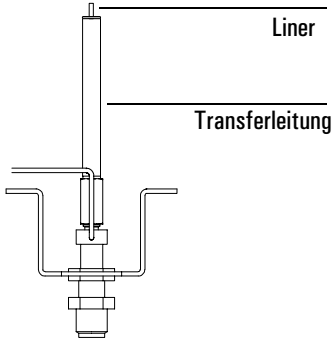
VORSICHT Bedecken Sie beim nächsten Schritt das offene Ende des PMT-Gehäuse so gut es geht, um eine Schädigung der Röhre durch Licht zu vermeiden.

4. Nehmen Sie die Fotovervielfacher-Röhren-Einheit – oder die Einheiten – aus dem Detektor-Modul heraus; entfernen Sie auch den Filter. Stellen Sie sie auf einen sicheren Platz.
5. Suchen Sie das Zündkabel, das auf der Seite des Detektors angeschlossen ist. Verfolgen Sie das Kabel bis zur gedruckten Schaltung zurück und ziehen Sie es dort ab.



6. Ziehen Sie die Abgasleitung ab und entfernen Sie die Abdeckung aus Metall – beim Einzel-Wellenlängen-Detektor wird diese durch zwei Schrauben auf der Oberseite und zwei auf der Unterseite gehalten, beim Doppel-Wellenlängen-Detektor nur durch zwei Schrauben auf der Oberseite.

7. Entfernen Sie die vier Schrauben, die den Detektor oben auf dem Ofen festhalten (an jeder Ecke eine). Nehmen Sie den Detektor vom GC ab.
8. Lösen Sie die Mutter der Transferleitung. Entfernen Sie die beiden Schrauben, die die U-Klammer am Detektorblock festhalten. Nehmen Sie die U-Klammer und die daranhängenden Teile vom Unterteil des Detektors ab.
9. Nehmen Sie die Mutter und die Dichtung der Transferleitung, die Kabeleinheit für die Heizung/den Sensor und den beheizten Block herunter.



10. Schrauben Sie mit einem Gabelschlüssel die Transferleitung von der Detektorbasis ab. Heben Sie die Transferleitung – die den Liner aus Quarzglas enthält – vertikal nach oben aus dem Gerät heraus. Nehmen Sie den Liner aus Quarzglas und die 1/16"-Vespel-Ferrule heraus, indem Sie den Liner und die Ferrule von unten herausziehen. Überprüfen Sie sie auf Beschädigungen.
11. Installieren Sie, wenn nötig, einen neuen Liner aus Quarzglas und die Vespel-Ferrule. Dabei müssen Sie den Fused Silica Liner vorsichtig durch den Kalrez-O-Ring bis zur Spitze der Transferleitung schieben, um nicht den O-Ring zu beschädigen.
12. Bauen Sie dann den Fused Silica Liner, die Ferrule und Leitung vorsichtig in die Detektor-Basis ein. Der Fused Silica Liner sollte so positioniert sein, dass er 6 bis 7 mm (1/4") über den Rand der Transferleitungsschweißeinheit herausragt. Ziehen Sie mit einem Schraubenschlüssel die Transferleitung fest an (halbe Drehung weiter als fingerdicht).

13. Reinstallieren Sie den beheizten Block, die Kabeleinheit für die Heizung/den Sensor, die Mutter und die Dichtung. Die Aussparung am Boden des Blocks passt über die Leitung, die von der Detektor-Dichtung kommt.
14. Befestigen Sie die Schrauben der U-Klammer, dann ziehen Sie die Mutter auf der Transferleitung fest.
15. Stellen Sie den Detektor auf das Gerät, orientieren Sie ihn richtig und schrauben Sie die vier Schrauben fest, die ihn halten. Bringen Sie wieder die obere Abdeckung und die Abluftleitung an.
16. Stecken Sie das Zündkabel auf das Board mit der gedruckten Schaltung.
17. Installieren Sie die PMT-Einheit (oder die Einheiten).
18. Stellen Sie die normalen Betriebsbedingungen wieder her.

Ersetzen der Fotovervielfacher-Röhre (Photomultiplier Tube)

Wenn die PMT defekt ist (bei angelegter Hochspannung und gezündeter Flamme: wenig oder kein Signal und/oder starkes Rauschen, das nicht einer anderen Quelle wie etwa schlechten Kabeln, Licht-Leckagen, hohen Temperaturen, defektem Signal-Board usw. zugeordnet werden kann), muss es ersetzt werden.

1. Schalten Sie den Strom zum Gaschromatographen aus und ziehen Sie das Stromkabel heraus.

VORSICHT Schalten Sie immer das Elektrometer aus oder den Strom ab, bevor Sie das PMT-Gehäuse öffnen, um ein Zerstören der Röhre zu vermeiden.

2. Befreien Sie die Kabel vom PMT aus dem Clip der Halterung. Ziehen Sie ein paar Zoll der Kabel durch den Kabelbinder in Richtung auf die Endkappe. Schrauben Sie die Endkappe von der PMT-Einheit ab. Schieben Sie die Kappe von der Einheit weg.
3. Schieben Sie die Resistor-Netzwerk-Kabel-Einheit und die PMT und den Sockel aus dem Gehäuse heraus, bis ungefähr ein Zoll der Röhre herausragt.

VORSICHT Schützen Sie die neue PMT, so gut es geht, vor Lichteinfall, um eine Schädigung der Röhre zu vermeiden.

4. Ziehen Sie den Sockel von der PMT herunter. Bauen Sie die PMT aus und ersetzen Sie sie durch eine neue Röhre.
5. Wenn Sie den Sockel auf die neue Röhre schieben, stellen Sie sicher, dass der fehlende Pin auf der Röhrenbasis mit der Fehlstelle in den Sockelkontakten übereinstimmt.
6. Bauen Sie alles in umgekehrter Reihenfolge wieder zusammen. Stellen Sie sicher, dass Fett, Fingerabdrücke, Staub usw. vom PMT-Fenster, das zum Detektor-Modul zeigt, gut abgewischt sind. Stellen Sie sicher, dass der O-Ring richtig auf dem PMT/der Resistor Bridge Network-Einheit sitzt, da dies eine kritische Lichtabdichtung ist. Wenn der O-Ring beschädigt ist, tauschen Sie ihn aus.
7. Schrauben Sie die Endkappe auf die PMT-Einheit. Ziehen Sie die Kabel durch den Kabelbinder, um Schleifen am Ende der Einheit zu vermeiden. Hängen Sie die Kabel in den Clip auf der Seite des PMT-Gehäuses.

27 Grundlegende Schritte

Proben

Vorbereitung des GC für den Probenlauf
Probenlauf – Manuelle Injektion
Probenlauf – Injektion mit GC-ALS oder Ventil

Methoden

Erstellen von Methoden
Einstellen der Säulenflussrate oder des Säulendrucks

Sequenzen

Erstellen von Sequenzen
Verfahren zum Ändern einer gespeicherten Sequenz
Starten/Stoppen/Unterbrechen einer Sequenz

Wartung

Auswechseln der Säule
Funktionsprüfung für den GC
Abschalten des GC

Proben

Vorbereitung des GC für den Probenlauf

1. Prüfen Sie die Gaszufuhr und den Quellendruck.
2. Überprüfen Sie die Stromzufuhr, und stellen Sie sie wieder her, falls sie unterbrochen wurde.
3. Schalten Sie GC, Computer und Kommunikationssysteme ein.
4. Stellen Sie fest, welche Säulen installiert sind.
5. Wechseln Sie die Säule aus, falls erforderlich. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Auswechseln der Säule“.
6. Prüfen Sie nach, ob die zu analysierenden Proben verfügbar sind.
7. Bestätigen Sie die erforderlichen Sequenzen und Methoden.

Probenlauf – Manuelle Injektion

1. **Bereiten Sie den GC vor.** Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Vorbereitung des GC für den Probenlauf“.
2. **Bereiten Sie die Proben für die Injektion vor.**
3. **Laden Sie die gewünschte Methode.** Drücken Sie [Load] [Method], geben Sie anschließend die gewünschte Methodennummer ein, und drücken Sie [Enter]. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Verfahren zum Laden einer gespeicherten Methode“.
4. **Warten Sie, bis die Meldung „Ready“ ausgegeben wird.**
5. **Laden Sie die Spritze**.
6. **Injizieren Sie die Probe, und drücken Sie gleichzeitig [Start].**

   Das Laufkontrolllicht beginnt zu leuchten und schaltet sich erst wieder aus, wenn der Lauf abgeschlossen ist.

Probenlauf – Injektion mit GC-ALS oder Ventil

1. **Bereiten Sie den GC vor**. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Vorbereitung des GC für den Probenlauf“.
2. **Bereiten Sie die Proben für die Injektion vor.**
3. **Setzen Sie die Probengefäße in den ALS-Probenteller bzw. in das Karussell ein**, falls Sie mit dem GC-ALS (dem automatischen Flüssigprobengeber) arbeiten. Merken Sie sich die Positionen der einzelnen Probengefäße im Karussel bzw. Probenteller.
   - Wie Sie den Injektorsollwert bearbeiten, erfahren Sie unter „Verfahren zum Aufrufen der Injektoreinstellungen“.
   - Wie Sie den Injektor konfigurieren, erfahren Sie unter „Konfigurieren des Probengebers“.
   - Wie Sie die Probenteller-Sollwerte bearbeiten, erfahren Sie unter „Verfahren zum Aufrufen der Funktionen für den Probenteller“.
   - Wie Sie den Strichcodeleser konfigurieren, erfahren Sie unter „Verfahren zum Konfigurieren des Strichcodelesers“.
4. **Laden Sie die gewünschte Sequenz**. Drücken Sie [Load] [Sequence]. Geben Sie die Sequenznummer ein, und drücken Sie [Enter].
   - Wie Sie eine Sequenz erstellen, erfahren Sie unter „Erstellen von Sequenzen“.
   - Wie Sie eine Untersequenz für den Probengeber erstellen, erfahren Sie unter „Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Probengeber“.
   - Wie Sie eine Untersequenz für eine Ventilinjektion erstellen, erfahren Sie unter „Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Ventile“.
   - Wie Sie eine Sequenz modifizieren, erfahren Sie unter „Verfahren zum Ändern einer gespeicherten Sequenz“.
5. **Starten Sie die Sequenz**. Drücken Sie [Seq control]. Aktivieren Sie den Eintrag Start sequence. Drücken Sie [Enter].

   Das Laufkontrolllicht beginnt zu leuchten und schaltet sich erst wieder ab, wenn die Sequenz abgeschlossen ist.

Methoden

Erstellen von Methoden

Weiterführende Informationen zu diesem Thema finden Sie unter „Analytische Methoden“.

1. **Legen Sie die Ofenparameter fest**. Drücken Sie [Oven], und blättern Sie nach unten.
   - Wie Sie einen isothermalen Lauf durchführen, erfahren Sie unter „Verfahren zum Einstellen eines isothermischen Laufes“.
   - Wie Sie ein Programm mit einer einzelnen Temperaturrampe erstellen, erfahren Sie unter „Verfahren zur Programmierung einer einzelnen Rampe“.
   - Wie Sie ein Ofenprogramm mit bis zu sechs Rampen erstellen, erfahren Sie unter „Verfahren zur Programmierung mehrerer Rampen in einem Lauf“.
2. **Legen Sie die Säulenparameter fest**. Drücken Sie [Col 1] oder [Col 2], und machen Sie folgende Angaben:
   a. Die Säulenlänge und den Säulendurchmesser (bei Kapillarsäulen). Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zum Konfigurieren einer Kapillarsäule“.
   b. Einen Säulenmodus, falls verfügbar. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Auswahl eines Säulenmodus“.
   c. Den Säulenvordruck oder die Säulenflussrate. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zum Konfigurieren einer Kapillarsäule“, „Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zur Auswahl eines Säulenmodus“ oder „Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. -druck oder der durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit“.

3. **Stellen Sie die Einlassparameter ein**. Drücken Sie [Front Inlet] oder [Back Inlet].
   - Wählen Sie gegebenfalls einen Einlassmodus.
   - Stellen Sie die Parameter ein. Geben Sie beispielsweise die Temperatur, den Druck, das Splitverhältnis (split ratio), den Splitfluss (split flow) sowie den Gesamtfluss (total flow) an. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Die Verwendung des Split/Splitless-Einlasssystems“, „Verwendung eines Einlasses mit Septumspülung für gepackte Säulen“, „Die Verwendung des Cool-On-Column-Einlasssystems“, „Einführung in das PTV von Agilent“ oder „Die Verwendung des Volatiles Interface“.
4. **Legen Sie die Detektorparameter fest**. Drücken Sie [Front Det] oder [Back Det].
   - Stellen Sie die Parameter ein. Geben Sie zum Beispiel die Temperatur, den Wasserstofffluss (hydrogen flow), den Luftfluss (air flow), das Makeup-Gas und dessen Flussrate an. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Arbeiten mit EPC“, „Arbeiten mit dem WLD“, „Betrieb mit EPC“, „Arbeiten mit dem µ-ECD“ oder „Arbeiten mit dem FPD“.
5. **Speichern Sie diese Parameter als Methode**. Drücken Sie [Store] [Method]. Geben Sie eine Methodennummer (zwischen 1 und 9) ein, und drücken Sie [Enter].

Einstellen der Säulenflussrate oder des Säulendrucks

1. Geben Sie den neuen Wert in der Säulensteuerungstabelle ein. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. -druck oder der durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit“.
2. Um die Änderung zu speichern, drücken Sie [Store] [Method]. Geben Sie eine Methodennummer (zwischen 1 und 9) ein, und drücken Sie [Enter].

Sequenzen

Erstellen von Sequenzen

So erstellen Sie eine Sequenz

1. **Drücken Sie [Seq]**, um die Sequenzsteuerungstabelle zu öffnen.

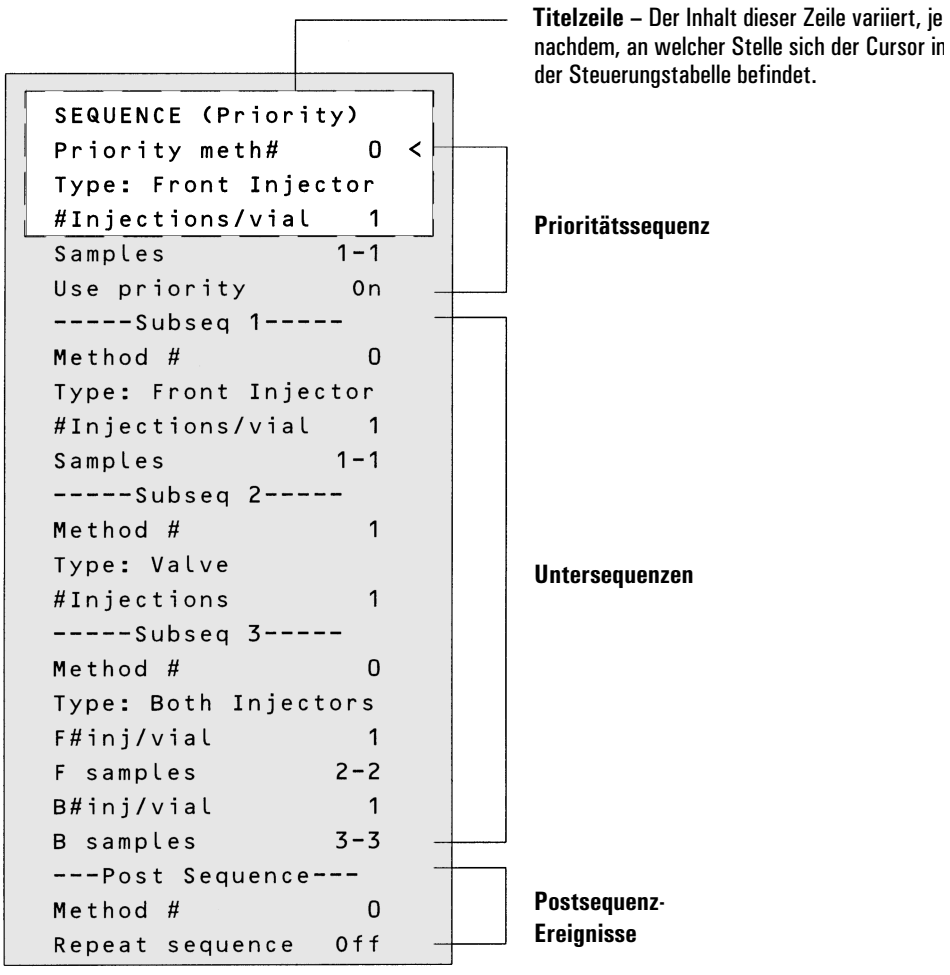


Abbildung 92 Beispiel einer Sequenztabelle

2. **Aktivieren Sie den Eintrag SEQUENCE (Priority)**. Verwenden Sie die Prioritätssequenz nur, wenn Sie vorhaben, eine laufende Sequenz zu unterbrechen, um einen dringenden Probenlauf einzuschieben. Setzen Sie in diesem Fall Use priority auf On, andernfalls Off. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Prioritätssequenz“.

3. **Aktivieren Sie den Eintrag Subseq 1**. Geben Sie über die Taste [Mode/Type] den Sequenztyp (Probengeber oder Ventil) an. Definieren Sie die Proben, für die ein Lauf durchgeführt werden soll, sowie deren Position und die anzuwendende Methode.

   - Weiterführende Informationen zum Erstellen von Untersequenzen mit Probengeberinjektion finden Sie unter „Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Probengeber“.
   - Weiterführende Informationen zum Erstellen von Untersequenzen mit Ventilinjektion finden Sie unter „Verfahren zum Erstellen einer Untersequenz für Ventile“.
   - Allgemeine Informationen über Sequenzen finden Sie unter „Analytische Sequenzen“.

4. **Erstellen Sie je nach Bedarf weitere Untersequenzen**.

   - Erstellen Sie eine Untersequenz für jeden Probensatz, der per Ventil bzw. mit dem automatischen Flüssigprobengeber aufgegeben wird und den Sie mit einer gegebenen Methode analysieren möchten.
   - Erstellen Sie für jeden Probensatz, für den eine separate Methode erforderlich ist, eine Untersequenz.
   - Sie können bis zu fünf Untersequenzen erstellen.

5. **Definieren Sie nach Bedarf Postsequenz-Ereignisse**. Aktivieren Sie dazu den Eintrag Eintrag SEQUENCE (Post Sequence).

   - Geben Sie die Postsequenz-Methodennummer ein. Geben Sie den Wert 0 ein, wenn Sie nicht vorhaben, eine Methode zu laden.
   - Um die betreffende Sequenz im Dauerbetrieb zu wiederholen, setzen Sie Repeat sequence auf On.

- Weitere Informationen hierzu finden Sie unter „Postsequenz“ oder „Verfahren zum Einstellen der Postsequenz-Ereignisse“.

6. **Speichern Sie die abgeschlossene Sequenz**. Siehe „Verfahren zum Speichern einer Sequenz“.

Weitere Informationen zu diesem Thema finden Sie unter „Analytische Sequenzen“.

Starten/Stoppen/Unterbrechen einer Sequenz

Zur Steuerung einer Sequenz rufen Sie die Sequenzsteuerung-Tabelle auf, indem Sie [Seq Control] drücken.

Gewünschte Aktion	Informationen unter
Starten einer Sequenz	Verfahren zum Durchführen einer Sequenz
Stoppen einer Sequenz nach dem aktuellen Lauf	Verfahren zum Stoppen einer Sequenz
Unterbrechen einer Sequenz	Verfahren zum Anhalten und Fortführen einer Sequenz
Lauf für eine Prioritätsprobe sofort durchführen und anschließend Lauf der aktuellen Sequenz fortsetzen	Prioritätssequenz
Sofortiges **Abbrechen** des Laufs und der Sequenz	Drücken Sie die Taste [Stop], um den aktuellen Lauf und die aktuelle Sequenz umgehend anzuhalten. Weitere Informationen finden Sie unter Abbrechen einer Sequenz.

Wartung

Auswechseln der Säule

So wechseln Sie eine Säule aus:

1. **Wählen Sie die passenden Anschlüsse und Adapter für die Säule aus:**
   - Kapillarsäulen: Siehe „Dichtungen für Kapillarsäulen“.
   - Gepackte Metallsäulen: Siehe „Verschraubungen“ und „Dichtungen für gepackte Metallsäulen“.
   - Gepackte Glassäulen: Siehe „Dichtungen und O-Ringe für gepackte Glassäulen“.
2. **Bereiten Sie die Säule vor**.
   - Falls Sie eine Kapillarsäule verwenden, lesen Sie den Abschnitt „Verfahren zur Vorbereitung von Kapillarsäulen“.
   - Falls Sie eine gepackte Metallsäule verwenden, lesen Sie den Abschnitt „Vorbereiten von gepackten Metallsäulen“.
3. **Senken Sie die Temperatur** des Ofens, des Einlasses sowie des Detektors auf einen Wert <40 °C ab.
4. **Überprüfen Sie den Einsatz (Liner)**. Stellen Sie sicher, dass der richtige Einsatz (bzw. eine andere geeignete Einlassvorrichtung) installiert ist. Hinweise zu Auswahl und Installation von Einsätzen finden Sie unter „Liner“.

Einlass	Informationen unter
Split/Splitless	„Liner“
Septumspülung/gepackte Säulen	„Liner und Glaseinsätze“
Cool-on-Column	„Hardware“
PTV	„Einlassadapter“

5. **Installieren Sie die Säule**.

Säulentyp	Einlass oder Detektor	Informationen unter
Kapillar	Split/Splitless	„Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in Split/Splitless-Injektoren“
	Cool-on-Column	„Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in Cool-On-Column-Injektoren“
	Septumspülung/gepackte Säulen	„Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in gespülte Gepacktsäulen-Einlässe“
	PTV-Einlass und Einlass für flüchtige Analyte (Volatiles Interface)	„Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den PTV-Einlass und das Volatiles Interface“
	Flammenionisationsdetektor (FID) Stickstoff-Phosphor-Detektor (NPD)	„Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in NPD und FID“
	Wärmeleitfähigkeits-Detektor (WLD)	„Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den WLD“
	Elektroneneinfangdetektor (µ-ECD)	„Verfahren zur Installation von Kapillarsäulen in den µ-ECD“
	Flammenphotometrischer Detektor (FPD)	„Installation von Kapillarsäulen im FPD“
Gepackte Metallsäule	beliebig	„Verfahren zur Installation eines Adapters in einem Detektoranschluss“ und „Verfahren zur Installation von gepackten Metallsäulen“
Gepackte Glassäule	beliebig	„Verfahren zur Installation von gepackten Glassäulen“

6. **Konditionieren Sie Ihre Säule**, falls erforderlich. Informationen hierzu finden Sie unter „Konditionieren von Säulen“.

7. Falls Sie eine Kapillarsäule verwenden, können Sie diese bei Bedarf konfigurieren (definieren). Informationen hierzu finden Sie unter „Verfahren zur Einstellung von Eingangsfluss bzw. zum Konfigurieren einer Kapillarsäule“.

An dieser Stelle empfiehlt es sich, das Einlassseptum zu überprüfen und gegebenenfalls auszuwechseln.

Funktionsprüfung für den GC

Um festzustellen, ob Ihr GC ordnungsgemäß funktioniert, führen Sie nach der folgenden Anleitung einen Lauf mit der empfohlenen Probenmischung für Ihren Detektortyp durch.

1. **Installieren Sie die Prüfsäule**. Verwenden Sie für Detektoren des Typs FID, WLD, NPD, µ-ECD und FPD eine Kapillarsäule (Teilenummer 19091J-413) mit folgenden Eigenschaften: HP-5, 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm.
2. **Installieren Sie einen geeigneten Einsatz, oder montieren Sie**, falls erforderlich, eine der folgenden Einlassvorrichtungen:

Einlass	Artikel
Split/Splitless	Liner, Teilenummer 5062-3587 (splitless)
Septumspülung/gepackte Säulen	Liner, Teilenummer 5181-3382 (deaktiviert)
Cool-on-Column	Insert, Teilenummer19245-20525
PTV	Baffled Liner, Teilenummer 5183-2037 320-μm-Adapter, Teilenummer 5182-9761

3. **Bestimmen Sie die Testbedinungen für den GC.**

Detektortyp:	Informationen unter:
FID	„FID-Testbedingungen“
WLD	„WLD-Testbedingungen“
NPD	„NPD-Testbedingungen“
μ-ECD	„μ-ECD-Testbedingungen“
FPD	„FPD-Testbedingungen“

4. **Bereiten Sie Ihre Proben vor**.
5. **Sobald der GC bereit ist, können Sie die Injektion durchführen und den Lauf starten**.

- Falls Sie die manuelle Injektionsmethode verwenden, lesen Sie den Abschnitt „Probenlauf – Manuelle Injektion“.
- Falls Sie die Injektion über einen Probengeber ausführen, lesen Sie den Abschnitt „Probenlauf – Injektion mit GC-ALS oder Ventil“.

6. **Vergleichen Sie Ihr Ergebnis** mit dem entsprechenden Referenz-Chromatogramm:

Detektortyp:	Informationen unter:
FID	„Typisches FID-Referenzchromatogramm“
WLD	„Typisches WLD-Referenzchromatogramm“
NPD	„Typisches NPD-Referenzchromatogramm“
μ-ECD	„Typisches μ-ECD-Referenzchromatogramm“
FPD	„Typisches FPD-Referenzchromatogramm“

Beachten Sie, dass das Referenz-Chromatogramm einen typischen Verlauf zeigt und Ihnen lediglich als Leitlinie dienen soll.

28 Vorbereitende Arbeiten

Temperatur und Luftfeuchtigkeit

Anforderungen an die Kühlung
- Abführen der Ofenabluft
- Abführen von toxischen oder schädlichen Gasen

Platzbedarf

Elektrische Anforderungen
- Erdung
- Netzspannung
- Ofen mit Schnellaufheizung USA, 240 V
- Installationshinweise für Kanada
- Konfigurieren des GC zum Anschluss eines MSD

Anforderungen an die Gase
- Gase für gepackte Säulen
- Gase für Kapillarsäulen
- Gasreinheit

Anschließen der Betriebsgase
- Rohrleitungen für Träger- und Detektorgaszufuhr
- Zweistufige Druckminderer
- Anschluss der Gasleitung an den Druckminderer
- Filter

Anforderungen and die Kryokühlung
- Wahl eines Kühlmittels
- Benutzung von Kohlendioxid
- Benutzung von flüssigem Stickstoff

Versorgung mit Druckluft für den Ventilantrieb

Vorbereitende Arbeiten auf einen Blick

Vergewissern Sie sich vor Lieferung des GC, dass Ihr Labor die nachfolgenden Anforderungen an die Umgebungsbedingungen, Traglast, Stromversorgung und Gasversorgung erfüllt. Ermitteln Sie anhand dieser Checkliste auch die Zubehörteile, wie Filter und Rohrleitungen, die Sie zum GC-Betrieb benötigen. Weitere Hinweise zu den Vorbereitungsarbeiten am Aufstellort finden Sie in diesem Kapitel.

Checkliste für die Vorbereitungen am Aufstellungsort

- ❒ Der Aufstellort ist gut belüftet und frei von korrosiven Materialien sowie Behinderungen durch überhängende Hindernisse.
- ❒ Die Temperatur am Aufstellort liegt innerhalb des zulässigen Bereichs von 20–27°C.
- ❒ Die Luftfeuchtigkeit liegt zwischen 50–60%.
- ❒ Erforderlicher Platzbedarf für einen GC mit EPC: 50 cm x 58.5 cm x 50 cm (21 inch x 23 inch x 21 inch)
  Erforderlicher Platzbedarf für einen GC ohne EPC: 50 cm x 68 cm x 50 cm (21 inch x 26.7 inch x 21 inch)
- ❒ Der Labortisch ist für das Gewicht des Systems 6890 zugelassen. Siehe Seite 701
- ❒ Die Steckdosen sind mit Schutzerdung versehen. Siehe Seite 702
- ❒ Die Stromversorgung entspricht dem Leistungsbedarf des GC. Siehe Seite 702
- ❒ Die Stromversorgung ist für den Ofentyp ausreichend. **Normaler Ofen:** 2,250 kW. **Ofen mit Schnellaufheizung:** 2,950 kW
- ❒ Die Gasversorgung entspricht den Anforderungen Ihrer Trennsäulen und Detektoren. Siehe Seite 705
- ❒ Die Gase verfügen über den erforderlichen Reinheitsgrad. Sie sollten alle mindestens den chromatographischen Reinheitsgrad von –99.9995% besitzen. Die synthetische Luft sollte technischen Reinheitsgrad oder besser besitzen. Die Detektorluft und die Druckluft für die Pneumatikventile müssen getrennt sein.
- ❒ Vorgereinigte 1/8"-Kupferrohrleitung für Träger- und Detektorgase ist vorhanden. Siehe Seite 711
- ❒ Für die Träger- und Detektorgase sind zweistufige Druckminderer vorzusehen.

Optionales Zubehör:

- ❒ Hochwertige Filter für Träger und Detektorgase sind vorhanden – Molsieb-Filter, Kohlenwasserstoff-Filter und/oder Sauerstoff-Filter
- ❒ Flüssiges N_2 oder flüssiges CO_2 (je nach Anforderung) ist als Kühlmittel vorhanden.
- ❒ Isolierte 1/4"-Kupferleitung für flüssiges N_2 *oder*
  dickwandige 1/8"-Edelstahlrohrleitung für flüssiges CO_2 ist vorhanden.
- ❒ Die Rohrleitung für flüssiges N_2 ist mit Isoliermaterial ummantelt.
- ❒ Druckluft für die Pneumatikventile ist vorhanden. Siehe Seite 718

Vorbereitende Arbeiten

Die Vorbereitungen am Aufstellort umfassen zwei allgemeine Maßnahmen: Zum einen muss sichergestellt werden, dass Ihr Labor für den Betrieb des GC-Systems ausgerüstet ist, zum anderen müssen Sie die Zubehörteile und Werkzeuge bereithalten, die Sie bei der Installation des Gerätes benötigen. Eine Liste der erforderlichen Werkzeuge und Zubehörteile finden Sie am Anfang des Abschnitts „Installation“. Die Mehrzahl der Zubehörteile ist von Agilent erhältlich. Beschreibungen und Bestellinformationen finden Sie im Agilent Katalog für Säulen und Zubehör. Bei Bedarf erhalten Sie diesen Katalog von Agilent.

Temperatur und Luftfeuchtigkeit

Der Betrieb des GC innerhalb der empfohlenen Spezifikationen sichert eine optimale Funktionsweise und Lebensdauer des Gerätes.

Empfohlene Umgebungstemperatur	**Zulässiger Bereich**
20-27°C	5-40°C
Empfohlene Luftfeuchtigkeit	**Zulässiger Bereich**
50 bis 60%	bis zu 31°C 5-80% bei 40°C 5-50%
Empfohlene Höhe des Betriebsorts	
bis zu 2000 m	

Warten Sie mindestens 15 Minuten, nachdem der GC extremen Temperaturen oder Luftfeuchtigkeiten ausgesetzt war, damit die empfohlenen Spezifikationen wieder erreicht werden.

Anforderungen an die Kühlung

Der GC kühlt durch Konvektion: Raumluft strömt durch Lüftungskanäle in den Seitenabdeckungen und von unten in das Gerät. Die erwärmte Luft tritt durch die Aussparungen in den Ober-, Rück- und Seitenteilen aus. Da die Belüftungsschlitze für die Kühlung des Gerätes sorgen, dürfen keine Teile den Luftstrom um das Gerät behindern.

Vorsicht Betreiben Sie zur allgemeinen Sicherheit und um eine ordnungsgemäße Kühlung zu gewährleisten das Gerät immer nur mit aufgesetzten Gehäuseteilen.

Abführen der Ofenabluft

Heiße Luft (bis zu 450°C) aus dem GC-Ofen tritt durch einen Auslass an der Geräterückseite aus. Sorgen Sie für mindestens 20 cm (10") freien Platz hinter dem Gerät, damit sich die erwärmte Luft verteilen kann.

ACHTUNG Stellen Sie keine temperaturempfindlichen Teile in den Abluftstrom (zum Beispiel Gasflaschen, Verschraubungen, Chemikalien, Regler oder Plastikschläuche). Die Teile könnten beschädigt werden und die Plastikschläuche könnten schmelzen. Seien Sie während der Abkühlzeit des Ofens vorsichtig bei Arbeiten an der Geräterückseite, damit keine Verbrennungen durch die heiße Ofenabluft auftreten.

Bei begrenztem Platz kann der Ofenabzug (Bestellnr. 19247-60510) die Kühlleistung des Ofens verbessern. Bringen Sie am Ofenabzug eine Entlüftungsrohrleitung mit 10,2 cm (4") Durchmesser an und verlegen Sie diese zu einem Abzug oder führen Sie die Abluft über ein Ofenrohr mit 10,2 cm (4") Durchmesser nach außerhalb.

Abführen von toxischen oder schädlichen Gasen

Beim normalen GC-Betrieb mit unterschiedlichen Detektoren und Einlässen strömt immer ein Teil des Trägergases sowie der Probe aus dem Gerät heraus. Wenn die Probenkomponenten toxisch oder gesundheitsgefährdend sind oder Wasserstoff als Trägergas benutzt wird, muss die Abluft über einen Abzug abgeführt werden. Stellen Sie den GC in einen Abzug oder installieren Sie eine Abluftleitung mit großem Durchmesser am Auslass, um für eine entsprechende Lüftung zu sorgen.

Als zusätzlichen Schutz vor gesundheitsgefährdenden Gasen können Sie einen chemischen Filter (Bestellnummer G1544-60610) am Splitauslass anbringen.

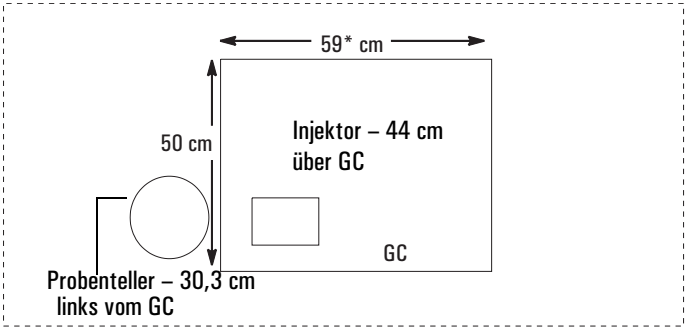
Platzbedarf

Der GC mit elektronischer Pneumatiksteuerung (EPC) ist 59 cm (23") breit. Das Modell ohne EPC ist 68 cm (26,7") breit. Beide besitzen eine Höhe von 50 cm (21") und eine Tiefe von 50 cm (21").

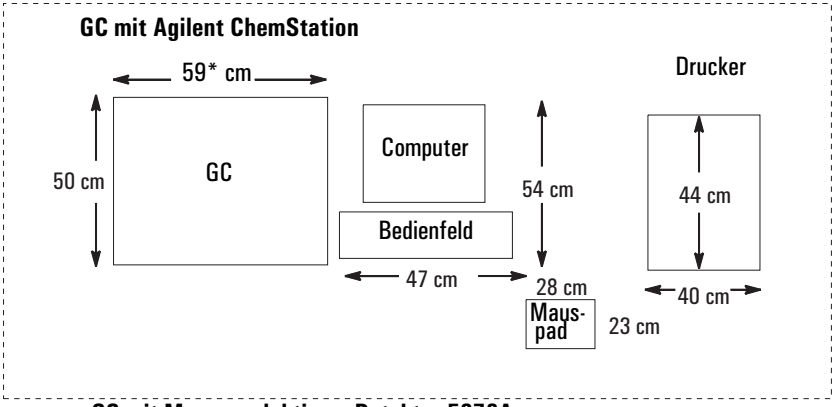
Der Bereich über dem GC muss frei sein. Regale oder andere überhängende Teile behindern den Zugang zur Geräteoberseite und beeinträchtigen die Kühlung. Berücksichtigen Sie bei der Abschätzung des Platzbedarfs für Ihr System die Geräte, die zusätzlich mit dem GC betrieben werden. Abbildung 93 zeigt einige übliche Systemkonfigurationen.

Tabelle 70 enthält die Abmessungen, den Spannungsbedarf, die Verlustwärme und das Gewicht für das GC-System und andere Geräte von Agilent, die üblicherweise mit eingesetzt werden. Ziehen Sie vor der Installation diese Tabelle zu Rate, um sicherzustellen, dass für das gesamte System genügend Platz und eine ausreichende Stromversorgung vorhanden sind. Berücksichtigen Sie bei der Planung der Geräteanordnung mindestens einen Abstand von 10,2 cm zwischen den Geräten, um eine gute Lüftung zu gewährleisten. Anforderungen an die Netzspannung entnehmen Sie bitte Tabelle 71 und Tabelle 72.

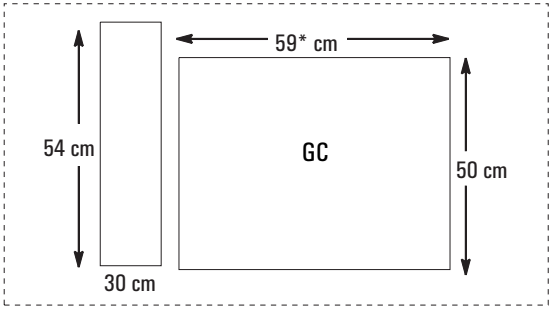
GC mit Automatischem Probengeber von Agilent



GC mit Agilent ChemStation



GC mit Massenselektivem Detektor 5972A



*68 cm für die Version ohne EPC

Abbildung 93 Übliche GC-Systemkonfigurationen – Draufsichten

Tabelle 70 Abmessungen, Leistungsbedarf, Verlustwärme und Gewicht

Gerät	Höhe	Breite	Tiefe	Leistungs-bedarf (W)	Verlustwärme	Gewicht
Gaschromatograph 6890						
Version mit EPC	54 cm 21"	59 cm 23"	54 cm 21"	2,250	8100 KJoules	50 kg
Version ohne EPC	51 cm 21"	68 cm 26,7"	54 cm 21"	2,250	8100 KJoules	56,8 kg
Ofen mit Schnellaufheizung mit oder ohne EPC	—	—	—	2,950	10620 KJoules	—
Automatischer Probengeber GC ALS						
Injektor G2613A	44 cm über GC 17" über GC					
Probenteller G2614A	30,3 cm links vom GC 9" links vom GC					
Rechner*						
Rechner mit Bildschirm	54 cm 21"	42 cm 17"	39 cm 15"	N/A	N/A	N/A
Bedienfeld	5 cm 2"	47 cm 18"	18 cm 7"	N/A	N/A	N/A
Massenselektiver Detektor 5973N	35 cm 13,6"	17 cm 6,7	65 cm 25,6"	254 max	3158 KJoules 3000 mit GC	22,7 kg
Headspace-Probengeber 7694	31 cm 16"	56 cm 22"	39 cm 22"	420 max	2215 KJoules	35,8 kg
Drucker						
Laser-Drucker	41 cm 16"	30 cm 12"	54 cm 22"	300 max	N/A	39 kg
Integratoren						
Integratoren Serie 3397, 3396 Serie III und 3395	13 cm 4,5"	46 cm 18"	46 cm 18"	50	135 KJoules 120 Btu/hr	4,3 kg
Analog/Digital-Wandler 35900C/D/E	11 cm 4"	33 cm 13"	29 cm 11"	40	216 KJoules	4,1 kg

* Allgemeine Anforderungen für einen Desktop-Rechner mittlerer Größe

Elektrische Anforderungen

Erdung

Vorsicht Für den GC-Betrieb ist eine Erdung des Gerätes erforderlich.

Zum Schutz des Anwenders sind die Metallteile und das Gehäuse des Gerätes in Übereinstimmung mit den Anforderungen der International Electrotechnical Commission (IEC) durch ein dreiadriges Netzkabel geerdet.

Das dreiadrige Netzkabel sorgt beim Anschluss an eine ordnungsgemäß geerdete Netzsteckdose mit Schutzkontakt auch für die Erdung des Gerätes und verringert die Gefahr eines Stromschlags. Eine Netzsteckdose ist ordnungsgemäß geerdet, wenn sie an einen geeigneten Erdleiter angeschlossen ist. Die korrekte Erdung der Netzsteckdose ist zu überprüfen.

Kontrollieren Sie, ob der GC an eine entsprechende Steckdose angeschlossen ist. Die Verwendung einer solchen Steckdose verringert Störungen.

Vorsicht Jede Unterbrechung des Erdleiters oder des Netzkabels kann einen Stromschlag mit möglichen Personenschäden verursachen.

Netzspannung

Der GC wird mit einer der Wechselspannungen betrieben, die in Tabelle 71 aufgeführt sind. Diese richtet sich nach der Standardspannung des Landes, von dem aus die Bestellung vorgenommen worden ist. Der GC ist auf eine bestimmte Netzspannung fest eingestellt; vergewissern Sie sich, dass die Stromversorgung in Ihrem Labor diese Netzspannung liefert. Die für Ihren GC benötigte Spannung ist auf dem Gerät nahe der Netzkabelbefestigung aufgedruckt.

Tabelle 71 Anforderungen an die Netzspannung

Spannung	Max. Leistungsaufnahme (W)	Anforderungen an den Strombedarf	Ofentyp
120 V (±5%)	2,250	20A abgesicherte Netzsteckdose	Normal
200 V (±5%)	2,950	15A abgesicherte Netzsteckdose	Schnellheizung
208 V (±5%)	2,950	15A abgesicherte Netzsteckdose	Schnellheizung
220 V (±5%)	2,950	15A abgesicherte Netzsteckdose	Schnellheizung
230 V (±5%)	2,950	16A abgesicherte Netzsteckdose	Schnellheizung
230 V (±5%)	2,250	10A abgesicherte Netzsteckdose	Normal
(Schweiz oder Dänemark mit 10A maximalem Strom)			
240 V (±5%)	2,950	13A oder 16A abgesicherte Steckdose	Schnellheizung

Frequenzbereich für alle Spannungen von 48 bis 66 Hz

Die Schnellheizfunktion des Säulenofens benötigt mindestens 200 V. Die Nennspannung in den meisten Ländern erfüllt diese Anforderung. GC-Geräte, die für den Einsatz in den USA, in Dänemark oder der Schweiz vorgesehen sind, werden mit einem langsam heizenden Säulenofen ausgestattet, es sei denn, sie wurden mit der Poweroption 002 bestellt, bei der der GC mit einem Säulenofen mit Schnellheizfunktion ausgerüstet wird.

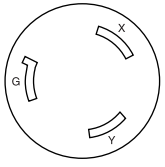
Obwohl der GC bei der Auslieferung auf die bei Ihnen herrschende Netzspannung eingestellt wird, sollten Sie die Spannungsanforderungen mit den Angaben in Tabelle 3 vergleichen. Sollte die Netzspannung nicht richtig eingestellt sein, wenden Sie sich bitte an den Kundendienst von Agilent Technologies.

Tabelle 72 Netzspannungen in verschiedenen Ländern

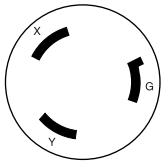
Land	Spannung	Ofentyp
Australien, 10 amp	240 V	Langsam
Australien, Indien, Südafrika	240 V	Schnell
China	220 V	Langsam
China, Hong Kong	220 V	Schnell
Kontinentaleuropa, zweiphasig	230 V	Schnell
Kontinentaleuropa, einphasig	220 V	Schnell
Dänmark, Schweiz, 10A	230 V	Langsam
Dänmark, Schweiz, 16A	230 V	Schnell
Israel	220 V	Schnell
Japan	200 V	Schnell
Großbritannien, Irland	240 V	Schnell
USA	120 V	Langsam
USA	208 V	Schnell
USA	240 V	Schnell

Ofen mit Schnellaufheizung USA, 240 V

Dieser 240 V-Ofen benötigt 240 V/15A. Bitte nicht mit 208 V Spannung verwenden. Bei geringeren Spannungen werden die Ofentemperaturstufen langsamer und eine vernünftige Temperatursteuerung ist nicht mehr möglich. Das mitgelieferte Stromkabel ist für 250 V/15A ausgelegt. Es ist ein zweipoliges, dreiadriges abgeschirmtes Kabel (type L6-15R/L6-15P). Siehe unten stehende Abbildung:



Steckdose
L6-15R



Stecker
L6-15P

Installationshinweise für Kanada

Wenn Sie in Kanada einen GC installieren, vergewissern Sie sich zuvor, dass die Stromversorgung des GC den folgenden zusätzlichen Anforderungen entspricht:

- Der Schalter für die Zweigleitung, die zum Instrument führt, muss für einen ständigen Betrieb ausgelegt sein.
- Die Verteilerkasten-Zweigleitung muss als reservierte Leitung („Dedicated Circuit“) gekennzeichnet sein.

Konfigurieren des GC zum Anschluss eines MSD

Wenn Sie einen massenselektiven Detektor (MSD) von Agilent anschließen möchten, müssen Sie darauf achten, dass der GC die beheizte Transferleitung korrekt ansteuern kann.

1. Drücken Sie [Config][Aux].
2. Drücken Sie [Mode/Type].
3. Wählen Sie MSD als Aux zone und drücken Sie [Enter].

Wenn Sie keine Aux zone für den MSD konfigurieren, erscheint die Warnmeldung 101 *Invalid heater power for front (back) detector, inlet, and aux 1(2)*, im GC-Anzeigefeld, mit dem Ergebnis, dass die beheizten Zonen auf nicht installiert gesetzt werden (*not installed*).

Anforderungen an die Gase

Gase für gepackte Säulen

Welches Trägergas Sie verwenden, hängt vom Detektortyp und den Analysenanforderungen ab. Tabelle 73 zeigt einige Empfehlungen für die bei gepackten Säulen zu verwendenden Gase. Im Allgemeinen werden bei gepackten Säulen keine Makeup-Gase benötigt.

Tabelle 73 Empfohlene Gase für gepackte Säulen

Detektor	Trägergas	Beschreibung	Detektor-, Anodenspül- oder Referenzgas
Elektronen-einfang (ECD)	Stickstoff	Maximale Empfindlichkeit	Stickstoff
	Argon/Methan	Maximaler dynamischer Bereich	Argon/Methan
Flammenioni-sation (FID)	Stickstoff	Maximale Empfindlichkeit	Wasserstoff und Luft (Detektorgase)
	Helium	Akzeptable Alternative	
Flammenphoto-metrisch	Wasserstoff		Wasserstoff und Luft (Detektorgase)
	Helium		
	Stickstoff		
	Argon		
Stickstoff-Phosphor (NPD)	Helium	Optimale Eignung	Wasserstoff und Luft (Detektorgase)
	Stickstoff	Akzeptable Alternative	
Wärme-leitfähigkeit (WLD)	Helium	Universell verwendbar	Referenzgas wie Trägergas
	Wasserstoff	Maximale Empfindlichkeit (s. Hinweis A)	
	Stickstoff	Wasserstoffnachweis (s. Hinweis B)	
	Argon	Maximale Empfindlichkeit f. Wasserstoff (s. Hinweis B)	

Hinweis A: Etwas höhere Empfindlichkeit als Helium. Inkompatibel mit einigen Substanzen
Hinweis B: Zur Analyse von Wasserstoff oder Helium. Die Empfindlichkeit für andere Substanzen ist erheblich verringert.

Gase für Kapillarsäulen

Bei Benutzung von Kapillarsäulen benötigen GC-Detektoren ein separates Makeup-Gas, um die optimale Empfindlichkeit zu erreichen. Für jeden Detektor und jedes Trägergas gibt es ein bevorzugtes Makeup-Gas. Tabelle 74 zeigt einige Empfehlungen für Kapillarsäulen.

Tabelle 74 Empfohlene Gase für Kapillarsäulen

Detektor	Trägergas	Bevorzugtes Makeup-Gas	Zweite Wahl	Detektor-, Anodenspül oder Referenzgas
Elektronen-einfang (ECD)	Wasserstoff	Argon/Methan	Stickstoff	Anodenspül- und Makeup-Gas müssen gleich sein
	Helium	Argon/Methan	Stickstoff	
	Stickstoff	Stickstoff	Argon/Methan	
	Argon/Methan	Argon/Methan	Stickstoff	
Flammen-ionisation (FID	Wasserstoff	Stickstoff	Helium	Wasserstoff und Luft (Detektorgase)
	Helium	Stickstoff	Helium	
	Stickstoff	Stickstoff	Helium	
Flammenphoto-metrisch	Wasserstoff	Stickstoff		Wasserstoff und Luft (Detektorgase)
	Helium	Stickstoff		
	Stickstoff	Stickstoff		
	Argon	Stickstoff		
Stickstoff-Phosphor (NPD)	Helium	Stickstoff	Helium**	Wasserstoff und Luft (Detektorgase)
	Stickstoff	Stickstoff	Helium**	
Wärmeleitfähig-keit (WLD)	Wasserstoff*	Muss dasselbe wie Träger- und Referenzgas sein	Muss dasselbe wie Träger- und Referenzgas sein	Referenzgas muss dasselbe wie Träger- und Makeup-Gas sein
	Helium			
	Stickstoff			

*Wenn Sie bei einem Wärmeleitfähigkeits-Detektor Wasserstoff einsetzen, leiten Sie die Detektorabluft zu einem Abzug, damit sich kein Wasserstoffgas bilden kann.

**Verwenden Sie kein Helium als Makeup-Gas bei Flussraten von $>$ 5 mL/min. Flussraten über 5 mL/min verkürzen die Lebensdauer des Detektors.

Gasreinheit

Einige Gaslieferanten liefern die benötigten Betriebsgase in einem besonderen Reinheitsgrad, der speziell für den chromatographischen Einsatz gedacht ist. Verwenden Sie für den GC stets nur Gase solcher Reinheit.

Ganz allgemein gilt, dass sämtliche Versorgungsgase eine Reinheit von 99.995% bis 99.9995% aufweisen sollten. Die Versorgungsgase dürfen nur einen geringen Gehalt ($\leq$ 0.5 ppm) an Sauerstoff und Gesamtkohlenwasserstoff aufweisen. Verwenden Sie keine Druckluftversorgung mit Ölpumpenförderung, da die Rohrleitungen normalerweise große Mengen an Kohlenwasserstoffen enthalten.

Der Einbau von leistungsfähigen Feuchtigkeits- und Sauerstoff-Filtern in die Rohrleitungen, die von den Druckgasflaschen zum GC führen, wird dringend empfohlen. Weitere Informationen zu diesem Punkt finden Sie im nächsten Abschnitt „Anschließen der Betriebsgase“.

Tabelle 75 Empfohlene Gasreinheiten

Trägergase und Kapillar-Makeup-Gase	
Helium	99,9995%
Stickstoff	99,9995%
Wasserstoff	99,9995%
Argon/Methan	99,9995%
Detektorgase	
Wasserstoff	99,9995%
Luft (trocken)	technischer Grad oder besser

Tabelle 76 Maximaler und minimaler Einlass- und Detektordruck

Detektor oder Einlass	Gas	Maximaldruck kPa	Maximaldruck psi	Minimaldruck kPa	Minimaldruck psi
FID	H2	690	100	240	35
	Luft	690	100	380	55
	Makeup	690	100	380	55
NPD	H2	690	100	240	35
	Luft	690	100	380	55
	Makeup	690	100	380	55
WLD	Makeup	690	100	380	55
	Referenzgas	690	100	380	55
ECD	Makeup	690	100	380	55
FPD	H2	690	100	310	45
	Luft	827	120	690	100
	Makeup	690	100	380	55
Split/splitless	150 psi	1172	170	Alle Einlässe: 38 kPa (20 psi) über dem in der Methode verwendeten Druck	
	100 psi	827	120		
On-Column		827	120		
Septumspülung Gepackte Säule		827	120		
PTV		827	120		

Um den Säulenfluss aufrechtzuerhalten, muss der gewünschte Säulenvordruck um 20 psi erhöht werden.

Anschließen der Betriebsgase

ACHTUNG Alle Druckgasflaschen müssen mit einer Haltevorrichtung an einer festen Wand gesichert werden. Die Aufbewahrung und Handhabung von Druckgasflaschen muss gemäß den entsprechenden Sicherheitsrichtlinien erfolgen.

Druckgasflaschen dürfen nicht dem heißen Luftstrom der Säulenofenabluft ausgesetzt werden.

Tragen Sie bei der Handhabung von Druckgasen eine Schutzbrille, um möglichen Augenverletzungen vorzubeugen.

Folgen Sie dem allgemeinen Anschlussdiagramm bei den Vorbereitungen zum Anschluss der Betriebsgase.

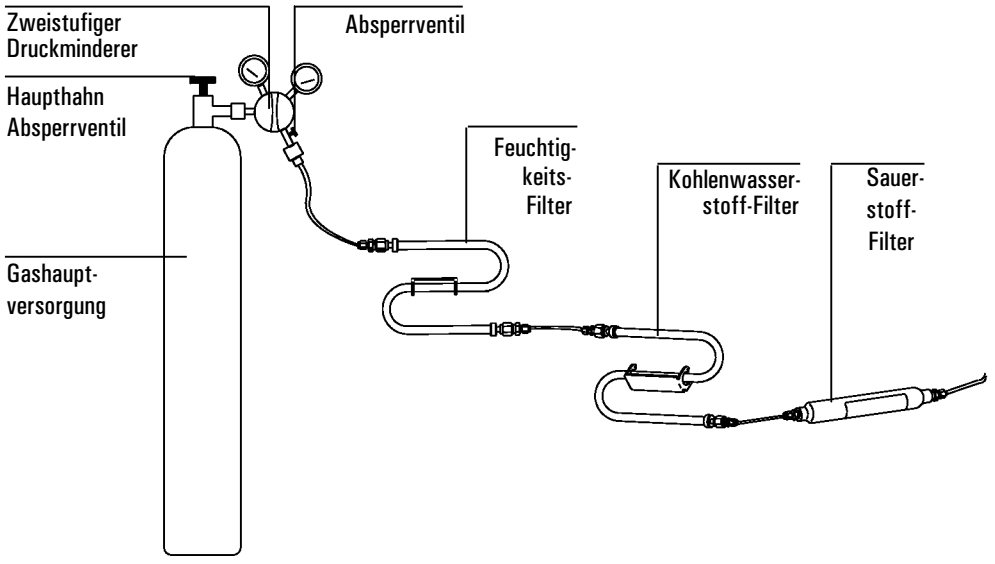


Abbildung 94 Allgemeines Anschlussdiagramm

- Setzen Sie möglichst nur zweistufige Druckminderer ein, um Druckpulsationen zu verhindern. Hochwertige Druckminderer mit Edelstahlmembran sind besonders geeignet.
- Absperrventile auf der Niederdruckseite eines zweistufigen Druckminderers an einer Gasflasche sind nicht unbedingt erforderlich, aber sehr nützlich. Achten Sie darauf, dass die Ventile Membranen aus Edelstahl besitzen.
- FID-, FPD- und NPD-Detektoren benötigen eine unabhängige Gasversorgung, weil der Detektorbetrieb durch Druckfluktuationen in einer Gasleitung, an die auch andere Geräte angeschlossen sind, beeinträchtigt wird.
- Fluss- und Druckregler benötigen für eine ordnungsgemäße Funktionsweise eine Druckdifferenz zwischen Eingangs- und Ausgangsseite von mindestens 10 psi (138 kPa). Der Versorgungsdruck muss stets hoch genug sein, um dies zu gewährleisten.

- Bringen Sie die Druckregler für die Zusatzkanäle direkt vor der Einlassverschraubung am GC an. Dies gewährleistet, dass der Versorgungsdruck am Gerät und nicht an der Druckgasflasche gemessen wird; der Leitungsvordruck kann bei Benutzung von Rohrleitungen, die sehr lang sind bzw. einen geringen Querschnitt besitzen, erheblich höher liegen.

Rohrleitungen für Träger- und Detektorgaszufuhr

Vorsicht Benutzen Sie zum Reinigen von Rohrleitungen, die zusammen mit einem Elektroneneinfang-Detektor (ECD) eingesetzt werden, auf keinen Fall Methylenchlorid oder ein anderes halogeniertes Lösungsmittel. Diese Substanzen verursachen einen erhöhten Untergrund und eine verrauschte Basislinie, bis sie vollständig aus dem System herausgespült worden sind.

Gase müssen über vorkonditionierte Kupferrohrleitungen (Bestellnr. 5180-4196) an das Gerät herangeführt werden. Benutzen Sie keine gewöhnlichen Kupferleitungen – diese enthalten Öl und andere Verunreinigungen.

Vorsicht Verwenden Sie keine Plastikschlauchleitungen, um Detektor- und Trägergase an den GC anzuschließen. Sie sind permeabel für Sauerstoff und andere Fremdstoffe, die Trennsäulen und Detektoren beschädigen können. Außerdem können sie schmelzen, wenn sie sich in der Nähe von heißer Abluft oder heißen Teilen befinden.

Die Wahl des Leitungsquerschnitts hängt von der zu überbrückenden Distanz zwischen der Gasentnahmestation und dem GC sowie von der Gesamtdurchflussrate für das entsprechende Gas ab. Eine Rohrleitung mit einem Durchmesser von 1/8" ist ausreichend, wenn die Gasleitung weniger als 4,6 m lang ist.

Setzen Sie Rohrleitungen mit einem größeren Durchmesser (1/4") bei Leitungslängen von mehr als 4,6 m ein oder wenn mehrere Geräte an dieselbe Gasversorgungsleitung angeschlossen sind, um einen Druckabfall zu verhindern. Verwenden Sie ebenfalls Rohrleitungen mit einem größeren Querschnitt, wenn ein hoher Gasverbrauch (z.B. Luft beim FID) erwartet wird.

Seien Sie beim Zuschneiden der Rohrleitung großzügig; eine relativ lange flexible Rohrleitungswendel gestattet es, den GC zu bewegen, ohne die Gasleitungen abschrauben zu müssen. Berücksichtigen Sie bei der Abschätzung des Leitungsquerschnitts diese zusätzliche Leitungslänge.

Zweistufige Druckminderer

Benutzen Sie zur Beseitigung von Druckpulsationen für jede Druckgasflasche einen zweistufigen Druckminderer. Hochwertige Druckminderer mit Edelstahlmembran sind besonders geeignet.

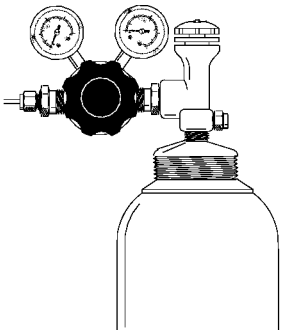


Abbildung 95 Zweistufige Druckminderer

Die Art des verwendeten Druckminderers hängt von der Gasart und dem Lieferanten ab. Im Agilent Katalog für Säulen und Zubehör finden Sie Informationen zur Auswahl des richtigen Druckminderers (nach den Richtlinien der Compresses Gas Association (CGA)). Agilent Technologies bietet Druckregler-Kits an, die das gesamte zur Installation benötigte Material enthalten.

Anschluss der Gasleitung an den Druckminderer

Das Gewinde an der Rohrleitung zwischen Druckminderer und Gasanschluss muss mit Teflonband abgedichtet werden. Wir empfehlen, **technisch gereinigtes** Teflonband zu verwenden (Bestellnummer 0460-1266), aus dem alle flüchtigen Substanzen entfernt wurden. Verwenden Sie keinen **Dichtungskitt**; er enthält flüchtige Bestandteile, die die Leitungen verunreinigen können.

Filter

In den meisten Fällen reicht es aus, Gase entsprechender Reinheit zu verwenden. Wenn Sie jedoch hoch empfindliche Analysen durchführen wollen, empfiehlt sich der Einsatz von Filtern, die Spuren von Wasser oder anderen Verunreinigungen entfernen. Nach dem Einbau eines Filters sollten Sie überprüfen, ob die Gasleitung noch dicht ist.

Tabelle 77 Empfohlene Filter

Beschreibung	Bestellnr.
Vorkonditionierter Feuchtigkeits-Filter: Metallgehäuse mit 1/8"-Verschraubungen, S-förmiger Filter zur Reinigung von Trägergasen. Enthält Molsieb 5A, 45/60 mesh und 1/8"-Verschraubungen	5060-9084
Kohlenwasserstoff-Filter:Metallgehäuse mit 1/8"-Verschraubungen, S-förmiger Filter gefüllt mit aktiviertem Kohlenstoff, 40/60 mesh.	5060-9096
Sauerstoff-Filter (für Träger- und ECD-Gase): Metallgehäuse mit 1/8"-Messingverschraubungen. Sauerstoff-Filter können nicht neu konditioniert werden.	3150-0414

Feuchtigkeit im Trägergas kann zur Beschädigung der Trennsäule führen. Wir empfehlen die Benutzung eines Feuchtigkeitsfilters mit Molsieb 5A. Installieren Sie den Filter vor allen anderen Filtern direkt nach der Gasversorgung.

Ein Kohlenwasserstoff-Filter entfernt organische Bestandteile aus den Gasen. Ein Kohlenwasserstoff-Filter wird hinter dem Molsieb-Filter und vor dem Sauerstoff-Filter eingebaut, falls diese vorhanden sind.

Ein Sauerstoff-Filter entfernt 99% des Sauerstoffgehalts in einem Gas sowie Spuren von Feuchtigkeit. Bauen Sie diesen Filter immer als letzten in einer Reihe von Filtern ein. Da Spurengehalte an Sauerstoff zu einer Beschädigung der Trennsäulen führen können und die Funktion des ECD beeinträchtigen, muss ein Sauerstoff-Filter in die Versorgungsleitungen für das Trägergas und für die ECD-Gase eingebaut sein. Verwenden Sie keinen Sauerstoff-Filter für FID-, FPD- oder NPD-Brenngase.

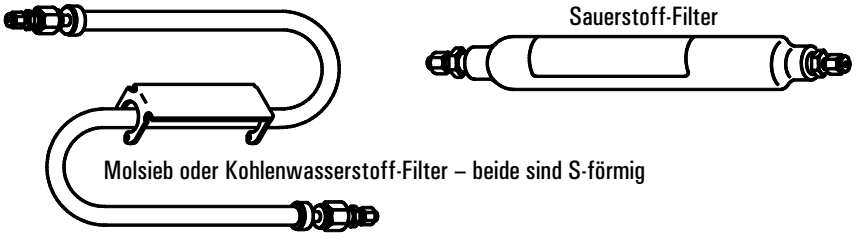


Abbildung 96 Filter

Anforderungen an die Kryokühlung

Die Kryokühlung ermöglicht den GC-Betrieb auch unterhalb der aktuellen Umgebungstemperatur. Ein elektrisch geschaltetes Magnetventil lässt das Kühlmittel, entweder Kohlenstoffdioxid (CO_2) oder Stickstoff (N_2), in einer entsprechenden Rate in den Säulenofen strömen, um diesen auf die gewünschte Temperatur zu bringen.

CO_2 und N_2 erfordern eine unterschiedliche Austattung. Die gesamte Ventileinheit muss ausgetauscht werden, wenn Sie das Kühlmittel wechseln wollen. Das Kit mit den Teilen für flüssiges CO_2 hat die Bestellnr. G1565-65510 und das Kit für flüssiges N_2 hat die Bestellnr. G1566-65517.

Wahl eines Kühlmittels

Bei der Entscheidung, welches Kühlmittel verwendet werden soll, sind eine Reihe von Punkten zu berücksichtigen:

- Die niedrigste Temperatur, die Sie erreichen müssen
- Wie häufig der Tieftemperaturbetrieb genutzt wird
- Die Verfügbarkeit und der Preis des Kühlmittels
- Der Platzbedarf für den Vorratbehälter und die verfügbare Stellfläche im Labor
- Flüssiges N_2 kühlt verlässlich auf bis zu -80°C.
- Flüssiges CO_2 kühlt verlässlich auf bis zu –40°C.

CO_2 ist die bessere Wahl bei *gelegentlichem* Einsatz der Kryokühlung , da es nicht aus dem Vorratsbehälter verdampft. Es ist außerdem billiger als N_2. Allerdings enthält ein CO_2-Behälter erheblich weniger Kühlmittel als ein N_2-Behälter und für dieselbe Kühlwirkung wird wesentlich mehr CO_2 benötigt.

Obwohl flüssiges N_2 ständig in einer gewissen Rate aus dem Vorratsbehälter verdampft, enthält ein N_2-Vorratsbehälter normalerweise mehr Kühlmittel als ein CO_2-Behälter und ist deshalb für einen regelmäßigen Einsatz besser geeignet.

Benutzung von Kohlendioxid

ACHTUNG Unter Druck stehendes flüssiges CO_2 ist gefährlich. Sorgen Sie durch geeignete Vorsichtsmaßnahmen für den Schutz des Bedienpersonals vor den hohen Drücken und tiefen Temperaturen. CO_2 in hoher Konzentration ist für Menschen giftig; treffen Sie entsprechende Vorkehrungen, um gefährliche Konzentrationen zu vermeiden. Fragen Sie Ihren Lieferanten nach Sicherheitsmaßnahmen und dem geeigneten Aufbau des Fördersystems.

Vorsicht Flüssiges CO_2 kann als Kühlmittel nicht für Temperaturen unterhalb von –40°C verwendet werden, da es zur Trockeneisbildung im GC-Ofen kommen kann. Wenn sich Trockeneis im Säulenofen bildet, kann dies zu einer ernsthaften Beschädigung des Gerätes führen.

Flüssiges CO_2 wird üblicherweise in Druckgasflaschen geliefert, die 25 kg Flüssigkeit enthalten. Das CO_2 darf keine Schwebteilchen, kein Öl oder andere Verunreinigungen enthalten. Diese Verunreinigungen können zu einer Verstopfung der Entspannungsdüse führen oder den einwandfreien GC-Betrieb beeinträchtigen.

Darüber hinaus gibt es einige weitere Anforderungen für die Versorgung mit flüssigem CO_2:

- Der Vorratsbehälter muss eine interne Tauchleitung oder Hebeleitung besitzen, um sicherzustellen, dass das CO_2 in flüssiger und nicht in gasförmiger Form zum GC geliefert wird (siehe Abbildung 97).
- Das flüssige CO_2 muss zum GC mit einem Druck von 700 bis 1000 psi bei einer Temperatur von 25°C gelangen.
- Benutzen Sie für die Zuführung zum GC dickwandige Edelstahlrohrleitungen mit einem Durchmesser von 1/8". Die Leitung soll eine Länge von 1,5 bis 15 m (5 bis 50 ft) besitzen.
- Wendeln Sie die Rohrleitung auf und sichern Sie die Leitungsenden, um im Falle eines Leitungsbruches einen Peitscheneffekt zu verhindern.
- Installieren Sie am CO_2 -Vorratsbehälter keinen Druckminderer, da die Verdampfung und damit die Kühlung im Druckminderer statt im Säulenofen erfolgen würde.

- Verwenden Sie keinen Vorratsbehälter mit pneumatischer Förderung (bei dem ein anderes Gas zugeführt wird, um den Druck zu erhöhen).

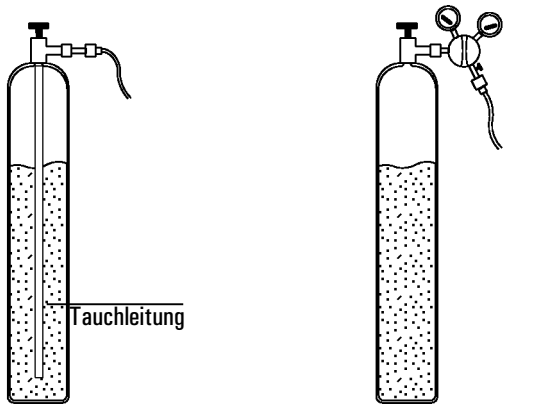


Abbildung 97 Richtige und falsche Konfiguration für Druckbehälter mit flüssigem CO_2

ACHTUNG Benutzen Sie für flüssiges CO_2 keine Kupferleitung oder dünnwandige Edelstahlrohrleitung. Beide verspröden an Stellen erhöhter Beanspruchung und können explodieren.

Benutzung von flüssigem Stickstoff

ACHTUNG Aufgrund der tiefen Temperaturen und der hohen Drücke, die sich bei nicht richtig konzipierten Fördersystemen aufbauen können, ist flüssiger Stickstoff ein Gefahrstoff.

Bei flüssigem Stickstoff besteht auch Erstickungsgefahr, wenn durch das Verdampfen großer Mengen von N_2 der Sauerstoff in der Raumluft verdrängt wird. Fragen Sie Ihren Lieferanten nach Sicherheitsmaßnahmen und dem geeigneten Systemaufbau.

Flüssiges N_2 wird in metallenen Dewar-Gefäßen angeliefert. Der richtige Behältertyp für Stickstoff zu Kühlzwecken ist ein *Niederdruck*-Dewar. Dieser sollte mit einer Tauchleitung ausgestattet sein, damit der Sticksoff als Flüssigkeit und nicht als Gas zum GC geliefert wird. Zudem sollte der Dewar-Behälter ein Sicherheitsventil besitzen, über das ein Überdruck entweichen kann. Das Sicherheitsventil wird vom Hersteller auf 20 bis 25 psi eingestellt.

ACHTUNG Wenn in der Versorgungsleitung zwischen dem Ventil am GC und dem geschlossenen Haupthahn am Vorratsbehälter flüssiger Stickstoff eingeschlossen ist, entwickeln sich beim Verdampfen sehr hohe Drücke, die eine Explosion verursachen können. Aus diesem Grund sollte der Haupthahn am Vorratsbehälter geöffnet sein, sodass das gesamte System über das Sicherheitsventil vor Überdruck geschützt ist.

Um einen Vorratsbehälter zu bewegen oder auszutauschen, muss der Haupthahn geschlossen und die Leitung vorsichtig an einer Seite gelöst werden, um den verbleibenden Stickstoff zu entfernen.

Zusätzliche Anforderungen für Kühlsysteme, die flüssigen Stickstoff (N_2) benutzen, sind nachfolgend genannt:

- Der Stickstoff muss als Kühlflüssigkeit bei 20 bis 30 psi zum GC gefördert werden.
- Die Versorgungsleitung für das flüssige N_2 muss *isoliert* sein. Für die Isolierung eignen sich aufgeschäumte Ummantelungen, wie sie bei Kühlschränken und Klimageräten eingesetzt werden. Da nur niedrige Drücke auftreten, sind auch *isolierte* Kupferleitungen verwendbar.
- Stellen Sie den Behälter mit dem flüssigen N_2 in einer Entfernung von 1,5 bis 3 m vom GC auf, um sicherzustellen, dass das Kühlmittel in flüssiger Form und nicht gasförmig den GC erreicht.

Versorgung mit Druckluft für den Ventilantrieb

Pneumatikventile werden mithilfe von Druckluft umgeschaltet (im Gegensatz zu elektrisch oder manuell geschalteten Ventilen). Diese Druckluft muss frei von Öl, Feuchtigkeit und Schwebteilchen sein. Dafür am besten geeignet ist Luft aus einem Druckgasbehälter, die zusätzlich noch getrocknet wird, obwohl „hauseigene“ Druckluftversorgungen oder Kompressorluft ebenfalls verwendet werden können.

Die meisten Ventile benötigen zum Umschalten einen Druck von 20 bis 40 psi. Hochdruckventile benötigen 65 bis 70 psi.

Ventile benötigen eine eigene Luftzufuhr. Benutzen Sie für Ventile nicht die gleiche Luftzufuhr wie für die Detektoren.

Siehe „Ventilsteuerung“

29 Installation

Schritt 1: Auspacken des GC

Schritt 2: Aufstellen des GC-Systems auf dem Labortisch

Schritt 3: Einschalten des Gerätes

Schritt 4: Anschluss der Rohrleitung an die Gasentnahmestation

Schritt 5: Einbau von Filtern in die Gasleitung

Schritt 6: Einbau eines SWAGELOK™ T-Stückes in die Gasleitung

Schritt 7: Anschließen einer Rohrleitung am Einlass

Schritt 8: Anschließen einer Rohrleitung am Detektor

6890 mit Elektronischer Drucksteuerung (EPC)

Schritt 9: Prüfen auf Lecks

Schritt 10: Anschließen der Kühlmittelversorgung

Anschließen von flüssigem Kohlendioxid

Anschließen von flüssigem Stickstoff

Schritt 11: Anschließen der Druckluft für die Ventilpneumatik

Schritt 12: Einstellen der Vordrücke

Schritt 13: Anschluss der Kabel

Kabeldiagramme

Universal-Analogkabel

Remote-Start/Stopp-Kabel

Binärcodiertes Dezimalkabel

Kabel für externe Statussignale

Schritt 14: Konfigurieren des GC

Verfahren zum Einrichten einer LAN-Konfiguration

Installation auf einen Blick

Werkzeuge und Zubehör für die Installation

Vergewissern sie sich, dass die benötigten Werkzeuge und Zubehörteile vorhanden sind, bevor Sie mit der Installation beginnen.

Schraubenschlüssel

- ❒ ein 5/16"
- ❒ ein 3/8"
- ❒ zwei 7/16"
- ❒ ein 9/16"

Schraubendreher

- ❒ T-10 Torx-Schraubendreher
- ❒ T-20 Torx-Inbusschlüssel

Rohrleitungen

- ❒ Kupferrohr, Durchmesser 1/8" (wenn länger als 4,6 m 1/4" Durchmesser)
- ❒ Dickwandige Edelstahlleitung, Durchmesser 1/8" (für flüssiges CO_2)
- ❒ Isoliertes Kupferrohr, Durchmesser 1/4", (für flüssiges N_2)
- ❒ Rohrschneider

Verschraubungen

- ❒ SWAGELOK-Verschraubungen, 1/8"
- ❒ SWAGELOK-Verschraubung, 1/4" (für flüssigen Stickstoff und die Druckluft für die Pneumatikventile)
- ❒ SWAGELOK-Stücke, 1/8"
- ❒ Überwurfmuttern und Ferrules

Filter (optional)

- ❒ Vorkonditioniertes Molsieb 5A, Flüssigkeits-Filter
- ❒ Kohlenwasserstoff-Filter
- ❒ Sauerstoff-Filter

Andere

- ❒ Schraubendreher mit schmaler Klinge
- ❒ Elektronisches Lecksuchgerät
- ❒ Isoliermaterial (nur für Rohrleitungen für flüssigen Stickstoff)

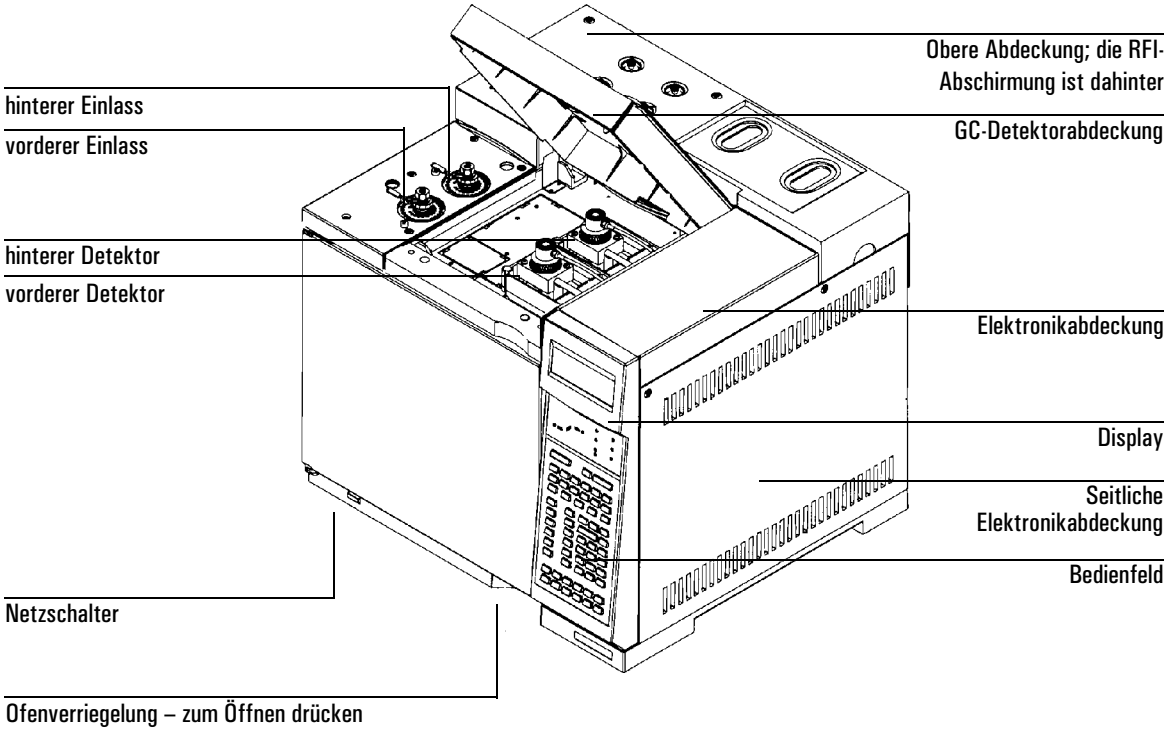


Abbildung 98 Vorderansicht des GC

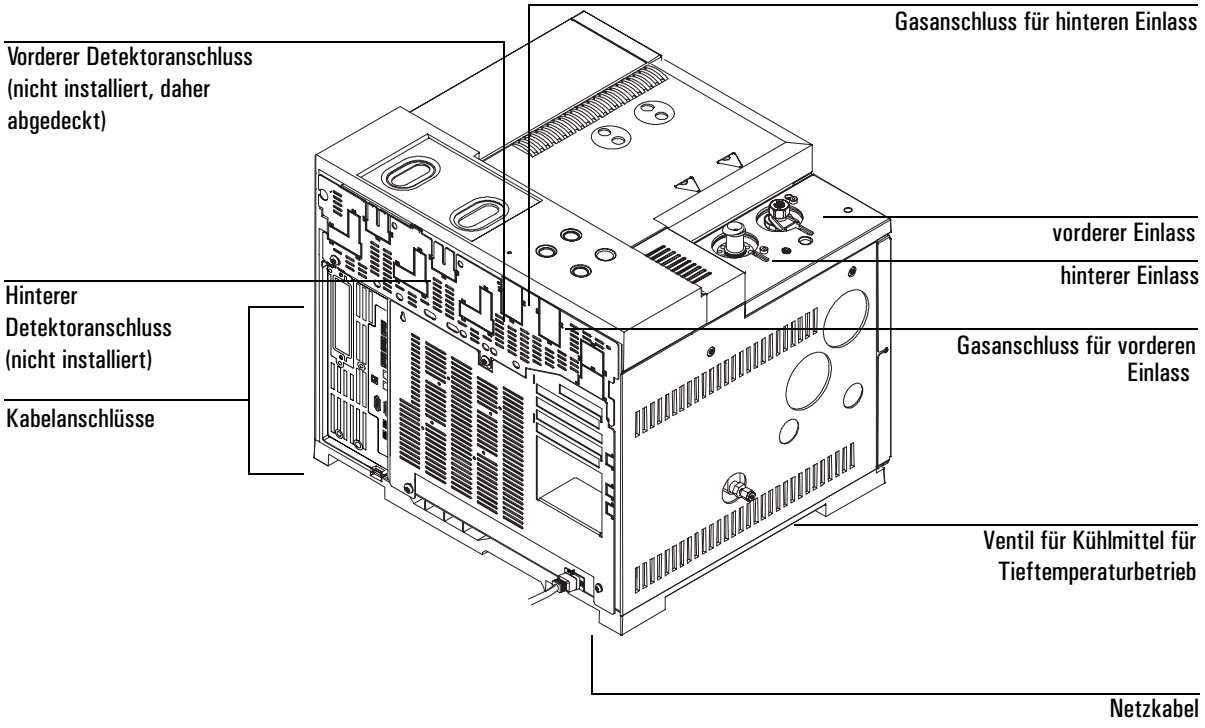


Abbildung 99 Rückansicht des GC

Installation

In diesem Kapitel werden die Arbeitsschritte zur Aufstellung des GC beschrieben. Die meisten Installationsschritte sind für alle GC-Systeme üblich; einige sind allerdings optional, wie die Installation der Kryokühlung und der Anschluss von Druckluft für die pneumatisch betriebenen Ventile. Der Anschluss der Kabel vom GC zu den anderen Geräten in einem 6890-System wird beschrieben. Außerdem erhalten Sie Informationen zur Konfigurierung des GC und der anderen Geräte.

Ein Großteil der Arbeiten besteht in der Installation von Rohrleitungen an die Gasentnahmestationen, Filter und Geräteanschlüsse. Um leckfreie Verbindungen zu erhalten, werden SWAGELOK™Verschraubungen verwendet. Anleitungen zur Herstellung einer SWAGELOK-Verbindung finden Sie unter„Anfertigen von SWAGELOK-Verbindungen“.

Bei der Beschreibung der Installationsschritte wird davon ausgegangen, dass Sie jeweils eine Gasleitung benötigen, die kürzer ist als 4,6 m (15"). Benötigen Sie längere Verbindungen, verwenden Sie bitte Leitungen mit einem Durchmesser von 1/4" und entsprechende Anschlüsse.

WARNUNG Wasserstoff ist ein brennbares Gas. Bei Benutzung von Wasserstoff oder einem anderen brennbaren Gas sind regelmäßig Lecktests durchzuführen. Sorgen Sie dafür, dass die Wasserstoffzufuhr unterbrochen ist, bis alle Installationsarbeiten durchgeführt sind, und vergewissern Sie sich vor dem Aufdrehen der Wasserstoffzufuhr, dass an die Verschraubungen der Einlasssysteme entweder eine Säule angeschlossen ist oder diese mit einer Verschlusskappe abgedeckt sind.

Der Austausch von Teilen oder die Durchführung von unzulässigen Veränderungen am Gerät kann zu einer Sicherheitsgefährdung führen.

Das Isoliermaterial um die Einlässe, die Detektoren, das Ventilgehäuse und die Isolierabdeckungen sind aus feuerfester Keramikfaser hergestellt. Um das Einatmen von Faserteilchen zu verhindern, empfehlen wir folgende Sicherheitsmaßnahmen: Sorgen Sie für eine gute Belüftung des Arbeitsplatzes; tragen Sie langärmelige Kleidung, Handschuhe, Schutzbrille und einen Einmal-Atemfilter; entsorgen Sie Isoliermaterial in verschlossenen Plastiktaschen; waschen Sie nach der Handhabung der Keramikfaser Ihre Hände mit milder Seife und kaltem Wasser.

Schritt 1: Auspacken des GC

1. Kontrollieren Sie die Transportbehälter auf Beschädigungen. Sollte ein Behälter beschädigt sein, teilen Sie dies bitte dem Spediteur und Ihrem Agilent Vertriebsbüro mit.

   Bewahren Sie das gesamte Verpackungsmaterial zur Kontrolle durch den Spediteur auf.

2. Überprüfen Sie, ob sämtliche auf der Packliste aufgeführten Teile geliefert worden sind. Sollte es Unstimmigkeiten geben, benachrichtigen Sie bitte sofort Ihr Agilent Vertriebsbüro.

   Bewahren Sie bitte die Transportbehälter auf, bis Sie deren Inhalt auf Vollständigkeit überprüft und die Gerätefunktion kontrolliert haben.

Schritt 2: Aufstellen des GC-Systems auf dem Labortisch

Der GC muss auf einem Labortisch aufgebaut werden, der für das Gewicht des GC sowie der übrigen Gerätekomponenten zugelassen ist. Tabelle 70 auf Seite 701 zeigt einige typische Gewichtsdaten. Über dem Aufstellort dürfen keine Teile hängen, die die Lüftung behindern und den Zugang zur Geräteoberseite einschränken.

WARNUNG Heben Sie den GC vorsichtig an. Da das Gerät schwer ist, sind zwei Personen zum Tragen erforderlich. Berücksichtigen Sie beim Tragen, dass die Rückseite schwerer als die Vorderseite ist.

Benötigte Materialien:

❒ Ofenabzug, Bestellnr. 19247-60510 (optional)

1. Nehmen Sie den GC aus dem Transportbehälter.
2. Setzen Sie den GC auf den Labortisch. Achten Sie darauf, dass die Gasanschlüsse und elektrischen Anschlüsse gut zugänglich sind. Stellen Sie die übrigen Systemkomponenten in geeigneter Weise nahe beim GC auf. In Tabelle 70 auf Seite 701 finden Sie Empfehlungen für die Anordnung der einzelnen Teile.
3. Bringen Sie bei begrenztem Platz den Ofenabzug, wie in der nachfolgenden Abbildung dargestellt, an der GC-Rückseite an. Der Ofenabzug besitzt vier Haken, mit denen er am GC-Auslass befestigt werden kann.

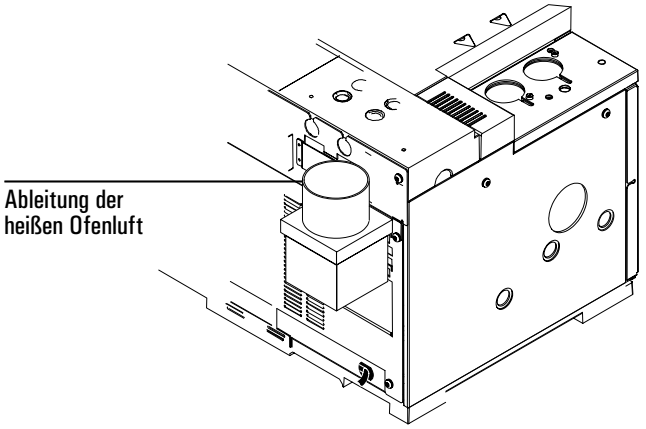


Abbildung 100 Korrekte Position für den Ofenabzug

Schritt 3: Einschalten des Gerätes

Bei jedem Einschalten durchläuft der GC eine Reihe von Selbstdiagnosetests. Führen Sie diese Diagnosetests durch, bevor Sie die Installation fortsetzen, um sicherzustellen, dass die Geräteelektronik einwandfrei funktioniert.

1. Kontrollieren Sie, ob der Netschalter auf der AUS-Position steht.

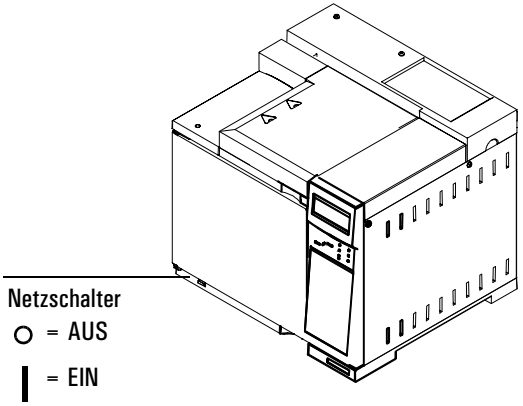


Abbildung 101 Position des Netzschalters

2. Schließen Sie das Netzkabel an der Rückseite des GC und an der Steckdose an. Schalten Sie das Gerät ein.

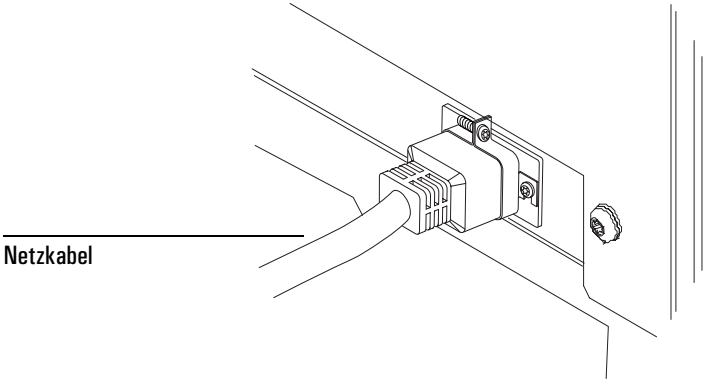


Abbildung 102 Position des Netzkabels

3. Die Selbstdiagnosetests laufen automatisch ab. Um die Meldung über bestandene oder nicht bestandene der Tests zu erhalten, müssen Sie nach deren Ablauf folgende Tastenkombination drücken: [Oven] [Temp] [On]

   Wenn auf dem Bildschirm die Meldung Power on successful erscheint, schalten Sie das Gerät wieder aus und setzen die Installationsarbeiten fort.

   Wenn Sie diese Meldung nicht sehen, stellen Sie den GC aus und rufen den Kundendienst von Agilent.

Schritt 4: Anschluss der Rohrleitung an die Gasentnahmestation

Benötigte Materialien

- ❒ Vorkonditioniertes Kupferrohr, 1/8"
- ❒ Rohrschneider (Bestellnr. 8710-1709)
- ❒ 1/8"- SWAGELOK -Überwurfmutter, vordere und hintere Ferrule
- ❒ Zwei 7/16"-Schlüssel

1. Vergewissern Sie sich, dass die Zufuhr der Gase abgeschaltet ist. Ermitteln Sie die benötigte Leitungslänge zwischen der Gasentnahmestation und dem Gasanschluss des GC. Berücksichtigen Sie dabei auch alle benötigten Filter oder T-Stücke.
2. Bringen Sie die Rohrleitungen mit einem Rohrschneider auf die gewünschte Länge.

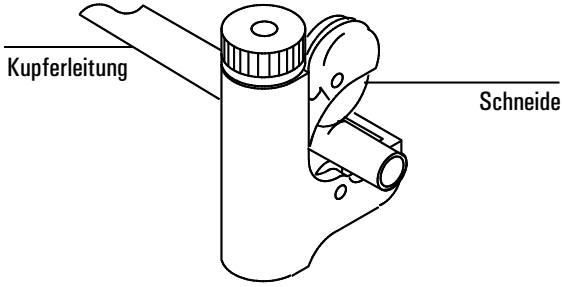


Abbildung 103 Rohrschneider

3. Schließen Sie die Rohrleitung mit einer SWAGELOK-Verschraubung am Gasanschluss des GC an. „Anfertigen von SWAGELOK-Verbindungen“ enthält weitere Informationen zu SWAGELOK-Verschraubungen.

Schritt 5: Einbau von Filtern in die Gasleitung

Benötigte Materialien:

- ❒ Vorkonditioniertes Kupferrohr, 1/18"
- ❒ Rohrschneider
- ❒ 1/8"-SWAGELOK-Verschraubung, Muttern und Ferrules
- ❒ Zwei 7 /16"-Schraubenschlüssel
- ❒ Filter

1. Legen Sie fest, an welcher Stelle die Filter in der Gasleitung installiert werden sollen. Siehe Abbildung 104

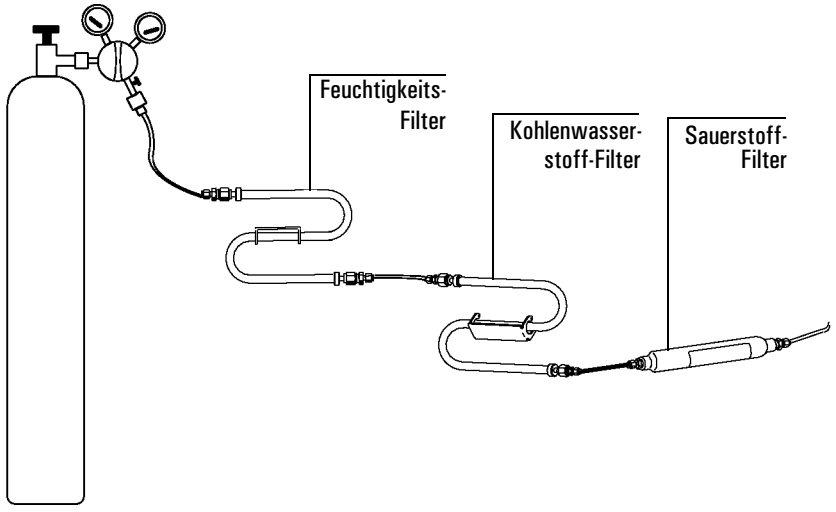


Abbildung 104 Anschlussdiagramm

2. Schneiden Sie die Rohrleitung mit einem Rohrschneider auf die gewünschte Länge.
3. Schließen Sie die Filter an.

Schritt 6: Einbau eines SWAGELOK™-T-Stückes in die Gasleitung

Wenn Sie eine Gasart von einer Gasversorgung aus an mehrere Einlasssysteme oder Detektormodule anschließen müssen, teilen Sie den Gasfluss mit einem SWAGELOK ™-T-Stück. Dieses sollte sich nahe an den Einlass- oder Detektorgasanschlüssen befinden.

Benötigte Materialien:

- ❒ Kupferrohrleitung, 1/8", vorkonditioniert
- ❒ Rohrschneider
- ❒ 1/8"-SWAGELOK-Überwurfmuttern, vordere und hintere Ferrules
- ❒ 1/8-inch-SWAGELOK T-Stück
- ❒ Zwei 7/16"-Schlüssel
- ❒ SWAGELOK-Rohrverschlusskappe, 1/8"

1. Trennen Sie die Gasleitung mit dem Rohrschneider an der Stelle, an der das T-Stück installiert werden soll. Verbinden Sie die Rohrleitung und das T-Stück mit einer SWAGELOK-Verschraubung. Siehe Abbildung 105

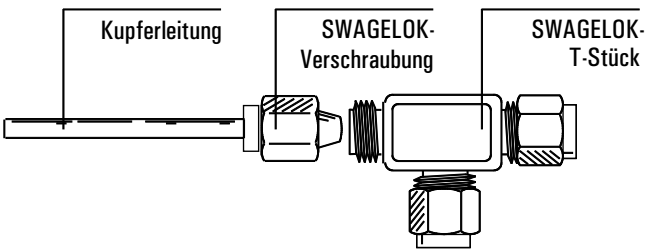


Abbildung 105 Einbau eines SWAGELOK-T-Stückes

2. Bestimmen Sie die erforderliche Länge der Rohrleitung. Messen Sie den Abstand zwischen T-Stück und GC-Einlass und bringen Sie eine Kupferrohrleitung mit einer SWAGELOK-Verschraubung am offenen Ende des T-Stücks an.

3. Schrauben Sie auf das offene Ende des T-Stücks eine SWAGELOK-Verschlusskappe, wenn Sie nicht unmittelbar eine Rohrleitung dort anschließen wollen.

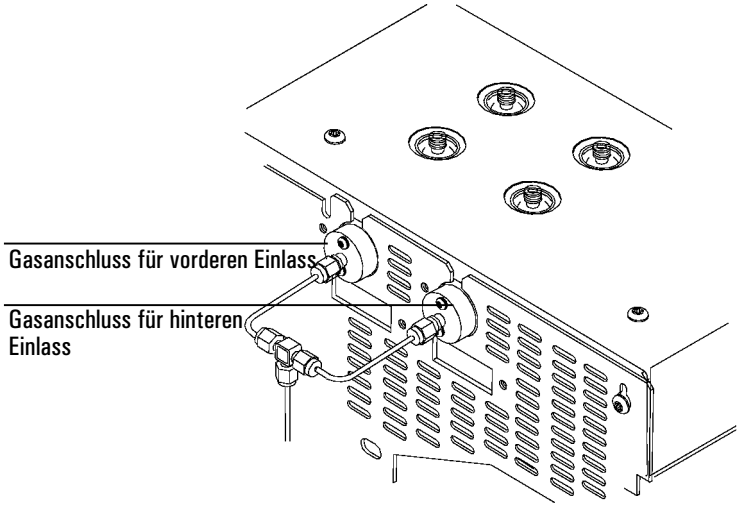
Schritt 7: Anschließen einer Rohrleitung am Einlass

Wenn Ihr GC Einlasssysteme mit elektronischer Pneumatiksteuerung (EPC) besitzt, installieren Sie die Rohrleitung für die Trägergaszufuhr zu den Einlasssystemen an den Gasanschlüssen, die sich an der Geräterückseite befinden. Die Installation für Einlässe ohne EPC erfolgt mit den Anschlüssen für die Gasversorgung auf der linken Seite des GC.

Benötigte Materialien:

- ❒ vorkonditionierte Kupferrohrleitung, 1/8"
- ❒ 1/8"-SWAGELOK-Überwurfmuttern, vordere und hintere Ferrulen
- ❒ Zwei 7/16"-Schlüssel

1. Drehen Sie den Haupthahn für die Trägergaszufuhr ab.
2. Schließen Sie am Trägergaseingang des GC die Rohrleitung für die Trägergaszufuhr mit einer SWAGELOK-Überwurfmutter an. Siehe Abbildung 106



Beim GC in dieser Abbildung ist beim vorderen und hinteren Einlass dasselbe Trägergas angeschlossen.

Abbildung 106 Installation der Einlassgasanschlüsse

Schritt 8: Anschließen einer Rohrleitung am Detektor

Welche Gase Sie am Detektor anschließen, hängt von der Art des verwendeten Detektors ab. Bei den Gasanschlüssen ist deutlich gekennzeichnet, welche Gasart der Detektor benötigt und wo die Leitungen anzuschließen sind. Alternativen für die Detektorgase finden Sie in den Tabellen auf Seite 706.

Diese Prozedur erklärt die Installation von Gasen am FID. Die Gase werden in ähnlicher Weise bei allen Detektoren angeschlossen.

6890 mit Elektronischer Drucksteuerung (EPC)

Auf der Rückseite des GC befindet sich der Anschluss für die Gasleitungen.

1. Schalten Sie die Einlass- und Detektorgase am Haupthahn der Gasversorgung ab.
2. Jeder Gasanschluss ist gekennzeichnet. Schließen Sie die Rohrleitung mit einer SWAGELOK-Verschraubung am Gasanschluss des GC an.

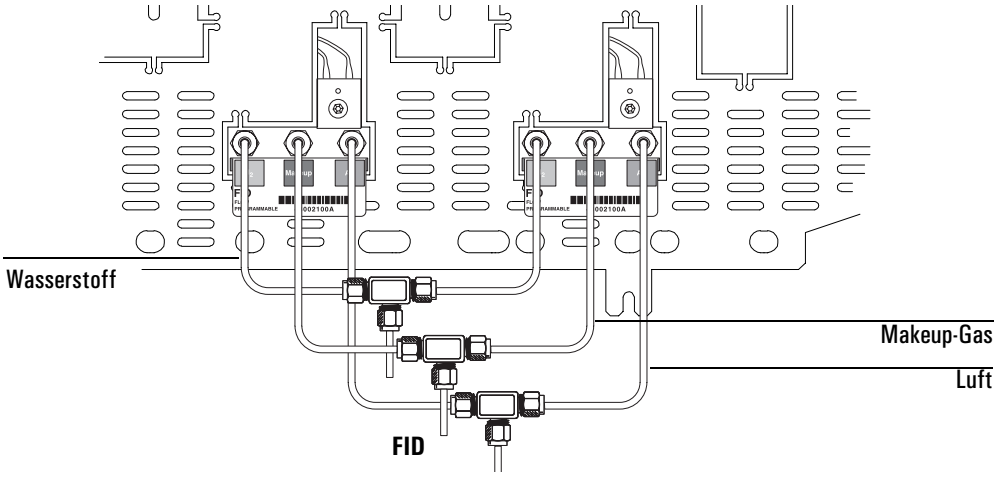


Abbildung 107 Anschluss der Gasleitungen an einen EPC-Detektor

Benötigte Materialien:

- ❒ Vorkonditioniertes Kupferrohr, 1/8"
- ❒ Drei 1/8"-SWAGELOK-Überwurfmuttern, vordere und hintere Ferrule
- ❒ Zwei 7/16"-Schlüssel

Schritt 9: Prüfen auf Lecks

Vermeiden Sie nach Möglichkeit die Lecksuche mit entsprechenden Flüssigkeiten. Dies gilt besonders für die Fälle, bei denen Sauberkeit von großer Bedeutung ist. Sollten Sie dennoch ein Lecksuchspray verwenden, so spülen Sie es sofort wieder ab, um den Seifenfilm zu entfernen.

WARNUNG Ziehen Sie das Netzkabel vom GC ab, um einen möglichen Stromschlag bei der Verwendung eines Lecksuchsprays zu verhindern. Achten Sie darauf, keine Flüssigkeit auf Strom führende Leitungen zu gießen.

Benötigte Materialien:

- ❒ Elektronisches Lecksuchgerät (bevorzugt)
- ❒ Lecksuchflüssigkeit

1. Stellen Sie den Vordruck für das Trägergas an der Gasversorgung auf etwa 50 psi ein.
2. Stellen Sie die Detektorgasdrücke auf die folgenden Werte ein:
   - Makeup = 50 psi
   - Wasserstoff = 50 psi
   - Luft = 50 psi
   - TCD-Referenzgas = 50 psi
3. Prüfen Sie mit dem Lecksuchgerät die Verschraubungen auf mögliche Lecks.
4. Ziehen Sie undichte Verbindungen an. Überprüfen Sie diese. Fahren Sie fort, die Verbindungen zu überprüfen, bis alle Verschraubungen leckfrei sind.
5. Schalten Sie die Einlass- und Detektorgase am Haupthahn der Gasversorgung ab.

Schritt 10: Anschließen der Kühlmittelversorgung

Die Kryokühlung ermöglicht den GC-Betrieb unterhalb der normalen Raumtemperatur. Ein Magnetventil lässt ein flüssiges Kühlmittel, entweder CO_2 oder N_2, in einer entsprechenden Rate in den Säulenofen strömen, um diesen auf die gewünschte Temperatur herunterzukühlen.

Die Art des verwendeten Kühlmittels hängt im Wesentlichen davon ab, wie oft Sie die Kryokühlung einsetzen. Sie können nicht abwechselnd CO_2 und N_2 benutzen, da diese unterschiedliche Ventileinheiten benötigen. Weitere Informationen zur Kühlmittelauswahl finden Sie unter „Anforderungen an die Kryokühlung“.

Üblicherweise werden Verschraubungen mit kegligem Gewinde verwendet, um die Kühlmittelversorgungsleitung an den Vorratstank anzuschließen. Klären Sie vor den Installationsarbeiten mit dem Lieferanten des Kühlmittels, welche Anschlüsse passen.

Anschließen von flüssigem Kohlendioxid

WARNUNG Benutzen Sie keine Rohrleitungen aus Kupfer bzw. dünnwandige Edelstahlleitungen! Bei beiden besteht Explosionsgefahr.

VORSICHT Benutzen Sie keine Vorratsbehälter mit pneumatischer Förderung für die CO_2-Versorgung. Das Kryoventil ist nicht für die höheren Drücke ausgelegt, die diese Vorratsbehälter liefern.

Benötigte Materialien:

- ❒ Dickwandige Edelstahlleitung, 1/8"
- ❒ Rohrschneider
- ❒ 1/8"-SWAGELOK -Verschraubungen und Ferrule
- ❒ Zwei 7/16"-Schlüssel

1. Der Einlass für flüssiges CO_2 befindet sich auf der **linken** Seite des GC. Benutzen Sie eine ausreichend lange Rohrleitung. Siehe Abbildung 108

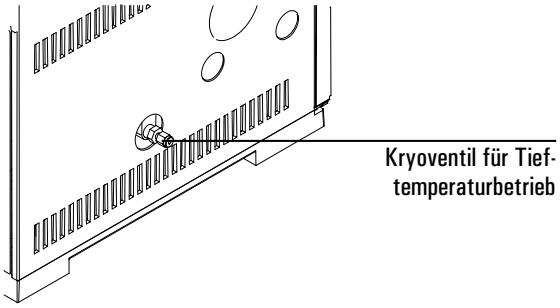


Abbildung 108 Kryoventil für Tieftemperaturbetrieb

2. Installieren Sie die Rohrleitung am Vorratsbehälter für das flüssige CO_2 mit der vom Lieferanten empfohlenen Verschraubung.
3. Schließen Sie die Versorgungsleitung mit einer SWAGELOK-Verschraubung am Kryoventileinlass am GC an.

Anschließen von flüssigem Stickstoff

Benötigte Materialien:

- ❒ Vorkonditioniertes Kupferrohr, 1/4"
- ❒ Rohrschneider
- ❒ 1/4"-SWAGELOK-Verschraubung, Muttern und Ferrules
- ❒ Zwei 9/16"-Schlüssel

1. Stellen Sie den Stickstoff-Behälter so nahe wie möglich am GC auf, um sicherzustellen, dass der Stickstoff in flüssiger Form und nicht gasförmig den Einlass erreicht.
2. Der Einlass für flüssigen Stickstoff befindet sich auf der linken Seite des GC. Benutzen Sie eine ausreichend lange Rohrleitung. Siehe Abbildung 109

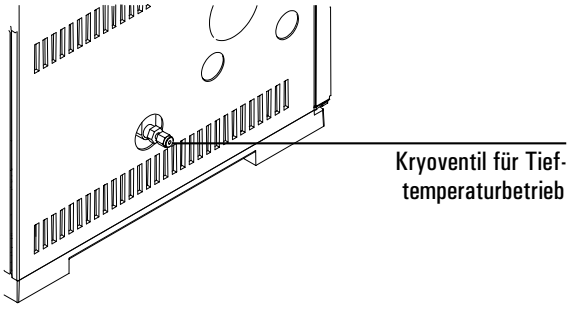


Abbildung 109 Kryoventil für Tieftemperaturbetrieb

3. Installieren Sie die Rohrleitung am Vorratsbehälter für das flüssige N_2 mit der vom Lieferanten empfohlenen Verschraubung.
4. Schließen Sie die Versorgungsleitung mit einer SWAGELOK-Verschraubung am Kryoventileinlass am GC an.

Schritt 11: Anschließen der Druckluft für die Ventilpneumatik

Ventile benötigen Druckluft zum Schalten. Sie sollten über eine eigene, unabhängige Druckluftversorgung verfügen; die Luft, die als Detektorgas benutzt wird, darf dafür nicht aufgeteilt werden.

Die Druckluft für die Ventile wird über eine 1/4"-Schlauchleitung aus Plastik geliefert.Wenn Ihr GC Ventile besitzt, ist diese Leitung bereits angeschlossen und wird an der Rückseite aus dem Gerät herausgeführt.

VORSICHT Halten Sie die Leitung von der Ofenabluft entfernt. Die heiße Luft könnte die Plastikleitung zum Schmelzen bringen.

Benötigte Materialien:

- ❒ 1/4"-SWAGELOK-Überwurfmuttern, vordere und hintere Ferrulen
- ❒ Zwei 9/16"-Schlüssel

Drehen Sie die Druckluftversorgung am Haupthahn ab. Kürzen Sie die Schlauchleitung gegebenenfalls mit einem scharfen Messer. Schließen Sie die Leitung an die Druckluftversorgung mit einer 1/4"-SWAGELOK-Überwurfmutter an. Siehe Abbildung 110

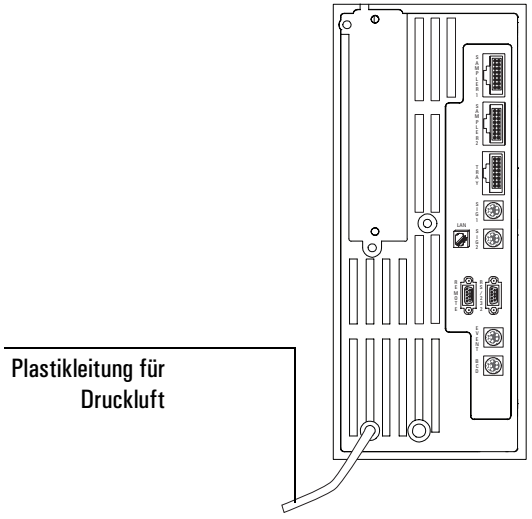


Abbildung 110 Position der Druckluftleitung für den Ventilantrieb

Schritt 12: Einstellen der Vordrücke

Die Einstellung am Druckminderer einer Gasversorgung ist von folgenden Faktoren abhängig:

- von dem nötigen Druck, um die höchste Flussrate zu erreichen, die Sie verwenden wollen;

  das Druck/Fluss-Verhältnis hängt von der Säule und den Gasinstallationen ab. Am besten beginnen Sie mit einem moderaten Druck und verstellen ihn nach und nach auf die erforderliche Höhe;

- einer Druckdifferenz von circa 10 psi (138 kPa) in der Gasleitung vor und nach den Mess- und Steuereinrichtungen für Druck und Fluss. Diese gewährleistet deren korrekte Funktion;

  die Anforderung an die Druckdifferenz gilt für alle Sensoren und Steuerungen, einschließlich der Durchflussregler und Druckminderer;

- der Druckbegrenzung des *schwächsten* Bestandteils der Gasversorgung.

  Swagelok-Anschlüsse und Kupferleitungen sind für die höchsten Gasdrücke, die bei der Gaschromatographie auftreten, ausreichend.

  Die GC-Module für die Gasversorgung halten einem Druck von über 250 psi stand, allerdings funktionieren Sie in diesem Bereich nicht verlässlich.Wir empfehlen daher beim Betrieb einen Maximaldruck von 170 psi, um starker Abnutzung und Leckagen vorzubeugen.

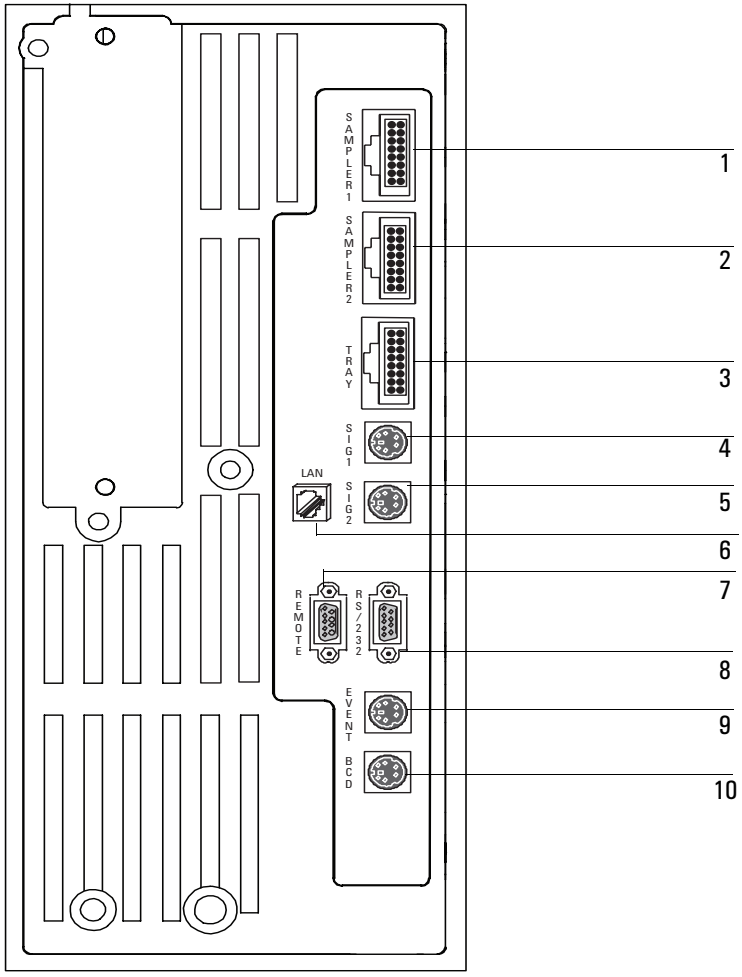
  Filter stellen oft den schwächsten Teil eines Systems dar. Ihr maximal zulässiger Betriebsdruck sollte auf dem Filtergehäuse oder in der Beschreibung angegeben sein. Der Vordruck darf den *niedrigsten* Maximaldruck des Versorgungssystems nicht überschreiten.

Folgende sind die empfohlenen Ausgangswerte für den Vordruck über die Gasversorgung:

Gas	Verwendung	Vordruck
Trägergas	Gepacktsäulen	410 kPa (60 psi)
	Kapillarsäulen	550 kPa (80 psi)
Luft	Detektoren	550 kPa (80 psi)
Wasserstoff	Detektoren	410 kPa (60 psi)

Angaben zu maximalen und minimalen Druckwerten finden Sie in Tabelle 76.

Schritt 13: Anschluss der Kabel



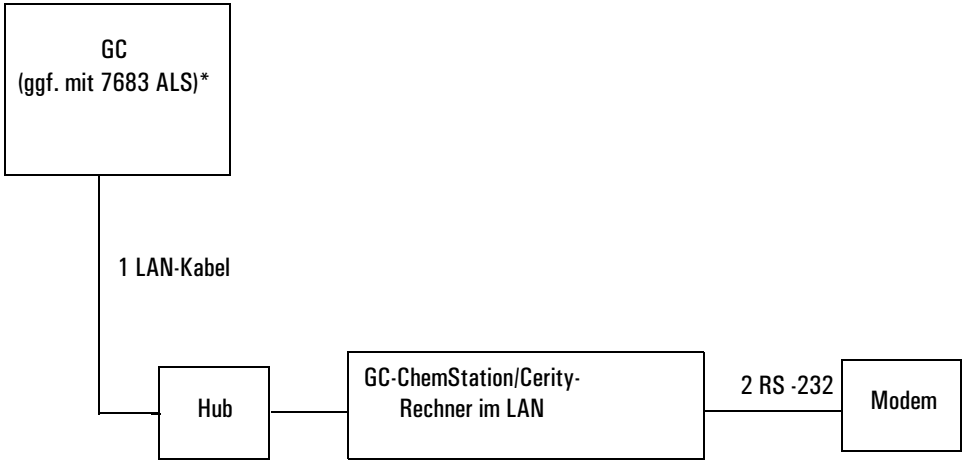
10b

Abbildung 111 Überblick über die Kabelanschlüsse auf der Rückseite des GC

Der GC besitzt eine Vielzahl von Schnittstellen zur Datenübertragung:

- **1, 2 Sampler** (Probengeber) **–** Stromanschluss und Datenübertragungsschnittstelle für einen G2613A-Injektor. Verwenden Sie den Anschluss Sampler1 für den vorderen Injektor.
- **3 Tray** (Probenteller) **–** Stromanschluss und Datenübertragungsschnittstelle für einen G2613A-Probenteller.
- **4, 5 Analogsignalausgänge –** Der GC besitzt zwei Ausgänge für Analogsignale, die zur externen Signalverarbeitung verwendet werden können. Jeder Analogausgang besitzt drei wählbare Spannungsbereiche.
- **6 LAN –** Datenübertragung über LAN
- **7 Remote –** Schnittstelle zur Fernsteuerung, die zur Synchronisierung von bis zu zehn Geräten verwendet werden kann.
- **8 Modem/RS-232C –** Diese Schnittstelle ist zum Anschluss von Modems, Rechnern und anderen Controllereinheiten gedacht.
- **9 Steuerung externer Ereignisse –** Zwei passive Relaiskontakte und zwei 24V-Steuerspannungen eignen sich zur Steuerung von externen Geräten. Sie sind an die Ventiltreiber 5 bis 8 am GC angeschlossen.
- **10 BCD-Eingang (Binär codierte Dezimalzahl) –** Diese Schnittstelle bietet einen Anschluss an die Steuerrelais und einen BCD-Eingang für ein Gasstromauswahlventil. Die Schnittstelle unterstützt keine Ausgabe an Datenverarbeitungsgeräte.

Es gibt viele verschiedene Systemkonfigurationen für den GC. Die unten stehende Abbildung veranschaulicht eine übliche Systemkonfiguration. Siehe Tabelle 78 und Tabelle 79 bezüglich der Verkabelung bei anderen Gerätekombinationen. Siehe Abbildung 112



* Der 7683-Controller ist in den 6890 GC integriert. Der G2613A-Injektor und der 2614-Probenteller werden direkt an den GC angeschlossen.

Abbildung 112 GC – GC-ChemStation/Cerity-Rechner im LAN – Automatischer Flüssigprobengeber für GC

Num-mer	Bestellnummer u. Beschreibung
1	92268 B, LAN-Kabel, Ethernet Twisted Pair 4-adrig
2	G1530-61120, RS-232/Modemkabel oder 24540-80012, RS-232/Modemkabel

Tabelle 78 GC-Verkabelung

angeschlossene Geräte	benötigte Kabel	Bestellnr.
Automatischer Flüssigprobengeber 7683	Injektorkabel ist integriertes Probentellerkabel	G2614-60610
GC ChemStation	LAN (siehe unten)	
Headspace-Probengeber 7694	Remote, 9-polig männlich/6-poliger Stecker	G1290-60570
Purge und Trap-Probengeber 7695	Remote, 25-polig männlich/9-polig männlich	G1500-60820
Integrator 3395A	Remote, 9-polig/15-polig Analog, 2 m, 6-polig	03396-61020 G1530-60570
Integrator 3395B	Remote, 9-polig/15-polig Analog, 2 m, 6-polig	03396-61010 G1530-60570
Integrator 3396B	Remote, 9-polig/15-polig Analog, 2 m, 6-polig	03396-61020 G1530-60570
3396C/3397 Integrator	Remote, 9-polig/15-polig Analog, 2 m, 6-polig	03396-61010 G1530-60570
Integratoren von Drittanbietern	Analog, 2 m, 6-polig	G1530-60560
C/D/E A/D Wandler 35900	Remote, 9-polig männlich/9-polig männlich Analog, 2 m, 6-polig	G1530-60930 G1530-60570
Massenselektiver Detektor	Remote, 2-m, 9-polig männlich/9-polig männlich	G1530-60930
Modem	Modem, 9-polig weiblich/9-polig männlich, oder Modem, 9-polig weiblich/25-polig männlich	G1530-61120, or 24540-80012
Datensystem von Drittanbietern	Universal-Remote, 9-polig männlich/Kabelschuhe Externes Ereignis, 8-polig/Kabelschuh	35900-60670 (2 m), 35900-60920 (5 m), 35900-60930 (0.5 m) G1530-60590
Geräte von Dritt-anbietern, unspezifiziert	externes Ereignis, 8-polig/Kabelschuh	G1530-60590
Flusswahlventile Gasprobennahmeventile	Siehe die den Ventilen beiliegenden Informationen	
LAN	Ether Twist 4-adrig	92268B

Tabelle 79 Verkabelung anderer Geräte mit einem 6890-System

Gerät 1	Gerät 2	Kabeltyp	Bestellnr.
Massenselektiver Detektor	GC ChemStation	LAN	92268B
GC ChemStation	Modem	RS-232	24540-80012 oder G1530-61120
Headspace-Probengeber 7694	GC ChemStation	RS-232, 9-polig weiblich/ 9-polig männlich	24542U
Headspace-Probengeber 7694	Integrator	RS-232, 15-polig männlich/ 9-polig weiblich	03396-60530
Headspace-Probengeber 7694	nicht spezifiziert, Gerät von Drittanbietern	BCD-Kabel	03396-60570
Massenselektiver Detektor (MSD)	Purge & Trap- oder Headspace-Probengeber	Y-Kabel für Remote, 1 männlicher und 2 weibliche Anschlüsse	G1530-61200
		Y-Kabel für APG Remote, 2 männliche und 2 weibliche Anschlüsse	G1530-61200

Kabeldiagramme

Wenn Sie den GC an Geräte von Drittanbietern oder an den A/D-Wandler 35900 anschließen, müssen Sie die Funktion jeder einzelnen Leiterbahn im Kabel kennen. Siehe Tabelle 80

Universal-Analogkabel

Der GC benutzt das Universal-Analogkabel zur Kommunikation mit Integratoren von Drittanbietern. Das Universalkabel wird auch für Detektoren von Drittanbietern verwendet. Siehe Abbildung 113

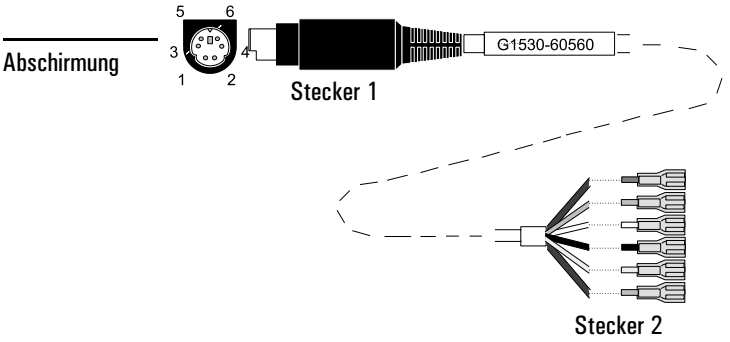


Abbildung 113 Universal-Analogkabel (Bestellnummer G1530-60560)

Tabelle 80 Universal-Analogkabel, Signalanschlüsse

Stecker 1	Stecker 2 – Schnellanschluss	Signal
1	braun oder lila	0 bis 1 mV (–)
2	weiß	0 bis 1 V, 0 bis 10V(–)
3	rot	0 bis 1 mV (+)
4	schwarz	1 V (+)
6	blau	10 V (+)
Abschirmung	orange	Erde

Remote-Start/Stopp-Kabel

Zwei Schnittstellen dienen zum ferngesteuerten Starten und Stoppen von Geräten in einer Schleife. Sie haben beispielsweise einen Integrator, einen Automatischen Probengeber und einen Gaschromatographen mit Remote-Kabeln angeschlossen. Sie können mithilfe von Remote-Kabeln bis zu maximal zehn Geräten synchronisieren. Siehe Abbildung 114 und Tabelle 81

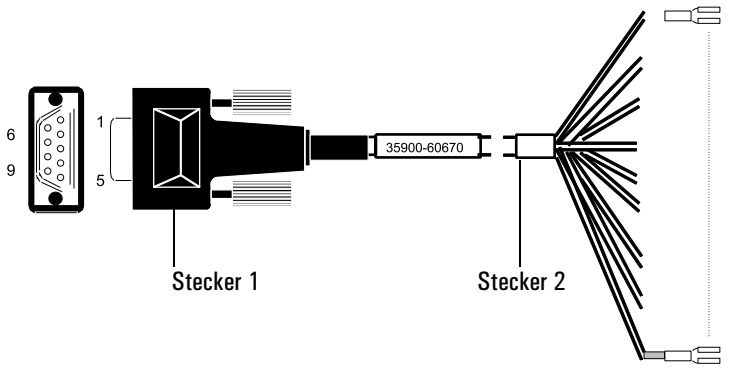


Abbildung 114 Remote-Start/Stopp-Kabel

Tabelle 81 Anschlüsse beim Remote-Start/Stopp-Kabel

Stecker 1 9-polig männlich	Stecker 2 35900-60670 Kabelschuhe	Signalname
1	schwarz	Digital ground
2	weiß	Prepare (low tone)
3	rot	Start (low tone)
4	grün	Start relay (beim Start geschlossen)
5	braun	Start relay (beim Start geschlossen)
6	blau	Open circuit
7	orange	Ready (high true input)
8	gelb	Stop (low tone)
9	lila	Open circuit

Binärcodiertes Dezimalkabel

Das BCD-Kabel besitzt acht passive Signalleitungen, die eine Dezimalzahl in binärcodierter Schreibweise liefern. Siehe Abbildung 115 und Tabelle 82

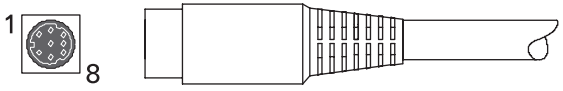


Abbildung 115 Typisches BCD-Eingangskabel

Tabelle 82 Anschlüsse für BCD-Eingang

Pin	Funktion	Maximale Nennleistung
1	Relais	48 V AC/DC, 250 mA
2	Relais	48 V AC/DC, 250 mA
3	LS Ziffer 0	
4	LS Ziffer 1	
5	LS Ziffer 2	
6	LS Ziffer 3	
7	MS Ziffer 0	
8	Masse	
Abschirmung	Gehäusemasse	

Kabel für externe Statussignale

Zwei passive Relaiskontakte und zwei 24V-Steuersignale stehen zur Steuerung von externen Geräten zur Verfügung. Geräte, die an die passiven Relaiskontakte

angeschlossen sind, müssen eine eigene Stromversorgung besitzen. Siehe Abbildung 116 und Tabelle 83

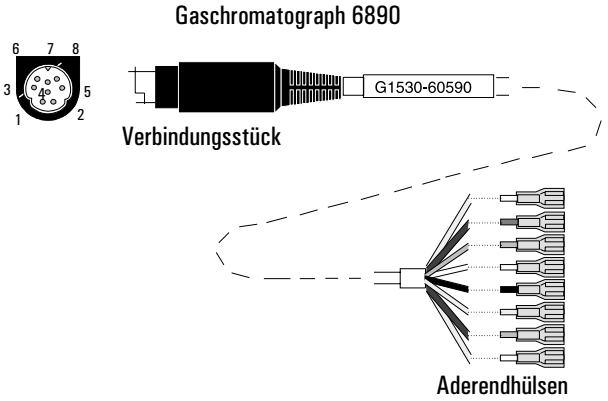


Abbildung 116 Kabel für externe Statussignale (Bestellnummer G1530-60590)

Tabelle 83 Kontakte für externe Anschlüsse

Verbindungsstück	Signalname	Maximale Nennleistung	Aderendhülsen	entspricht Ventil #
regelbare 24V-Ausgänge				
1	24V Ausgang 1	75 mA Ausgang	gelb	5
2	24V Ausgang 2	75 mA Ausgang	schwarz	6
3	Erde		rot	
4	Erde		weiß	
Relaiskontakte (normalerweise offen)				
5	Schließkontakt 1	48V ac/dc, 250 mA	orange	7
6	Schließkontakt 1		grün	7
7	Schließkontakt 2	48 V AC/DC, 250 mA	braun oder lila	8
8	Schließkontakt 2		blau	8

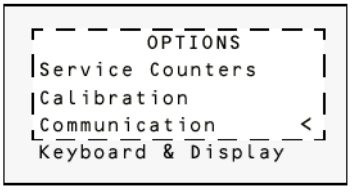
Schritt 14: Konfigurieren des GC

Um den GC in einem Netzwerk (LAN) zu betreiben, müssen Sie ihn zunächst konfigurieren. Sie können den GC so konfigurieren, dass er die erforderlichen TCP/IP-Adressierungsdaten automatisch von einem DHCP-Namensserver empfängt. Daneben haben Sie die Möglichkeit, die Adresse direkt über die Tastatur einzugeben.

Lesen Sie in Ihrer Dokumentation zum Datensystem nach, oder wenden Sie sich an Ihren LAN-Administrator, um die geeigneten TCP/IP-Adressen in Erfahrung zu bringen.

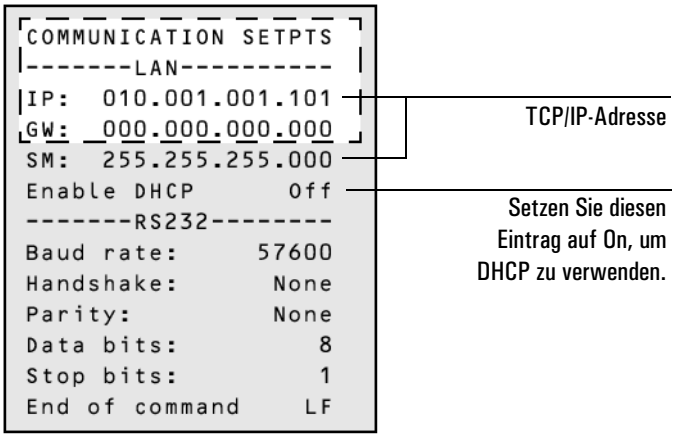
Verfahren zum Einrichten einer LAN-Konfiguration

1. Drücken Sie [Options] auf der Tastatur.



2. Aktivieren Sie in der geöffneten Steuerungstabelle den Eintrag Communication. Drücken Sie [Enter].

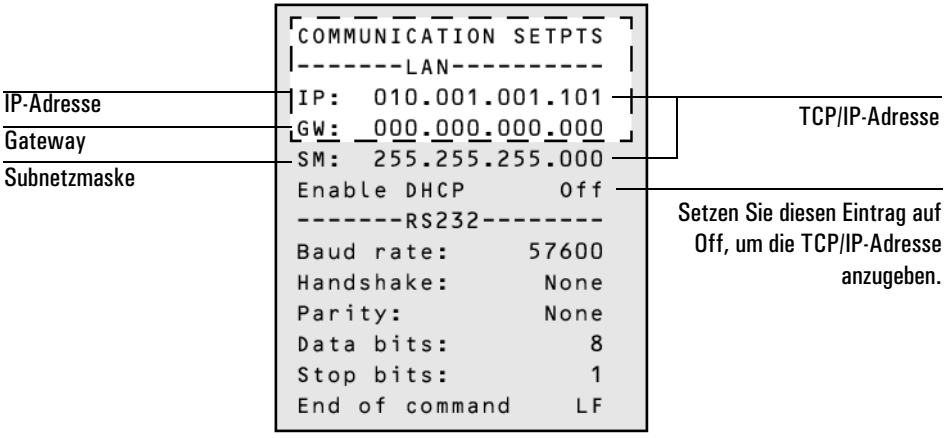
3. **Wenn Sie DHCP zum Einrichten der LAN-Adresse für den GC verwenden möchten**, aktivieren Sie den Eintrag Enable DHCP, und setzen Sie ihn auf On. Die TCP/IP-Adressdaten werden gelöscht. Schalten Sie den GC aus, wenn Sie dazu aufgefordert werden, und anschließend wieder ein, um mit den neuen Einstellungen zu arbeiten.



4. **Wenn Sie die LAN-Adresse über die GC-Tastatur eingeben möchten**, aktivieren Sie den Eintrag Enable DHCP und setzen ihn auf Off.

   - Geben Sie die TCP/IP-Adressen in die dafür vorgesehenen Zeilen ein.
   - Drücken Sie [Enter], um Ihre Einträge zu übernehmen, oder drücken Sie [Clear], um die Änderungen zu widerrufen.
   - Nach jedem Eintrag werden Sie aufgefordert, den GC aus- und anschließend wieder einzuschalten. Drücken Sie eine beliebige Taste, um diese Meldung auszublenden.

Nachdem Sie alle Einträge vorgenommen haben, schalten Sie den GC aus und wieder ein, um mit den neuen Einstellungen zu arbeiten.



30 Anfertigen von SWAGELOK-Verbindungen

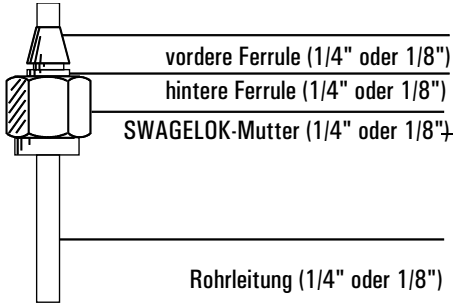
SWAGELOK-Verbindungen

Die Rohrleitung für die Gasversorgung wird mit SWAGELOK-Verschraubungen angeschlossen.Wenn Sie mit der Anfertigung von SWAGELOK-Verbindungen nicht vertraut sind, lesen Sie die nachfolgende Beschreibung durch. Darin wird erläutert, wie Rohrleitungen an Verschraubungen wie den Rohranschlüssen, am Einlass oder am Detektor bzw. an eine Druckgasflasche montiert werden.

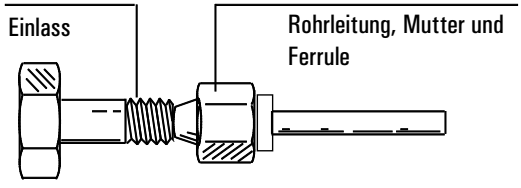
Benötigte Materialien:

- ❒ Kupferrohrleitung, 1/8" (oder 1/4", falls verwendet) vorkonditioniert
- ❒ SWAGELOK-Überwurfmuttern, vordere und hintere Ferrule, 1/8" (oder 1/4", falls verwendet)
- ❒ Zwei 7/16"-Schlüssel

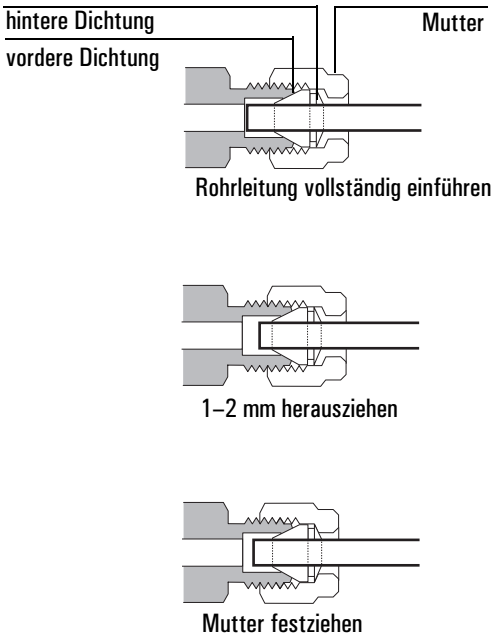
1. Schieben Sie nacheinander eine 1/8"-SWAGELOK-Überwurfmutter, eine hintere Ferrule und eine vordere Ferrule über die Rohrleitung.



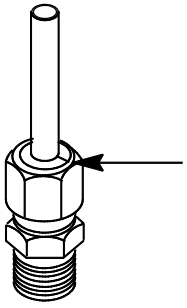
2. Achten Sie darauf, dass die vordere Ferrule den Einlassrohranschluss berührt; schieben Sie dann die SWAGELOK-Mutter über die Ferrule und ziehen Sie diese fingerfest an.



3. Verschraubung der Leitung wie nachfolgend dargestellt:

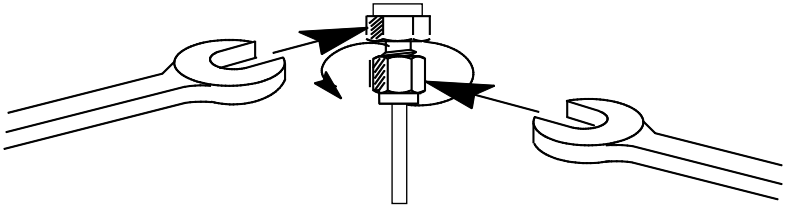


4. Markieren Sie die SWAGELOK-Verschraubung mit einem Bleistiftstrich.



5. Halten Sie den Rohranschluss mit einem 7/16"-Schlüssel in Position. Ziehen Sie die Überwurfmutter bei einer SWAGELOCK-Verschraubung von 1/8" mit

einer 3/4-Umdrehung an. Wenn Sie eine 1/4"-Verschraubung verwenden, ziehen Sie die Mutter mit einer ganzen und einer Viertelumdrehung an.



Wenn Sie SWAGELOK-Muttern nach oben stehender Anleitung anziehen, erhalten Sie eine leckfreie, drehmomentfreie Verbindung bei allen Rohrleitungsanschlüssen.

A

Abschaltung
  der Kühlung 121
  der Säule 68
  des Ofens 108
  von Wasserstoff 67
Abschaltverhalten
  Kryo 399
  PTV-Einlass 399
Abschwächung 182
Adapter
  für den Blasen-Flussmeter 98
  für Detektoren
    Installation 153
  PTV-Einlass
    Austausch 440
Aktivkohle-Filter
  Beschreibung 713
  Installation 731
aktueller Wert 37
Ambient temp
  Ofensollwert 121
Analog
  Kabel G1530-60560 750
  Kabel G1530-60570 748
  Null 179
Analog/Digital-Wandler, HP 35900 701, 748
Analogausgang
  Abschwächung 182
  Bereich 180
Analogsignal 746
Anfertigen von SWAGELOK-Verbindungen 757
Anforderungen an die Belüftung
  Ofen 698
  Ofenabluft 698
Anleitung
  Automatischer Prep Run 299
  Cool-On-Column
    Arbeitsweise 374
    Austausch der gekühlten Nadelführung 367
  Austausch der Quarznadel 378
  Austausch der Septumhalterung 367
  Austausch des Septums 367
  Beseitigung von Lecks 388
  Einbau einer Quarznadel 379
  Installation des Einsatzes 368
  Lecktest am Einlass 387
  Lecktest in der Gasversorgung 386
  manuelle Probenaufgabe mit gekühlter Nadelführung 370
  manuelle Probenaufgabe mit Septumhalterung 369
  Reinigung des Einlasses 383
  Septumaustausch 381
  Temperaturprogrammierung 373
  Überprüfung des Größenverhältnisses Nadel zu Säule 369
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen
  Austausch des O-Rings 350
  Austausch des Septums 347
  Beseitigung von Lecks 357
  Installation von Glaseinsätzen 341
  Installation von Linern 339
  Lecktest der Gasversorgung 352
  Lecktest EPC-Einlass 353
  Lecktest Nicht-EPC-Einlass 355
  Reinigung des Einlasssystems 358
  Verwendung von definierten Kapillarsäulen 345
  Verwendung von gepackten Säulen 345
  Verwendung von nicht definierten Kapillarsäulen 345
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen ohne EPC
  Einstellen des Trägergasflusses 510
Einlasssysteme ohne EPC

Konfiguration 508
Gasspar-Modus 298
PCM
Lecktest in der Gasversorgung 9, 521
PTV-Einlass
Austausch des Einlassadapters 440
Austausch des Septums 447
Austausch des Teflon-Ferruls 445
Beseitigung von Lecks 456
Druckstoß-Splitless-Modus, definierte Säule 418
Druckstoß-Splitless-Modus, nicht definierte Säule 419
Druckstoß-Split-Modus, definierte Säule 406
Druckstoß-Split-Modus, nicht definierte Säule 407
Einbau von Säulen 441
Entfernen des septumfreien Kopfes 442
Entfernen des Septumkopfes 446
Lecktest der Gasversorgung 452
Lineraustausch 449
Reinigen des septumfreien Kopfes 443
Solvent Vent-Modus, definierte Säule 429
Solvent Vent-Modus, nicht definierte Säule 430
Splitless-Modus, definierte Säule 415
Splitless-Modus, nicht definierte Säule 416
Split-Modus, definierte Säule 402
Split-Modus, nicht definierte Säule 403
Split/Splitless
Austausch der Basisdichtung 326
Austausch des Liners 304
Austausch des O-Rings 324
Austausch des Septums 320
Beseitigung von Lecks 334
Lecktest der Gasversorgung 329
Lecktest EPC-Einlass 330
Lecktest Nicht-EPC Einlass 332
Splitbetrieb, definierte Säule 307
Splitbetrieb, nicht definierte Säule 308
Split-Druckstoß-Modus 315
Splitless-Betrieb, definierte Säule 312
Splitless-Betrieb, nicht definierte Säule 313
Splitless-Druckstoß-Modus 317
Split/Splitless-Einlass ohne EPC
Einstellen der Flüsse im Splitless-Modus 513
Einstellen der Flüsse im Split-Modus 511
Volatiles Interface
Austausch oder Reinigung des Interfaces 489
Beseitigung von Lecks 496
Direkt-Modus 481
Entfernen der Splitleitung 476
Headspace-Probengeber-Anschluss 498
Installation von Säulen 484
Konfiguration zur Direktinjektion 479
Lecktest am System 493
Lecktest Gasversorgung 493
Purge and Trap-Konzentrator-Anschluss 501
Splitless-Modus 472
Split-Modus, definierte Säule 466
Split-Modus, nicht definierte Säule 467
Vorbereitung zum Lecktest 495
Anschlüsse

SWAGELOK 758
APG Remote
siehe Remote-Start/Stop 746
Aufhängung
für Kapillarsäulen 124
Auflisten einer Methode 211
Ausgang
analog 179
Nullpunkteinstellung 179
Austausch der Perleneinheit 609
Auswahl eines Säulenmodus 77
Automatischer Flüssigprobengeber 212
Datenübertragung zum GC 754
HP 7683
Injektoreinstellungen 216
Konfigurieren des Injektors 217
Sollwerte für den Probenteller 219
Steuerungstabelle 215
Strichcodeleser 219
Schaltereinstellung 754
Automatischer Prep Run 299
Automatischer Probengeber 701
Spezifikationen 701
Aux #-Tasten 44
Aux-Zone
Programmierung 223

B

Back Det-Taste 44
Back Injector-Taste 62
Back Inlet-Taste 44
Basislinienverschiebung
digitales Signal 183
Batterien 29
BCD
Kabel 03396-60570 749
Schnittstelle für Datenübertragung 746
BCD-Kabel
G1530-60630 752
Bearbeiten
einer Methode 210
einer Sequenz 245
Belüftungsanforderungen
Detektoren 698
Split/Splitless-Einlass 698
Bereich
Analogausgang 180
Beseitigung von Lecks
PTV-Einlass 456
Bildlauf 36
Binärcodierte Dezimalzahl 746
Blasen-Flussmeter 97

C

Calibration
Option 55
ChemStation
Kommunikation mit Automatischem Probengeber 749
Kommunikation mit GC 748
Kommunikation mit massenselektivem Detektor 749
Kommunikation mit Modem 749
Signalverarbeitung 185
Spezifikationen 701
Clear-Taste 60
Clock Table-LED 40
Clock Table-Taste 62
Col Comp n-Tasten 44
Col n-Taste 44
Communication
Option 56
Computer, von Drittanbietern
Datenübertragung mit GC 748
Config-Taste 58
Cool-On-Column-Einlass 362
Arbeitsweise 374
Austausch des Septums 367, 380
Beseitigung von Lecks 388
Einsätze 365
Einstellbereiche 373
gekühlte Nadelführung 366, 382, 384

manuelle Probenaufgabe 370
Hardware 362
Injektion mit Septumhalterung 365
Installation des Einsatzes 368
Lecktest 387
Gasversorgung 386
Lippendichtung 366
manuelle Probenaufgabe
Septumhalterung 369
Nadelgröße überprüfen 369
Nadeln 365
Ofennachführung 372
Probleme 377
Quarznadel 378, 379
Reinigung 383
Schnellabkühlung (CryoBlast) 372
Septumaustausch 381
Septumhalterung 367, 383, 384
Temperaturprogrammierung 372, 373
Tieftemperaturbetrieb 373
Wartung 376
Cool-On-Column-Injektor
Installation von Kapillarsäulen 130
Cryo fault
Ofensollwert 121
Cryo timeout
Ofensollwert 121
Cursor 36

D

Datenrate
FID 537
NPD 594
Datensystem von Drittanbietern
Datenübertragung mit GC 748
Datenübertragung
analog 746
BCD 746
Fernsteuerung 746
Modem 746
Remote-Start/Stop 746
RS-232 746
Steuerung externer Ereignisse 746
Datenübertragungsrate
ChemStation 185
Definition 182
Datum
Einstellung 52
Delete-Taste 60
Det Control-Taste 46, 531
Detektor
Det Control-Taste 531
ECD
Gasleitungen 87
ECD und µ-ECD
Installation von Kapillarsäulen 139
FID
Installation von Kapillarsäulen 134
FID- und NPD-Gasleitungen 85
Flussraten 530
FPD
Installieren von Kapillarsäulen 142
Gasanschluss 735
Gasversorgung 705, 706
Installation von Adaptern 153
NPD
Installation von Kapillarsäulen 134
Steuerungstabelle 525
TCD
Gasleitungen 86
Überblick 524
WLD
Installation von Kapillarsäulen 138
Detektorabschaltung
FID 535
Diagnostics
Option 56
Digital
Null 183
Direkt-Modus
Volatiles Interface 474, 481
Parametertabelle 479

Display 36
blinkend 37
LED 40
Druck
Auswahl der Einheiten 56
Eingangsdruck 77
konstanter 76
normaler 69
Probleme 102
programmierter 76
Solvent Vent-Modus 423
Umrechnung der Einheiten 291
Zusatzversorgungen 89
Drucker
Spezifikationen 701
Druckkorrektur 74
Druckluft
Anforderungen 718
Installation 741
Druckminderer
Anschluss 712
Empfehlungen 712
Gewindeanschluss 712
Druckprogrammierung 80
Drucksensor
Kalibrierung 93
Druckstoß-Modi
PTV-Einlass 404
Druckstoß-Splitless-Modus
PTV-Einlass
definierte Säule 418
nicht definierte Säule 419
Parametertabelle 417
Druckstoß-Split-Modus
PTV-Einlass
definierte Säule 406, 407
Durchführen einer Sequenz 247
Düsen
FID 535
Ausbau 549
Austausch oder Reinigung 548
Installation 552
Reinigung 551
FPD
Reinigung oder Austausch 676
NPD 595
Ausbau und Begutachtung 622
Austausch 625
Reinigung 624
Reinigung oder Austausch 621

E

Edelstahlrohrleitung
Installation für Kryokühlung 738
Einbau von Säulen
PTV-Einlass 441
Eingangsdruck 77
Eingangsfluss 77
Einheiten
für den Druck 56
Einlass
Cool-On-Column
Installation von Kapillarsäulen 130
gespülter Gepacktsäuleneinlass
Installation von Kapillarsäulen 131
nicht EPC 96
PTV
Installation von Kapillarsäulen 134
Split/Splitless
Installation von Kapillarsäulen 127
Septum 303
Steuerungstabelle 84
Volatiles Interface
Installation von Kapillarsäulen 134
Einlass mit EPC
Gasversorgung 705, 706, 707
Rohrleitung anschließen 734, 735
Einlass mit Septumspülung
Lecktest
nicht EPC 355

Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 336, 337, 338
Austausch des O-Rings 350
Austausch des Septums 347
Beseitigung von Lecks 357
definierte Säulen 345
gepackte Säulen 345
Parametertabelle 344
Installation von Glaseinsätzen 341
Installation von Linern 339
Kapillarsäulen 345
Lecktest
EPC 353
Gasversorgung 352
Liner 338
nicht definierte Säulen 345
ohne EPC 510
Parametertabelle
definierte Säulen 344
Reinigung 358
Wartung 346
Einlass ohne EPC
Gasversorgung 705, 706, 707
Einlassgasanschluss
Trägergas anschließen 734
Einlassparameter 82
Einlasssysteme
Überblick 289
Einlasssysteme ohne EPC 506
Konfiguration 508
Einsätze
Cool-On-Column-Einlass 365
Einstellbereiche
Cool-On-Column-Einlass 373
Einstellung
HP 7683
Injektor 216
Post Run 53
Zeit und Datum 52
Elekroneneinfang-Detektor
µ-ECD
Parameter 634
Elektrische Anforderungen
maximale Leistungsaufnahme 703
Netzkabel 703
Netzspannung 703
Ofentyp 703
Elektrometer
ECD 633
FID 537
FPD 657
NPD 594
Elektroneneinfang-Detektor 626, 627
Anschluss der Gasleitung 735
Elektrometer 633
EPC 635
Gasversorgung 706, 707
Installation von Kapillarsäulen 139
Korrektur von Problemen 641
Linearität 632
µ-ECD
Steuerungstabelle 636
Referenzchromatogramm 639
Sicherheit 631
Temperatur 633
Testbedingungen 637
thermisches Reinigen 645
Überprüfen auf Undichtigkeiten 643
Wartung 640
Wischtest 646
Elektronische Pneumatiksteuerung
Definition 66
EPC
Definition 66, 69
Kalibrierung 93
Equilibrierzeit
des Ofens 109
NPD 592
Erdung
GC 702
Erstellen
einer Methode 206

einer Sequenz 239
einer Untersequenz für Probengeber 240
einer Untersequenz für Ventile 241
Externe Ereignisse
Anschluss 225
Kabel G1530-60590 748, 752
Kabel G1530-60590, Anschlüsse 752
Schnittstelle für Datenübertragung 746
Externe Statussignale
Kabel G1530-60590 752

F

Fast Peaks 182
FID 537
FPD 658
NPD 595
Fehlermeldung 38
Fernsteuerung
Schnittstelle 746
Ferrulen
für gepackte Glassäulen 161
für gepackte Metallsäulen 155
Installation 152
für Kapillarsäulen 145
Teflon
Austausch 445
Feuchtigkeits-Filter
Beschreibung 713
Installation 731
Filter
Aktivkohle 713
Anschließen an Gasleitung 731
FPD 651
für Feuchtigkeit 713
für Kohlenwasserstoffe 713
für Sauerstoff 713
Konditionieren 165
Molsieb 713
Splitauslass 698
Überblick 712
Filter-Patrone zum Auffangen des Split-Abgases ersetzen
Split/Splitless-Einlass 328, 451, 492
Final temp
LED 40
Ofentemperatur-Programmierung 112
Final time
Ofentemperatur-Programmierung 112
Flammeninonisations-Detektor 534
Flammenionisations-Detektor 556
Abschaltung 535
Anschluss der Gasleitung 735
automatische Zündung (Ignition) 536
Datenraten 537
Drücke 540
Düsen 535
Ausbau 549
Austausch oder Reinigung 548
Installation 552
Reinigung 551
Elektrometer 537
EPC 542
Steuerungstabelle 541
Ersetzen des Zünddrahtes 558
Flussraten 539
Gasversorgung 706
Geräteprobleme 548
Kollektor
Ausbau 554
Reinigung 554
Lit-Offset 536
Referenzchromatogramm 546
schnelle Peaks 537
Temperaturen 539
Testbedingungen 544
Wartung 547
Zusammenbau 557
Flammenphotometrischer Detektor 647
Anschluss der Gasleitung 735
Doppel-Wellenlängen 652
Elektrometer 657

empfohlene Gase 706, 707
Ersetzen der PMT 681
Filter 651
Kompatibilität 652
Linearität 649
Liner 678
Lit Offset 655
Quenchen 650
Referenzchromatogramm 666
Sättigung 651
Temperatur 654
Testbedingungen 663
Zündung 657
Flow-Taste 45
Fluss
Eingangsfluss 77
FID 539
konstanter 76
maximale Raten 530
NPD 597
Probleme 102
programmierter 76
PTV-Einlass
Solvent Vent-Modus 423
WLD 575
Flüssiger Stickstoff
Anforderungen für Kryokühlung 716
Anschluss am GC 739
Flüssiges Kohlendioxid
Anforderungen für Kryokühlung 715
Anschluss an GC 738
Flussmessung
Auslegung 100
mit dem Blasen-Flussmeter 97
Flussprogrammierung 80
Flusssensor
Kalibrierung 93
Flusswahlventil, Kommunikation mit GC 748
Fotovervielfacher-Röhre, FPD, Ersetzen 681
Front Det-Taste 44
Front Injector-Taste 62
Front Inlet-Taste 44

G

Gas
Makeup 528
Trägergas konfigurieren 75
Trägergasfluss und Säulenabmessungen 78
Gas Saver
LED 40
Gasanschluss
Abbildung 731
Empfehlungen 709
Filter einbauen 731
Gasversorgungsleitung zum Detektor 735
Gewindeanschluss 712
Überblick 709
zweistufiger Druckminderer 712
Gaschromatograph 23
Gase
Ein/Aus-Steuerung 68
Gasentnahmestation
Rohrleitung anschließen 730
Gasprobendosierventil
Kommunikation mit GC 748
Gasspar-Modus 297
Gasversorgung
anschließen 730
Detektoren 705, 706
Empfehlungen 711
Empfehlungen für Reinheitsgrad 707
gepackte Säulen 705
Kapillarsäulen 706
Leitungsdurchmesser 711
Reinheit der Gase 707
zusätzliche 89
Gasversorgungsleitung
Anschluss an Einlassgasanschluss 734
Anschluss an Gasentnahmestation 730
Einbau eines T-Stückes 732
Länge bestimmen 730
Lecksuche 737

GC
Abluft 698
Abmessungen 701
Anforderungen an Kühlung 697
Anforderungen an Labortisch 699
Elektrische Anforderungen 703
Elektrische Spezifikationen 701
Erdung 702
Gewicht 701
Kommunikation mit anderen Geräten 745, 746, 749
Konfigurationen 700
Luftfeuchtigkeitsbereich 697
Netzschalter 728
Netzspannung 702
Platzbedarf 699
schädliche Gase abführen 698
Spezifikationen 701
Temperaturbereich 697
Verkabelung 745, 748, 749
Wärmespezifikationen 701
Gekühlte Nadelführung
Cool-On-Column-Einlass 366, 382, 384
Gepackte Metallsäulen
Installation 154
Gerät, unspezifiziert von Drittanbietern
Datenübertragung mit GC 748
Kommunikation mit Headspace-Probengeber 749
Geräteautomation 192
Geschwindigkeit
durchschnittliche Lineargeschwindigkeit 77
Gespülter Gepacktsäulen-Einlass
Installation von Kapillarsäulen 131
Gewicht
GC 699
GC-Systemkomponenten 699
Tabelle 701
Gewindeanschluss 712
Glaseinsätze
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 341
Glassäulen
Installation 159

H

Hardware
Cool-On-Column-Einlass 362
Headspace-Probengeber
Volatiles Interface Anschluss 498
Headspace-Probengeber, HP 7694
Kommunikation mit ChemStation 749
Kommunikation mit Integrator 749
Kommunikation mit unspezifiziertem Gerät von Drittanbietern 749
Spezifikationen 701
HP Vectra 701

I

Info-Taste 48
Init temp
Ofentemperatur-Programmierung 112
Init time
Ofentemperatur-Programmierung 112
Initial Temp
LED 40
Injektion großer Volumina
Beispiel 434
ChemStation-Anforderungen 431
Injektor
konfigurieren 7683 217
Injektoreinstellungen
Injektion großer Volumina 432
Injektorkonfiguration
Injektion großer Volumina 432
Injektorköpfe
PTV-Einlass 394
Installation 719

Anschluss der Gasleitung 735
Anschluss einer Rohrleitung am Detektor 735
Installation der Düse
FID 552
Installation von gepackten Glassäulen 159
Installation von gepackten Metallsäulen 154
Installation von Kapillarsäulen
Cool-On-Column-Injektor 130
ECD und µ-ECD 139
FPD 142
gespülter Gepacktsäulen-Einlass 131
NPD und FID 134
PTV-Einlass 134
Split/Splitless-Injektor 127
TCD 138
Volatiles Interface 134
Installation von Säulen
Volatiles Interface 484
Installationsarbeiten
Anschluss der Druckluft für Pneumatikventil 741
Druckluft für Pneumatikventil installieren 741
Filter einbauen 731
GC auspacken 725
Installation am Einlassgasanschluss 734
Kabel anschließen 745
Kohlendioxid als Kühlmittel anschließen 738
Kühlmittel anschließen
Kohlendioxid 738
Stickstoff 739
Leitung für flüssigen Stickstoff anschließen 739
Ofenabzug am GC anbringen 726
Rohrleitung am Einlassgasanschluss anschließen 734
Rohrleitung an Gasentnahmestation anschließen 730
Selbstdiagnosetest 728
System auf dem Labortisch aufstellen 726
Instandhaltung, Häufigkeit 29
Integrator
Datenübertragung zum GC 748
Kommunikation mit GC 748
Kommunikation mit Headspace-Probengeber 749
Spezifikationen 701
Integrator von Drittanbietern 748
Isothermischer Ofen 110

K

Kabel
03396-60530, RS-232 749
03396-60570, BCD 749
03396-61010, Remote 748
03396-61020, Remote 748
24540-80012, Modem 748
24540-80012, RS-232 749
24542U, RS-232 749
35900-60670, Remote, Diagramm 751
92268B, LAN 748
Anforderungen, GC-Kommunikation 748
G1530-60560, Analog, Diagramm 750
G1530-60570, Analog 748
G1530-60590, externe Ereignisse 748
G1530-60590, externe Statussignale 752
G1530-60590, externe Statussignale, Diagramm 752
G1530-60600, RS-232 747
G1530-60630, BCD 752
G1530-60930, Remote 748
G1530-61120, Modem 748
G1530-61120, RS-232 749
G1530-61200, APG, Splitter 749
G2614A-60610, HP 2619A Probentellerkabel 748
Verkabelung anderer Geräte mit GC 749
Kalibrierung

EPC 93
Kapillarsäulen
konditionieren 163
Klicken
der Tasten 56
Kohlendioxid
Anschluss am GC 738
für Kryokühlung 715
Kohlenwasserstoff-Filter
Beschreibung 713
Installation 731
Kompensation
Erstellung eines Profils 188
Säule 186
Konditionieren
von Filtern 165
von gepackten Säulen 164
von Kapillarsäulen 163
von Säulen 162
erste Schritte 162
Konfiguration
Definition 70
der Sollwerttabelle 51
des Ofens 109
Einlasssysteme ohne EPC 508
Gerät 58
Injektor
HP 7683 217
Makeup-Gas 529
PTV-Einlass 397
Säule 72
Trägergas 75
Volatiles Interface
Direkt-Modus 479
von Ventilen 226
Konfiguration des GC 754
konstanter Druck 76
konstanter Fluss 76
Kryokühlung
Anforderungen 714
Anschluss von flüssigem Kohlendioxid 738
Anschluss von flüssigem Stickstoff 739
Kohlendioxid 715
Ofen 120
Ofensollwert 120
Stickstoff 716
Kühlung
Ofen 120
Kupferrohrleitung
Anschluss an Detektor 735
Anschluss an Gasentnahmestation 730
Anschluss für Kryokühlung 739
Empfehlungen 711
Installation am Einlassgasanschluss 734

L

Laden
der Standardmethode 209
einer Methode 208
einer Sequenz 244
Standardparameter 63
LAN
Kabel 748
Laufzeit
Bearbeiten der Ereignisse 197
Hinzufügen von Ereignissen 196
Löschen von Ereignissen 197
maximal 112
Programmierung 193, 194
Leckagen
Prüfung auf 737
Leckbeseitigung
Cool-On-Column-Einlass 388
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 357
Split/Splitless-Einlass 334
Volatiles Interface 496
Lecktest
Cool-On-Column-Einlass 387
Gasversorgung 386

ECD 643
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen
EPC 353
Gasversorgung 352
nicht EPC 355
Pneumatics Control Modul
Gasversorgung 9
Pneumatik-Steuer-Modul
Gasversorgung 521
PTV-Einlass 453
Gasversorgung 452
Punkte für Lecks 456
Split/Splitless-Einlass
EPC 330
Gasversorgung 329
nicht EPC 332
Volatiles Interface 493
Gasversorgung 493
Vorbereitung 495
Leitungen 732
Leser
Strichcode 219
Lineargeschwindigkeit 77
Linearität
ECD 632
FPD 649
Liner
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 338, 339
PTV-Einlass 448
Austausch 449
Split/Splitless-Einlass 304
Lit Offset
FID 536
FPD 655
Load-Taste 62
Löschen
einer Methode 211
einer Sequenz 245
Lösungsmittelpeak
NPD, Wasserstoff ausschalten 592
Luftfeuchtigkeit
Spezifikation 697

M

Makeup-Gas
EPC-Detektoren 528
Fluss 528
Flussmodi 529
Konfiguration 529
NPD 594
Manuelle Probenaufgabe
Cool-On-Column-Einlass
gekühlte Nadelführung 370
Septumhalterung 369
Massenselektiver Detektor
Kommunikation mit ChemStation 749
Kommunikation mit GC 748
Spezifikationen 701
Meldungen 38, 251
Merlin Microseal 447
Methode
auflisten 211
bearbeiten 210
Definition 205
erstellen 206
laden 208
Laden der Standardmethode 209
löschen 211
speichern 207
Unverträglichkeit 209
Method-Taste 62
Mode/Type-Taste 59
Modem
Kommunikation mit ChemStation 749
Schnittstelle für Datenübertragung 746
Modemkabel
24540-80012 748
G1530-61120 748
Molsieb-Filter
Beschreibung 713

Installation 731

N

Nadelgröße
Cool-On-Column-Einlass 369
Nadeln
Quarz
Cool-On-Column-Einlass 378, 379
Netzkabel, Anforderungen 703
Netzspannung
Anforderungen 702
nach Ländern 704
Normaler Ofen
Leistungsbedarf 701
Not Ready
LED 40
Nullabgleich
Für Fluss- und Drucksensoren 93
Nullpunkt
digital 183
Signalausgang 179

O

Ofen
Equilibrierzeit 109
Funktionalität 107
isothermisch 110
Konfigurierung 109
Kryokühlung 120
Leistungsbedarf 701
maximale Temperatur 109
schnelle Raten 112
Sicherheit 108
Ofen mit Schnellheizfunktion 701
Ofenabschaltung 108
Ofenabzug
am GC anbringen 726
Benutzung 698
Ofennachführung
Cool-On-Column-Einlass 372
Optionsstaste 55
O-Ring
für gepackte Glassäulen 161
O-Ring-Austausch
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 350
Split/Splitless-Einlass 323, 324
Oven-Taste 44

P

Parameter
für den Einlass 82
Standardwerte 63
Parametertabelle
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 344
Einlasssysteme ohne EPC 509, 510
gepackte Säulen 295
nicht definierte Säulen 295
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 344
PTV-Einlass
Druckstoß-Splitless-Modus 417
Solvent Vent-Modus 427
Splitless-Modus 414
Split-Modus 402
Säule 292
Split/Splitless-Einlass
Druckstoß-Split-Modus 405
Splitbetrieb 307
Split-Druckstoß-Modus 314
Splitless-Betrieb 310
Splitless-Druckstoß-Modus 316
Volatiles Interface
Direkt-Modus 479
Splitless-Modus 469
Split-Modus 462
Patrone zum Auffangen des Split-Abgases ersetzen
Split/Splitless-Einlass 328, 451, 492

Perle
NPD 589, 597
Austausch 609
Spannung 593
Piepton 37, 56
Platzbedarf
GC 699
GC-Systemkonfigurationen 699
Pneumatics Control Modul
Lecktest
Gasversorgung 9
Pneumatik-Steuer-Modul 515, 516
Arbeitsweise, mit einem Ventil oder einem anderem Gerät 519
Betriebsweise mit einem Einlass 518
Lecktest
Gasversorgung 521
Überblick 516
Pneumatikventil
Druckluft anschließen 741
Polarität
WLD 573
Post Run
LED 40
Postrun
einstellen 53
Postsequenz 238, 242
Pre Run
LED 40
Prep Run 297, 298
Automatisch 299
Taste 299
Prep Run-Taste 42
Pres-Taste 45
Prioritätssequenz 238
Probenaufgabeventil 229
Probengeber-Anschluss
Volatiles Interface 498
Programmieren der Ofentemperatur 111
Programmierter Druck 76
Programmierter Fluss 76
Programmierung
Cool-On-Column-Einlass-Temperatur 372
Druck 80
Fluss 80
Laufzeit 193, 194
Ventiltemperatur 223
Zeittabellen 199, 200
PTV-Einlass 392, 440
Abschaltverhalten 399
Aufheizen 395
Austausch des Einlassadapters 440
Beseitigung von Lecks 456
Druckstoß-Modi 404
Druckstoß-Splitless-Modus
nicht definierte Säule 419
Parametertabelle 417
Druckstoß-Split-Modus
definierte Säule 406, 407, 418
Einbau von Säulen 441
Ersatzteile 457
Injektion großer Volumina
Beispiel 434
ChemStation-Anforderungen 431
Injektoreinstellungen 432
Injektorkonfiguration 432
Injektorköpfe 394
Installation von Kapillarsäulen 134
Konfiguration 397
kühlen 397
Lecktest 452
Lecktest des Systems 453
Liner 448
Lineraustausch 449
Punkte für Lecks 456
Septumaustausch 447
Septumfreier Kopf
entfernen 442
reinigen 443
Septumkopf 446
entfernen 446

Solvent Vent-Modus 421
Betriebsablauf 424
definierte Säule 429
Injektion großer Volumina 431
nicht definierte Säule 430
Parametertabelle 427
Start Run 427
Temperatur, Druck und Fluss 423
Zeitablaufdiagramm 426
Splitless-Modus 409
Anfangswerte 414
definierte Säule 415, 416
Parametertabelle 414
Split-Modus 400
definierte Säule 402, 403
Parametertabelle 402
Temperaturen 401
Systemanforderungen 393
Systemkomponenten 393
Teflon-Ferrul
Austausch 445
Temperatur 413
Wartung 440
Purge & Trap-Konzentrator
Volatiles Interface
Anschluss 501

Q

Quenchen
FPD 650

R

Radix type 57
Ramp #-Taste 47
Rate
LED 40
Ofentemperatur-Programmierung 112
schnelle 112
Rechner
Spezifikationen 701
Rechner von Drittanbietern
Kabel 35900-60670 (2 m) 748
Kabel 35900-60920 (5 m) 748
Kabel 35900-60930 (0.5 m) 748
Spezifikationen 701
Referenz-Gas
WLD-Fluss 572
Reinigung
Cool-On-Column-Einlass 383
Düsen, NPD 624
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 358
Septumfreier Kopf 443
Split/Splitless-Einlass 335
Volatiles Interface 489
Remote
siehe Fernsteuerung 746
Remote LED 40
Remote-Start/Stop
Communication port 746
Kabel 03396-61010 748
Kabel 03396-61020 748
Kabel 35900-60670 751
Kabel 35900-60670, Anschlüsse 751
Kabel G1530-60930 748
Universalkabel 35900-60670 (2 m) 748
Universalkabel 35900-60920 (5 m) 748
Universalkabel 35900-60930 (0,5 m) 748
Rohrleitungen
für Gaszufuhr 711
RS-232 746, 747, 749
Run LED 40
Run Log LED 40
Run Log-Taste 54
Run Table-Taste 62

S

Sample Tray-Taste 62
Sauerstoff-Filter
Beschreibung 713

Installation 731
Säule
Abmessungen und Flussrate 78
Auswahl des Modus 77
gepackte Glas-
Installation 159
gepackte Metallsäulen
Anschlüsse 146
Ferrulen 155
Herstellen eines Spacers 150
Installation 154
Installation von Ferrulen 152
Vorbereitung 149
gepackte Säule
konditionieren 164
Kapillarsäulen
Aufhängung 124
Ferrulen 145
Vorbereitung 125
konditionieren 162
Konfiguration 72
Parametertabelle 292
PTV-Einlass
Installation 441
Säulen
Modi 76
Volatiles Interface
Installation 484
Säulenabschaltung 68
Säulenkompensation 186
Ausgabe des Profils 190
Durchführen eines Laufes 188
einzelne Säule 186
Säulenkompensationsprofil 188
Schalter
Einstellen des GC ALS 754
Schaltereinstellung
GC ALS 754
Schnellabkühlung (CryoBlast)
Cool-On-Column-Einlass 372
Schnelle Kühlung auf den Ofensollwert 121
Selbstdiagnosetest 728
Septumaustausch
Cool-On-Column-Einlass 367, 380, 381
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 347
PTV-Einlass 447
Split/Splitless-Einlass 320
Septumbefestigung 303
Septumfreier Kopf
PTV-Einlass
entfernen 442
reinigen 443
Septumhalterung
Cool-On-Column-Einlass 365, 383, 384
Austausch 367
Septumkopf
PTV-Einlass 446
entfernen 446
Septumspülung 300
Seq Control-Taste 62
Seq-Taste 62
Sequenz
abbrechen 249
anhalten und fortführen 247
bearbeiten 245
Definition 235
Steuerungstabelle 235
erstellen 239
Integrator 250
laden 244
löschen 245
Postsequenz 238, 242
Prioritätssequenz 238
speichern 243
starten & durchführen 247
Steuerungstabelle 235, 246
stoppen 248
Untersequenz
Definition 239
Untersequenz für Probengeber erstellen 240

Untersequenz für Ventile erstellen 241
Sicherheit
ECD 631
Sicherungen 29
Signal
analog 179
Ausgangspegel 181
Cerity/ChemStation 185
digital speichern 183
Nullpunkteinstellung 179
Steuerungstabelle 175
Type 175
Umrechnung 176
Value 175
Signal n-Tasten 44
Sollwerte 37
7683
Probenteller 219
Ofentemperatur-Programmierung 112
Solvent Vent-Modus
Injektion großer Volumina
ChemStation-Anforderungen 431
PTV-Einlass
definierte Säule 429
Injektion großer Volumina 431
nicht definierte Säule 430
Parametertabelle 427
Spacer für gepackte Metallsäulen 150
Spannung
nach Ländern 704
Speichern
einer Methode 207
einer Sequenz 243
Spezifikationen 701
A/D-Wandler, 35900 701
ChemStation 701
Headspace-Probengeber, 7694 701
Integrator, 3395 und 3396 701
Massenselektiver Detektor, 5972A 701
Ofen 701
Ofen mit Schnellaufheizung 701
PC 701
Vectra 701
Split/Splitless-Einlass 302, 303
Austausch der Basisdichtung 326
Austausch des O-Ringes 323
Austausch des O-Rings 324
Austausch des Septums 320
Befestigung des Septums 303
Beseitigung von Lecks 334
Druck 303
Druckstoß-Modi 313
Druckstoß-Split-Modus
Parametertabelle 405
Lecktest 329
EPC 330
nicht EPC 332
Liner 304
ohne EPC 510
Patrone zum Auffangen des Split-Abgases ersetzen 328, 451, 492
Reinigung 335
Splitbetrieb 306
Parametertabelle 307
Split-Druckstoß-Modus 315
Parametertabelle 314
Splitless-Betrieb 309
definierte Säule 312
nicht definierte Säule 313
Parameter 311
Parametertabelle 310
Splitless-Druckstoß-Modus 317
Parametertabelle 316
Splitless-Modus
ohne EPC 513
Split-Modus
ohne EPC 511
Wartung 319
Split/Splitless-Injektor
Installation von Kapillarsäulen 127
Splitbetrieb

Split/Splitless-Einlass
definierte Säule 307
nicht definierte Säule 308
Splitleitung
Volatiles Interface
Entfernen 476
Splitless-Betrieb
Split/Splitless-Einlass
definierte Säule 312
nicht definierte Säule 313
Splitless-Modus
PTV-Einlass 409
Anfangswerte 414
definierte Säule 415, 416
Split/Splitless-Einlass 309
Volatiles Interface 468, 472
Split-Modus
PTV-Einlass 400
definierte Säule 402, 403
Split/Splitless-Einlass 306
Volatiles Interface 461
definierte Säule 466
nicht definierte Säule 467
Parameter 464, 472, 481
Standardmethode 209
Standardparameter 63
Start Run
PTV-Einlass
Solvent Vent-Modus 427
Starten einer Sequenz 247
Statustabelle 49
Statustabelle der Sollwerte 50
Status-Taste 49
Sternchen 36
Steuerungstabelle
automatischer Flüssigprobengeber 7683 215
Definition 24
Detektor 525
FID
EPC 541
für Sequenzen 246
gespeicherte Sequenzen 235
Keyboard und Display 56
µ-ECD 636
NPD
EPC 599
Sequenzdefinitionen 235
Signal 175
Split/Splitless-Einlass 84
Verwendung 25
WLD 577
Stickstoff
Anforderungen für Kryokühlung 716
Anschluss am GC 739
Stickstoff-Phosphor-Detektor 585, 587, 597, 706, 707
Adjust Offset 589
abbrechen 591
Anschluss der Gasleitung 735
ausschalten 591
Austausch der Düse 625
Austausch der Isolatoren und Ringe 614
Datenraten 594
Drücke und Flüsse 598
Düsen 595
Ausbau und Begutachtung 622
Reinigung 624
Reinigung oder Austausch 621
Elektrometer 594
EPC 600
Steuerungstabelle 599
Equilibrierzeit 592
Flüsse 597
Geräteprobleme 606
Installation von Kapillarsäulen 134
Lösungsmittelpeak
Wasserstoff ausschalten 592
Perle 589, 597
Austausch 609
Spannung 593
Referenzchromatogramm 604

Reinigung 614
Temperaturen 597
Testbedingungen 602
Trägergas- und Makeup-Gasflüsse 594
Wartung 605
Wasserstoff aus 592
Zusammenbau 625
Stoppen
einer Sequenz 248
Stoppuhr 53
Stop-Taste 42
Store-Taste 62
Strichcodeleser
mit 7683 219
Strombedarf
maximale Leistungsaufnahme 703
Netzkabel 703
Netzspannungen 703
Ofentyp 703
SWAGELOK-Verschraubungen 732, 758
Lecksuche 737
T-Stücke, Einbau 732
System
Spezifikationen 701
Systemkonfigurationen
Überblick 700

T

Tastatur 41
Verriegelung 56
Tastenklick 56
Teflonband 712
Teflon-Ferrul
PTV-Einlass
Austausch 445
Temp
Ofentemperatur-Programmierung 112
Temperatur
ECD 633
FPD 654
isothermisch 110
normale 69
NPD 597
Ofenmaximum 109
Programmierung 111
PTV-Einlass 413
Solvent Vent-Modus 423
Split-Modus 401
Spezifikation 697
WLD 575
Temperaturprogrammierung
Cool-On-Column-Einlass 372, 373
Temp-Taste 45
Testplot 190
Thermischer Leitfähigkeits-Detektor
Flussraten 575
Makeup-Gas 572
Referenz-Gas 572
Steuerungstabelle 577
Temperaturen 575
Trägergas 572
Thermisches Reinigen
ECD 645
WLD 583
Tieftemperaturbetrieb, GC 697
Time-Taste 52
Trägergas
Anschluss am Einlassgasanschluss 734
Flussrate und Säulenabmessungen 290
Gepackte Säulen 706
Kapillarsäulen 707
NPD 594

U

Überblick
Anforderungen an Kabel 748
GC-Systemkomponenten 701
Rückseite des Gerätes, Abbildung 722
Vorderseite des Gerätes, Abbildung 721
Werkzeuge für die Installation 720
Zubehör für die Installation 720
Übertragungsrate

für Daten 182
Uhrzeit
Bearbeiten der Ereignisse 202
Hinzufügen von Ereignissen 202
Löschen von Ereignissen 203
Umgebungsbedingungen, GC
Luftfeuchtigkeit 697
Temperatur 697
Unbelebte Vorsäule (Retention gap) 371
Untersequenz
Definition 239
für Probengeber
erstellen 240

V

Vakuumkorrektur 74
Valve #-Taste 62
Vectra
Kommunikation mit GC 748
Kommunikation mit Headspace-Probengeber 749
Kommunikation mit massenselektivem Detektor 749
Kommunikation mit Modem 749
Spezifikationen 701
Ventil
Box 222
externe Treiber 225
Heizung 222
interne Treiber 224
Kommunikation mit GC 748
Konfigurierung 226
Multipositionsventil 231
Säulenauswahl 229
Steuerung
über die Tastatur 228
über Ereignis- oder Zeittabellen 228
Treiber 224
Untersequenz
erstellen 241
zur Gasstromauswahl 231
zur Probenaufgabe 229
Ventilantrieb
Anforderungen 718
Ventiltemperatur
Programmierung 223
Verbrauchsmaterial
Liste 720
Verfahren
Anhalten und Fortführen einer Sequenz 247
Aufrufen
Injektoreinstellungen
HP 7683 216
Sollwerte für den Probenteller
HP 7683 219
Ausgabe eines Säulenkompensationsprofils 190
Auswahl des Säulenmodus 77
Auswahl von Fast Peak 182
Auswechseln einer Fritte in der Zusatzversorgung 92
Bearbeiten einer Ereignistabelle 197
Bearbeiten einer gespeicherten Methode 210
Bearbeiten einer gespeicherten Sequenz 245
Bearbeiten von zeitabhängigen Ereignissen 202
Einfügen von Ereignissen in die Tabelle 196
Einstellung
Post Run-Ereignisse 53
Einstellung der durchschnittlichen Lineargeschwindigkeit 79
Einstellung der Einlassparameter 83
Einstellung der Postsequenz-Ereignisse 242
Einstellung des Eingangsdrucks 79
Einstellung des Eingangsflusses 79
Einstellung einer isothermischen Ofentemperatur 110

Einstellung von Zeit und Datum 52
Erstellen einer
Sequenz 239
Erstellen einer Untersequenz für
Probengeber 240
Erstellen einer Untersequenz für
Ventile 241
Erstellen eines Säulenkompensations-
profils 188
Flussratenbestimmung mit einem
Blasen-Flussmeter 99
Hinzufügen von Einträgen in die Zeitta-
belle 202
Installation von gepackten Metall-
säulen
Detektoradapter 153
Herstellen eines Spacers 150
Installation von gepackten Säulen
Ferrulen für Metallsäulen 152
Glassäulen 159
Metallsäulen 154
Installation von Kapillarsäulen
Cool-On-Column-Injektor 130
ECD und µ-ECD 139
FID 134
FPD 142
gespülter Gepacktsäulen-Einlass 131
NPD 134
PTV-Einlass 134
Split/Splitless-Injektor 127
Volatiles Interface 134
Vorbereiten der Säule 125
WLD 138
Konditionieren von Säulen
erste Schritte 162
gepackte Säulen 164
Kapillarsäulen 163
Konfiguration
Injektor
7683 217
Strichcodeleser
7683 219
Konfiguration der Sollwerttabelle 51
Konfiguration des Trägergases 75
Konfiguration einer Kapillarsäule 73
Konfiguration von Ventilen 227
Laden der Standardmethode 209
Laden der Standardparameter 63
Laden einer gespeicherten Methode 208
Laden einer gespeicherten Sequenz 244
Löschen einer gespeicherten Methode
211
Löschen einer gespeicherten Sequenz
245
Löschen von Einträgen aus der
Ereignistabelle 197
Löschen von Einträgen aus einer Zeitta-
belle 203
Nullpunkteinstellung des Signalaus-
ganges 179
Nullpunkteinstellung von Fluss- und
Drucksensoren 95
Programmierung des Säulendrucks 81
Programmierung des Säulenflusses 81
Programmierung einer einzelnen
Rampe 113
Programmierung mehrerer Rampen in
einem Lauf 114
Programmierung von zeitabhängigen
Ereignissen 199
Programmierung von Zeittabellen 199,
200
Speichern einer Sequenz 243
Starten/Durchführen einer Sequenz 247
Stoppen einer Sequenz 248
Ventilsteuerung über die Tastatur 228
Verwendung der Säulenkompensation
188
Verwendung der Stoppuhr 53
Verkabelung 749
Verriegelung

Tastatur 56
Verschraubungen
Lecksuche 737
Verwendung von Wasserstoff 288, 524
Volatiles Interface 460
Beseitigung von Lecks 496
Direkt-Modus 474, 481
Entfernen der Splitleitung 476
Konfiguration 479
Parametertabelle 479
Installation von Säulen 484
Lecktest 493
Gasversorgung 493
Vorbereitung 495
mit Headspace-Probengeber 498
mit Purge & Trap-Konzentrator 501
Probengeber-Anschluss 498
Reinigung oder Austausch 489
Splitleitung
Entfernen 476
Splitless-Modus 468, 472
Parametertabelle 469
Split-Modus 461
definierte Säule 466
nicht definierte Säule 467
Parameter 464, 472, 481
Parametertabelle 462
Überblick 461
Wartung 483
Vorbereiten von gepackten Metallsäulen 149
Vorbereiten von Kapillarsäulen 125
Vorbereitende Arbeiten 695
Vorgehensweise 28
Definieren des Makeup-Gases 529
ECD
Thermisches Reinigen 645
Überprüfen auf Undichtigkeit 643
Verwendung mit EPC 635
Erstellen der Tabelle für die Detektorsteuerung 525
FID
Ausbau des Kollektors 554
Ausbau und Begutachtung der Düse 549
Ersetzen des FID-Zünddrahtes 558
Installation der Düse 552
Reinigung der Düse 551
Reinigung des Kollektors 556
Verändern des Sollwertes für automatisches Wiederanzünden der Flamme 537
Verwendung mit EPC 542
Verwendung schneller Peaks 537
Wiederzusammenbau des Detektors 557
NPD
Ändern der Equilibrierzeit 592
Ausbau und Begutachtung der Düse 622
Austausch der Düse 625
Austausch der Isolatoren und Ringe 614
Austausch der Perleneinheit 609
Einstellung der Datenrate 595
Reinigung der Düse 624
Reinigung des Detektors und Kollektors 614
Verwendung 600
Zusammenbau des Detektors 625
PCM
Einsatz von definierten Kapillarsäulen 521
Einsatz von gepackten und nicht definierten Säulen 520
Split/Splitless
Patrone zum Auffangen des Split-Abgases ersetzen 328, 451, 492
Wechsel der Makeup-Gas-Flussmodi 529

WLD 578
Thermisches Reinigen 583

W

Wärmeleitfähigkeits-Detektor 568
Anschluss der Gasleitung 735
EPC 578
Gasversorgung 706, 707
Installation von Kapillarsäulen 138
Korrektur von Problemen 583
negative Polarität 573
Referenzchromatogramm 582
Testbedingungen 580
thermisches Reinigen 583
Wartung 583
Wasserstoffanalyse 573
Warnhinweise 31, 38
Wartung
Cool-On-Column-Einlass 376
ECD 640
Einlass mit Septumspülung für gepackte Säulen 346
FID 547
NPD 605
PTV-Einlass 440
Split/Splitless-Einlass 319
Volatiles Interface 483
WLD 583
Wasserstoff 288, 524
Analyse von 573
NPD ausschalten während des Lösungsmittelpeaks 592
Wasserstoffabschaltung 67
Werkzeuge
besorgen 697
Liste 720
Wert
aktuell 37
Sollwert 37
Wischtest
ECD 646

Z

Zeit
Einstellung 52
Zeitablaufdiagramm
PTV-Einlass
Solvent Vent-Modus 426
Zeittabellen
Programmierung 199, 200
Zero
analog 179
Zubehör
Liste 720
Zubehörteile
besorgen 697
Zünddraht, FID
Ersetzen 558
Zündung
FID, automatisch 536
FPD 657
Zusatzversorgung 89
Auswechseln der Fritte 92
Zweistufige Druckminderer 712

Vollständiger Index