

# GC

## TROUBLESHOOTING GUIDE





# Zugriff auf GC Ressourcen

Schauen Sie sich unsere Online Tipps & Tools an

**Sie haben sich eine bessere Internet Seite gewünscht. Eine, gefüllt mit technischen Informationen, leicht zu findenden Produkten und nützlichen Hilfsmitteln, um Ihre GC-Arbeit zu erleichtern. Gute Nachricht... sie ist hier!**

- Troubleshooting Kapitel und aufgezeichnete Webinare
- Tausende Applikationen verfügbar - Zugriff und Abspeichern von überall möglich!
- Schauen Sie sich technische Präsentationen und "how to" Videos an
- Legen Sie ein virtuelles Lager für Ihr Labor an
- Testen Sie Tools, welche die Auswahl der richtigen Produkte einfacher machen als je zuvor
- Erhalten Sie gratis Muster und spezielle Angebote

**[www.phenomenex.com/ResourcesGC](http://www.phenomenex.com/ResourcesGC)**

The screenshot displays the Phenomenex website interface. At the top, the Phenomenex logo is visible with the tagline "...breaking with tradition™". Navigation links include "Sign In", "My Dashboard", "Quick Order", and "English". A main navigation bar lists "Products", "Industries", "News and Events", "Application & Support", and "Our Company". A search bar is also present.

The main banner features the headline "Experience the Zebtron Difference" with a list of bullet points: "28 versatile GC column phases", "Low bleed, long lifetimes", and "3 R&D 100 Awards". The Zebtron GC Columns logo is in the top right corner of the banner.

Below the banner, the section "Explore the GC Learning Center" is highlighted, with a sub-header "NEW! Meet Your Pesticide Testing Family". A featured product section for "Zebtron ZB-CLPesticides GC Columns" includes a description: "Get the same results you're used to with your current Restek® Rxi®-CLPesticides columns, with guaranteed quality and dramatic cost savings from Phenomenex." and a "Learn More" button.

The "Featured Resources" section at the bottom shows three items: "GC Pesticide Column Selection Companion Guide", "Zebtron ZB-CLPesticides Product Guide", and "GC Column Selection Guidelines". Each resource is represented by a thumbnail image and a title.

# GC Troubleshooting Guide

# INHALTSVERZEICHNIS

## BEVOR SIE STARTEN 04

## PROBLEME MIT DER BASISLINIE 06

- 07 Bluten
- 07 Drift
- 08 Rauschen
- 09 Sprünge in der Basislinie
- 09 Spikes
- 10 Schwankungen
- 11 Wellen

## PROBLEME MIT DER PEAKFORM 12

- 13 Peaks zu klein
- 14 Abgeschnitten
- 14 Fronting
- 15 Geisterpeaks
- 15 Nicht reproduzierbare Ergebnisse
- 16 Negative Peaks
- 17 Keine Peaks
- 18 Zusätzliche Peaks
- 19 Verlust an Empfindlichkeit
- 19 Split Peaks
- 20 Tailing
- 21 Verschiebungen der Retentionszeit
- 22 Breite Lösungsmittelfront
- 22 Verlust an Auflösung
- 23 Verlust an Trennleistung

## PROBLEME BEI DER SÄULENAUSWAHL 24

- 25 Selektivität und Polarität
- 26 Auswahl der Dimension
- 28 Phasenübersicht
- 30 Querverweistabelle

## VORBEUGUNG VON PROBLEMEN 32

- 33 Injektionstechniken
- 35 Wartungsplan
- 36 Injektorwartung
- 37 Detektorwartung

## SÄULEN PFLEGE & EINSATZ 38

- 39 Säuleninstallation
- 41 Säulenkonditionierung
- 42 Systemkonditionierung

# BEVOR SIE STARTEN

## Ziele & Vorgehensweise

Ein wichtiger Schritt im Troubleshooting ist es, das Problem zu erkennen. Das ist die beste systematische Vorgehensweise; wenn die Ursache des Problems bekannt ist, wird es einfacher sein eine logische Lösung zu finden. Das Problem zu verstehen kann Ihnen auch helfen, die Analyse oder Pflegegewohnheiten anzupassen, um das Problem in der Zukunft zu vermeiden. Vorbeugung ist meistens die beste, kostengünstigste Lösung!

### Gewöhnliche Troubleshooting Vorgehensweisen



Alles zu ändern bezogen auf das Problem, ermöglicht es Abhilfe zu schaffen, wird aber nicht dazu führen die Lösung richtig zu verstehen. Langfristig gesehen, wird dies aufwendiger als andere Vorgehensweisen.



Eingrenzen oder Ausschließen von Teilen des Systems, sollten zu einem guten Anfangspunkt führen, um die Ursachen des Problems zu bestimmen, aber ermöglichen es nicht zwangsläufig, das Problem auch in der Zukunft zu lösen oder zu vermeiden.



Eine systematische Vorgehensweise beinhaltet das chromatographische System von einem Ende zum anderen zu überprüfen, das Problem zu isolieren, zu lernen was falsch gelaufen ist, das Problem zu beheben und es dann vorzubeugen. Das ist die empfohlene Vorgehensweise!

### Vorbeugung von Problemen

Zahlreiche GC Probleme können vermieden werden, wenn die Säule und das System regelmäßig gewartet werden. Das Kapitel Vorbeugung von Problemen (siehe Seite 32) behandelt, die am häufigsten auftretenden Fehler und zeigt Wege, wie durch Prävention solche Fehler auf ein Minimum reduziert werden können. Diese entsprechenden Vorschläge sollten auf Ihr GC-System und die Säule angepasst werden und als Teil der Routinetätigkeit in Ihre Laborarbeit einfließen.

## Troubleshooting Hilfsmittel

### Was vorhanden sein sollte

Sind ein Instrumenten-Handbuch und folgende Hilfsmittel vorhanden:

- Durchflussmesser mit einem Bereich von 10 bis 500 ml/min
- Neue Spritzen
- Nicht –retinierte, detektierbare Verbindungen wie Methan oder Propan
- Septen, Ferrules, Liner und andere Verbrauchsmaterialien
- Elektronischer Leck-Detektor
- Referenzproben
- Referenzsäule mit bekannter Trennleistung

# BEVOR SIE STARTEN

## Tipps für effektive Problembehebung

---

- Bei Auftreten eines Troubleshootings, schauen Sie, ob kürzlich etwas verändert wurde, vor allem wenn das System zuvor noch funktionierte. Wurde etwas ausgetauscht, was nun das Problem verursacht? Kann der Wechsel rückgängig gemacht und die ursprüngliche Trennleistung wieder hergestellt werden?
- Versuchen Sie, die eine spezifische Problemursache zu finden, um die Änderungen, die am System durchgeführt werden müssen, zu minimieren, so dass keine weiteren Störungen dadurch auftreten. Das macht es auch einfacher das Problem in der Zukunft zu vermeiden und die Zeit für Fehlersuche zukünftig zu kürzen, falls ein ähnlicher Fall auftritt.
- Denken Sie daran, jeden Bereich des Systems zu überprüfen. Übersehen Sie nicht das Wesentliche. Wenn Sie zum Beispiel keine Peaks sehen, könnte der Make Up Fluss zum Detektor ausgeschaltet oder die Spritze verstopft sein. Wurde die Probenvorbereitung verändert? Falls möglich, untersuchen Sie die Proben auf einem anderen GC-System.
- Bewahren Sie gute Ergebnisse nach Behebung eines Problems, die Sie kürzlich verzeichnen konnten, auf und notieren Sie die Systemparameter (Temperatur, Flussrate, eingesetzte Säule, etc.). Regelmäßige Systemwartungen (Linerwechsel, Detektorreinigung, usw.) sind ebenfalls wichtig.

### Zusätzliche Hilfe

- Die Anwender- und Servicehandbücher für das System sollten hinzugezogen werden. Diese enthalten Diagrammen und Troubleshootings für spezifische Modelle. Angegebene Artikelnummern erleichtern das Bestellen von Ersatzteilen.
- Andere Kollegen im Labor können bereits Erfahrung mit einem ähnlichen Problem haben, welches Sie gerade beschäftigt. Fragen Sie diese um Rat.
- Oftmals kann der Gerätehersteller Ihnen helfen. Viele GC Lieferanten bieten Ihren Kunden einen kostenlosen technischen Service an. Phenomenex hat erfahrene Technische Kundenberater, die Sie bei jedem Problem unterstützen. Wir freuen uns auf Ihre Anrufe oder E-Mails.

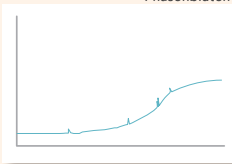
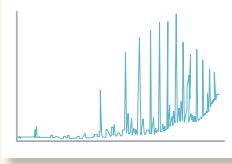
# PROBLEME MIT DER BASISLINIE

---



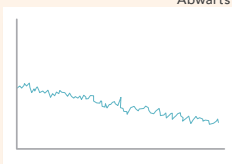
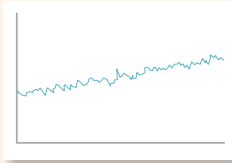
# PROBLEME MIT DER BASISLINIE

## Phasenbluten

Symptome	Mögliche Ursache	Lösungsvorschlag
<p>Phasenbluten</p> 	<p>Falsche Konditionierung der Säule.</p> <p>Verunreinigte Säule.</p> <p>Verunreinigter Injektor.</p> <p>Leck im System verursacht Oxidation der Phase.</p>	<p>Konditionieren Sie die Säule richtig. <i>Siehe Installation der Säule.</i></p> <p>Hier gibt es mehrere Möglichkeiten:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Die Säule kürzen</li> <li>– Die Säule ausbacken</li> <li>– Die Säule mit Lösungsmittel spülen</li> <li>– Die Säule ersetzen</li> </ul> <p>Warten Sie den Injektor – Reinigen Sie den Injektor, wechseln Sie den Liner, wechseln Sie die Glaswolle. <i>Siehe Wartung des Injektors.</i></p> <p>Prüfen Sie auf Lecks im System. Ziehen Sie Anschlüsse an, bzw. wechseln Sie die Verbindungen. Tauschen Sie Dichtungen und Filter aus. Wenn die Säule stark beschädigt ist, diese austauschen. <i>Siehe Installation der Säule.</i></p>
<p>Septumbluten</p> 	<p>Septum ist nicht konditioniert.</p> <p>Abrieb vom Septum ist im Injektor.</p>	<p>Konditionieren Sie das Septum vor der Analyse oder verwenden Sie ein vorkonditioniertes Septum. Prüfen Sie die zulässige Temperatur für das Septum. Sie sollte ausreichend für die maximalen Temperaturen Ihrer Methode sein.</p> <p>Entfernen Sie den Abrieb aus dem Injektor. Prüfen Sie die Verschraubung des Septums und stellen Sie sicher, dass sie nicht zu stark angezogen ist. Prüfen Sie die Injektorspritze auf Beschädigung oder Verformung der Nadel und ersetzen Sie sie gegebenenfalls.</p>

## Drift

Langsame Verschiebung der Basislinie in eine Richtung (entweder auf oder ab).

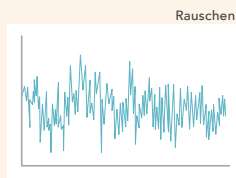
Symptome	Mögliche Ursache	Lösungsvorschlag
<p>Abwärts</p> 	<p>Abwärtsdrift für einige Minuten ist durchaus normal, wenn eine neue Säule installiert wurde.</p> <p>Detektor und Ofen nicht ausreichend äquilibriert.</p> <p>Abwärtsdrift kommt häufig vor, aufgrund des "Ausbackens" von Verunreinigungen von der Säule oder anderen Teilen im GC.</p>	<p>Erhöhen Sie die Ofentemperatur auf die maximale isotherme Temperatur für die Säule. Halten Sie diese Temperatur bis Sie eine stabile Basislinie beobachten. Wenn das Detektorsignal weiter ansteigt und nicht innerhalb von 10 min sinkt, kühlen Sie die Säule unverzüglich ab und suchen Sie nach undichten Stellen. <i>Siehe Installation der Säule.</i></p> <p>Nehmen Sie sich ausreichend Zeit für die (Temperatur) Äquilibrierung von Detektor und Ofen.</p> <p>Entfernen Sie die Verunreinigungen. <i>Siehe Detektor Wartung.</i></p>
<p>Aufwärts</p> 	<p>Stationäre Phase der GC Säule stark beschädigt.</p> <p>Schwankungen im Gasfluss.</p>	<p>Bestimmen Sie die Ursache für das Säulenversagen. Dies könnte durch Verunreinigungen im Trägergas oder zu hohe Temperaturen kommen. Austausch der Säule. <i>Siehe Installation der Säule.</i></p> <p>Reinigen oder wechseln Sie den Fluss- oder Druckregulator. Einstellen des Druckes. <i>Siehe Installation der Säule.</i></p>

# PROBLEME MIT DER BASISLINIE

## Rauschen

Rasche willkürliche Bewegungen der Signalamplituden.

### Symptome



### Mögliche Ursache

Die Säule reicht zu tief in die Flamme des FID, NPD oder FPD Detektors.

Ein Luftleck kann Rauschen am ECD und TCD Detektor hervorrufen.

Falsche Brenngase oder Flussraten können ein Rauschen beim FID, NPD oder FPD Detektor erzeugen.

Verunreinigter Injektor.

Verunreinigte Säule.

Drift im Gasfluss.

Detektor defekt.

### Lösungsvorschlag

Wiedereinbau der Säule. Stellen Sie sicher, dass die Säule die richtige Einbautiefe im Detektor hat, so wie im Benutzerhandbuch des Gerätes spezifiziert. [Siehe Installation der Säule.](#)

Beheben Sie das Leck.

Stellen Sie sicher, dass die Gase die richtige Reinheitsklasse haben, sowohl sauber als trocken. Einstellen des Gasflusses auf die passenden Werte.

Injektor reinigen. Inlet Liner austauschen. Glaswolle austauschen. [Siehe Injektor Wartung.](#)

Die Säule ausheizen. Ca. 10 cm vom Säulen Anfang abschneiden. Die Säule mit Lösungsmittel spülen oder austauschen. [Siehe Installation der Säule.](#)

Reinigen und/oder Austauschen von Teilen wenn nötig. [Siehe Detektor Wartung.](#)

Kontaktieren Sie den GC Systemhersteller.



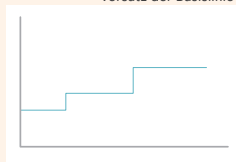


# PROBLEME MIT DER BASISLINIE

## Sprünge in der Basislinie

### Symptome

Versatz der Basislinie



### Mögliche Ursache

Veränderungen der Netzspannung.

Schlechte elektrische Verbindung.

Verunreinigter Injektor.

Verunreinigte Säule.

Die Säule reicht zu tief in die Flamme des FID, NPD oder FPD Detektors.

Verunreinigter Detektor.

Gasgenerator.

### Lösungsvorschlag

Aufzeichnen der Netzspannung um einen Zusammenhang mit den Sprüngen zu überprüfen. Wenn ein Zusammenhang beobachtet werden kann, installieren Sie einen Spannungsregler.

Verbindungskabel überprüfen. Festziehen von lockeren Anschlüssen. Reinigen Sie verschmutzte oder korrodierte Stellen.

Injektor reinigen. Inlet Liner austauschen. Glaswolle austauschen. [Siehe Injektor Wartung.](#)

Die Säule ausheizen. Ca. 10 cm vom Säulenansatz abschneiden. Die Säule mit Lösungsmittel spülen oder austauschen. [Siehe Installation der Säule.](#)

Wiedereinbau der Säule. Stellen Sie sicher, dass die Säule die richtige Einbautiefe im Detektor hat, so wie im Benutzerhandbuch des Gerätes spezifiziert. [Siehe Installation der Säule.](#)

Detektor reinigen. [Siehe Detektor Wartung.](#)

Schwankungen in der Basislinie, können beim Ein- und Ausschalten des Generators auftreten. Bringen Sie einen Behälter mit geeignetem Volumen an, um Druckschwankungen abzuf puffern.

## Spikes Peaks ohne Fläche, entweder positiv oder negativ.

### Symptome

Spikes



### Mögliche Ursache

Elektrischen Störungen gelangen über das Stromkabel in das Chromatogramm.

Staubteilchen gelangen in den Detektor.

Druck kann sich aufbauen und Gas durch ein Septum entweichen, wodurch sich der Druck nachfolgend an der Stelle wo das Ausströmen stattfindet, reduziert.

Lockere, verschmutzte oder korrodierte elektrische Stellen im Detektor oder an Verbindungen entlang des Signalweges können Spikes verursachen.

### Lösungsvorschlag

Versuchen Sie Spikes mit Vorkommnissen an benachbarten Geräten des Detektors in Beziehung zu setzen. Regelmäßige Intervalle liefern oft Hinweise. Schalten Sie die benachbarten Geräte aus oder stellen Sie diese um. Falls erforderlich, installieren Sie einen Spannungsregulator.

Reinigen Sie den Detektor und beseitigen Sie die Quelle für das Eindringen der Partikel. Eine saubere Wasserstoff Flamme ist unsichtbar. Viele organische Stoffe verursachen eine Gelbfärbung der Flamme. [Siehe Detektor Wartung.](#)

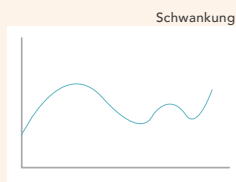
Undichte Dichtung festziehen.

Verbindungskabel überprüfen. Festziehen von lockeren Anschlüssen. Reinigen Sie verschmutzten oder korrodierten Stellen. Tauschen Sie stark korrodierte Teile des FID's aus.

# PROBLEME MIT DER BASISLINIE

## Schwankung Niederfrequentes Rauschen.

### Symptome



### Mögliche Ursache

Wanderung der Basislinie kann durch Veränderung der Umgebungsbedingungen hervorgerufen werden, wie z.B. Temperatur, Schwankungen der elektrischen Spannung.

Unzureichende Temperaturkontrolle. Überprüfen Sie ob Veränderungen in Zusammenhang mit Schwankungen in der Basislinie gebracht werden können.

Eine wandernde Basislinie bei isothermen Bedingungen könnte durch ein verunreinigtes Trägergas begründet sein.

Verunreinigter Injektor.

Verunreinigte Säule.

Schlechte Kontrolle des Gasflusses.

### Lösungsvorschlag

Versuchen Sie einen Zusammenhang zwischen Wanderung und Umgebungsbedingungen zu ermitteln. Sollte eine Zuordnung beobachtet werden können, wissen Sie was zu tun ist.

Messen Sie die Detektortemperatur. Überprüfen Sie den Detektor, wenn ein TCD verwendet wird.

Wechsel des Trägergases oder der Gas-Reinigungsfall.

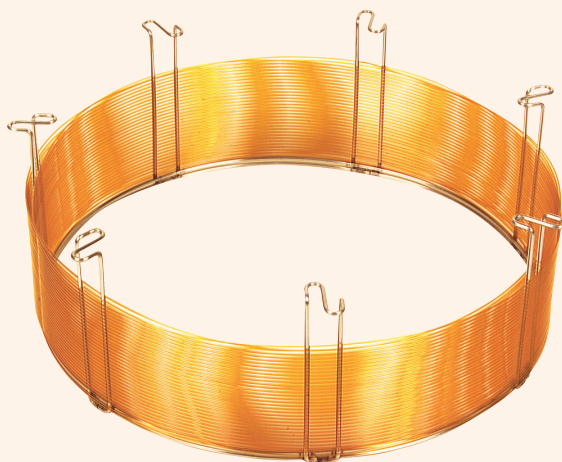
Injektor reinigen. Inlet Liner austauschen. Glaswolle austauschen.

[Siehe Injektor Wartung.](#)

Die Säule ausheizen. Ca. 10 cm vom Säulen Anfang abschneiden. Die Säule mit Lösungsmittel spülen oder austauschen.

[Siehe Installation der Säule.](#)

Reinigen oder Austauschen des Flussreglers.

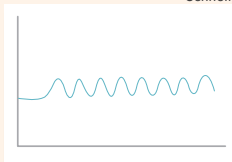


# PROBLEME MIT DER BASISLINIE

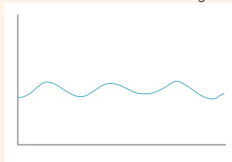
**Wellen** Schwankungen der Basislinie, die sich vom typischen Rauschen unterscheiden.

## Symptome

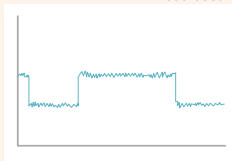
Schnell



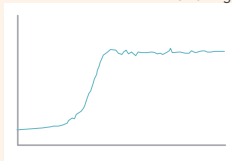
Langsam



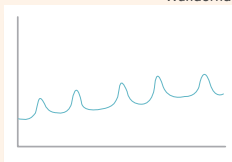
Quadratisch



S-förmig



Wandernd



## Mögliche Ursache

Probleme mit dem Detektor.

Schwankungen des Gasdruckes.

Verstellte Säulenschaltventile oder Probenaufgabeventile.

Wechselstromschwankungen; Interferenzen von anderer angeschlossener Ausrüstung.

Übermässiges Säulenbluten.

Sauerstoff beschädigt die stationäre Phase der Säule.

Verunreinigungen während der isothermen Teile des Analysenlaufs.

## Lösungsvorschlag

Das Ausheizen des Detektors bei der Maximaltemperatur (450 °C für einen FID) für 30 bis 60 Minuten kann die Probleme kurzzeitig beseitigen. Um längerfristig Ruhe zu haben, den Detektor physisch reinigen.

Der Druck im Gasbehälter schwankt und verursacht einen kurzfristigen Abfall des Flusses. Das Einsetzen eines zweistufigen Reglers kann die Druckschwankungen minimieren und dabei helfen, das Problem zu beseitigen.

Flüsse nachmessen, überprüfen und korrigieren.

Verwenden Sie eine individuelle Wechselstromquelle mit ausreichender Leistung.

Auf zulässige Maximaltemperatur der Säule achten. Die Säule neu konditionieren. Falls die Säule irreparabel beschädigt ist, die Säule austauschen.

Installieren Sie Sauerstofffallen oder überprüfen Sie die Sauerstofffallen. Prüfen Sie das System auf Lecks, durch die Sauerstoff eindringen könnte.

Die Säule trennt die Verunreinigungen (in der Regel Siloxane und Kohlenwasserstoffe) als Peaks. Wechseln der Proben, der Waschlösungsmittel, der Liner, der Goldichtungen und manchmal der Spritze können erforderlich sein, um die Verunreinigungen zu beseitigen.

# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

---

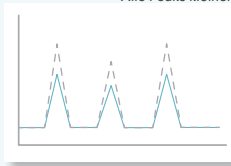


# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

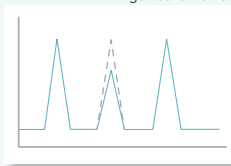
## Peaks zu klein Einige oder alle Peaks sind zu klein.

### Symptome

Alle Peaks kleiner



Einige Peaks kleiner



### Mögliche Ursache

Defekte oder verstopfte Spritze.

Perforierte Septen oder größere Lecks am Injektor oder im Gasstrom. Schlechte Peakformen werden in der Regel durch größere Lecks verursacht.

Der Spülfluss (Purge Flow) oder das Splitverhältnis ist zu groß.

Die Temperatur des Injektors und/oder der Säule ist für hochmolekulare oder schwer flüchtige Verbindungen zu niedrig.

Der NPD-Detektor kann durch Säulenbluten oder restliche Derivatisierungsreagenzien mit Siliziumdioxid überzogen sein.

NPD-Detektor durch Verlust an Rubidiumsalm beschädigt. Der Verlust kann durch Überhitzung, Erhitzen in Abwesenheit sauberen Gases oder durch Feuchtigkeit verursacht werden.

Wenn bei splitloser Injektion das Split-Ventil zu kurz geschlossen ist oder die Säulentemperatur am Anfang zu hoch ist, kann das das Refokussieren der Probe verhindern.

Probe und Detektor passen nicht zusammen.

Ungeeignete Signalverstärkung.

Probe nicht geeignet.

Aktivität im Inlet Liner oder in der Säule, wenn es sich bei dem reduzierten Peak um eine aktive Verbindung handelt.

Leck im Injektor, wenn es sich bei dem reduzierten Peak um eine eher flüchtige Verbindung handelt.

Anfangstemperatur für splitless oder On-Column-Injektion zu hoch.

Analyten zersetzen sich oder brechen durch, falls es sich um aktive oder thermisch labile Verbindungen handelt.

### Lösungsvorschlag

Probieren Sie eine neue oder erprobte Spritze.

Finden und beseitigen Sie die Lecks. Passen Sie den Gasfluss an. *Siehe Anschluss der Säule.*

Korrigieren Sie den Gasfluss.

Erhöhen Sie die Temperatur des Injektors und/oder der Säule.

Ersetzen Sie das aktive Element. Vermeiden Sie den Kontakt mit siliziumhaltigen Verbindungen.

Ersetzen Sie das aktive Element. Schalten Sie den Detektor immer aus, wenn der Gasstrom unterbrochen ist. Vermeiden Sie ein Überhitzen. Halten Sie das Element warm (150 °C), wenn es nicht genutzt wird. Verwenden Sie einen Exsikkator für eine längere Lagerung.

Verlängern Sie die Zeit in der das Split-Ventil geschlossen ist. Verringern Sie die anfängliche Säulentemperatur oder verwenden Sie ein weniger flüchtiges Lösungsmittel, damit die Anfangstemperatur unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels liegt.

Stellen Sie sicher, dass der Detektor auf die Analyten anspricht.

Prüfen Sie die Signalstärke des Ausgangs.

Prüfen Sie die Konzentration und Stabilität der Probe.

Reinigen oder wechseln Sie den Liner. Stellen Sie sicher, dass eine inerte Säule verwendet wird. Wenn nötig, tauschen Sie die Säule aus. *Siehe Installation der Säule.*

Finden und reparieren Sie die Lecks und passen sie den Gasstrom an.

Reduzieren Sie die anfängliche Säulentemperatur.

Verwenden Sie ein höher siedendes Lösungsmittel.

Überprüfen Sie den Zustand der Probe.

Bei thermischer Labilität, erniedrigen Sie die Temperatur und verwenden Sie die On-Column-Injektion, eine Säule mit dünnerem Film, eine kürzere Säule oder eine höhere Trägergas Flussrate. Bei aktiven Verbindungen, stellen Sie sicher, dass eine inerte Säule verwendet wird. Falls erforderlich tauschen Sie die Säule aus. *Siehe Installation der Säule.*

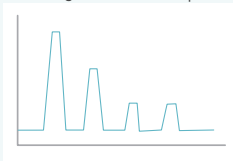
# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

## Abgeschnitten

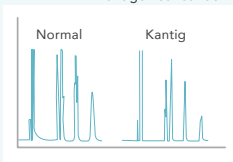
Peakspitzen abgeschnitten oder Peakbanden kantig/rechteckig.

### Symptome

Abgeschnittene Peakspitzen



Kantige Peakbanden



### Mögliche Ursache

Der Detektor ist überladen. Die breiten Peaks haben eine abgerundete Spitze oder ein Flachdach.

Überladung der Signalverarbeitung. Die Peakspitzen sind zum flachen Dach abgeschnitten.

Detektor, Rekorder oder Integrator sind zu niedrig eingestellt. Detektorsignal driftet unter Null.

### Lösungsvorschlag

Reduzieren Sie das Probenvolumen, verdünnen Sie die Probe, Wechsel von Splitless zu Split oder Split-Verhältnis erhöhen.

Dämpfen Sie den Detektorausgang, reduzieren Sie das Probenvolumen oder verwenden Sie einen Split.

Richtig auf Null einstellen. Überprüfen Sie die Detektoranschlüsse und setzen Sie den Nullwert der Basislinie auf 5% des Originalmaßstabes. Überprüfen Sie die Integratorgrenze und passen Sie diese entsprechend an.

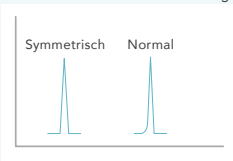
Verwenden Sie eine Auto-Zero Funktion.

## Fronting

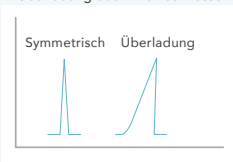
Moderate bis schwere Asymmetrie am Anfang oder auf der linken Seite des Peaks.

### Symptome

Leichtes Fronting



Überladung oder "Haifischflosse"



### Mögliche Ursache

Fehlerhafter Einbau der Säule.

Die Probe kondensiert im Injektor oder auf der Säule.

Säule ist überladen, aufgrund des Injektionsvolumen und Split Verhältnisses.

Unpassende Polarität.

### Lösungsvorschlag

Wiedereinbau der Säule.  
*Siehe Installation der Säule.*

Überprüfen Sie die Injektor- und Ofentemperatur mit einem angemessenen Thermometer und erhöhen Sie diese, wenn erforderlich. Stellen Sie sicher, dass die Temperatur die maximale Temperaturgrenze der Säule nicht übersteigt.

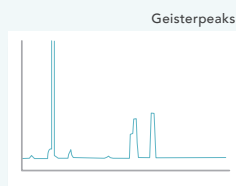
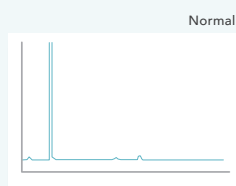
Reduzieren Sie das Injektionsvolumen; Wechsel von Splitless zu Split oder erhöhen Sie das Splitverhältnis. Verwenden Sie eine Säule mit höherer Kapazität. Säulen mit größerem Durchmesser oder dickerer Phase besitzen im Allgemeinen eine höhere Kapazität. Dabei kann sich die Auflösung der Peaks etwas reduzieren.

Polare Substanzen haben eine geringere Konzentrationskapazität auf einer unpolaren Phase und umgekehrt. Wählen Sie eine Phase mit geeigneter Polarität und Selektivität für Ihre Probe.

# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

## Geisterpeaks Peaks die auftreten, auch wenn keine Probe ins System injiziert wurde.

### Symptome



### Mögliche Ursache

Überreste der vorherigen Probe befinden sich im Liner oder auf der Säule und werden höchstwahrscheinlich erst durch eine Erhöhung der Injektor- oder Säulentemperatur sichtbar.

Expandierte Probe überschreitet das Volumen des Injektor Liners. Diese Dämpfe können in Kontakt mit kälteren Stellen wie z.B. Septum oder Gas Inlet zum Injektor kommen, so dass weniger flüchtige Verbindungen kondensieren. Diese Kondensate können wiederum später verdampfen und mit nachfolgenden Analysen interferieren und dabei Geister Peaks erzeugen.

Septumbluten oder Fragmente vom Septum sind in den Injektor oder Liner gelangt.

Verunreinigte Spritze.

### Lösungsvorschlag

Erhöhen Sie die Endtemperatur und verlängern Sie die Laufzeit, so dass die vorherige Probe komplett herunterkommen kann. Wenn Geisterpeaks weiterhin auftreten, reinigen Sie den Injektor.

*Siehe Injektor Wartung.*

Konditionieren Sie die Säule bei einer höheren Temperatur, die jedoch unterhalb der maximalen isothermen Temperatur für die Säule liegt. Ca. 10 cm vom Säulenansatz abschneiden oder die Säule umdrehen, bevor diese neu konditioniert wird. Die Säule mit Lösungsmittel spülen oder austauschen.

*Siehe Installation der Säule.*

Minimieren des Backflash durch Verwendung von:

- Septumspülung
- Kleineres Injektionsvolumen
- Größeren Liner
- Optimale Injektor Temperatur
- Pulsed Pressure Programm
- Erhöhung des Split-Verhältnisses

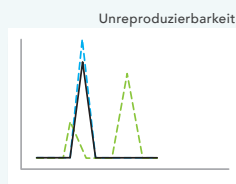
Reinigen Sie den Injektor. Wechseln Sie den Liner oder die Glaswolle, wechseln Sie das Septum. *Siehe Injektor Wartung.*

Austausch der Spritze.

## Nicht reproduzierbare Ergebnisse

Peakhöhen, Flächen und Retentionszeiten variieren von Injektion zu Injektion.

### Symptome



### Mögliche Ursache

Injektion nicht einheitlich.

Ungleichmäßige Peakformen können quantitative Bestimmungen beeinträchtigen.

Unruhen in der Basislinie.

Veränderungen in den GC Betriebsparametern.

### Lösungsvorschlag

Entwickeln Sie eine reproduzierbare Injektionstechnik. Verwenden Sie einen Autosampler oder ersetzen Sie die Injektionsnadel.

Beheben Sie die Probleme, die zur ungleichmäßigen Peakform führen.

Unruhen in der Basislinie täuschen Peaks vor. *Siehe Probleme mit der Basislinie.*

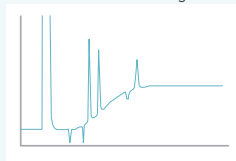
Standardisieren der Parameter.

# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

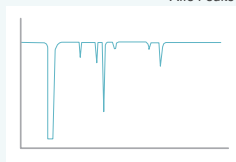
## Negative Peaks Einige oder alle Peaks erscheinen unterhalb.

### Symptom

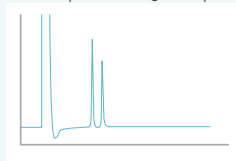
Einige Peaks



Alle Peaks



Dip nach Lösungsmittelpeak



### Mögliche Ursache

Die Überladung von Element-spezifischen Detektoren wie ECD, NPD, FPD usw. kann sowohl positive als auch negative Peaks erzeugen.

Ein verunreinigter ECD Detektor kann einen negativen Peak nach einem positiven Peak erzeugen.

Verunreinigungen der Probe z.B. Kohlenwasserstoffe oder andere Verbindungen, auf die die Detektoren nicht ansprechen, erzeugen bei Verwendung von ECD, PID oder NPD (Thermoionisation) Detektoren negative Peaks.

Falsche Polarität der Verbindungen zum Rekorder führt dazu, dass nahezu alle Peaks negativ sind.

Die Verbindungskabel zum Rekorder sind vertauscht.

Die Probe wurde in einem System mit zwei Säulen auf die falsche Säule injiziert.

Verunreinigung des Detektors.

Verunreinigung der Probe.

Häufig normal bei NPD (Thermoionisation) Detektoren.

### Lösungsvorschlag

Stellen Sie sicher, dass die Verbindungen, die Sie interessieren zu einem anderen Zeitpunkt am Detektor ankommen wie das Lösungsmittel oder andere Verbindungen, die in hoher Konzentration vorkommen.  $H_2$  liefert am TCD (Wärmeleitfähigkeitsdetektor, WLD) einen negativen Peak, wenn Helium als Trägergas verwendet wird.

Reinigen oder ersetzen Sie den ECD Detektor.

**Achtung: Bitte Wartungsanleitung Ihres Detektors beachten.**

Verbessern Sie die Methoden zur Probenvorbereitung und -aufreinigung vor der Injektion.

Drehen Sie die Polarität der Verbindungen zum Rekorder um.

Korrigieren Sie die Anschlüsse.

Injizieren Sie die Probe auf die richtige Säule.

Den Detektor reinigen oder ausheizen.

**Achtung: Bitte Wartungsanleitung Ihres Detektors beachten**

Im Falle von PID Detektoren stellen Sie sicher, dass die Probe nicht mit Methanol oder Wasser verunreinigt ist. Falls erforderlich, eine frische Probe vorbereiten.

Keine Korrektur erforderlich.

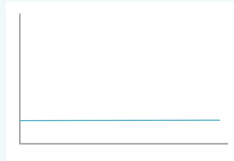


# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

## Keine Peaks Einige oder alle Peaks fehlen in dem Lauf.

### Symptom

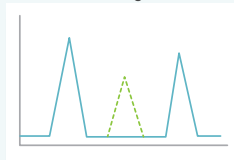
Keine Peaks



Keine Peaks nach dem Lösungsmittel Peak



Einige Peaks fehlen



### Mögliche Ursache

Defekte oder verstopfte Spritze.

„Explodiertes“ Septum oder massive Lecks am Injektor.

Probleme mit dem Trägergasstrom.

Säule kann gebrochen oder am falschen Detektor oder Injektor angeschlossen sein.

Der Detektor funktioniert nicht oder ist nicht an den Rechner (die Auswerteeinheit) angeschlossen.

Falsche Injektortemperatur:

- Injektor zu kalt: Probe wird nicht verdampft.
- Injektor zu heiß: thermisch labile Probe zersetzt sich.

Probevolumen ist zu hoch.

Bei FID Detektoren wird die Flamme vom Lösungsmittel Peak ausgeblassen.

Trägergas Fluss ist zu hoch.

Falsche Säulentemperatur. Die Säule ist zu heiß und die Probe eluiert in der Lösungsmittelfront.

Die Säule kann Komponenten nicht von dem Lösungsmittel trennen.

Aktivität im Liner oder in der Säule, falls es sich bei dem fehlenden Peak um eine aktive Verbindung handelt.

### Lösungsvorschlag

Verwenden Sie eine neue oder überprüfte Spritze.

Finden und beseitigen Sie die Lecks.

Korrigieren Sie den Gasfluss.

Falls die Bruchstelle am Anfang oder Ende der Säule ist, schneiden Sie die kurze betroffene Stelle ab. Ein Bruch in der Mitte kann mit einem Verbinder geflickt werden. Bei mehreren Brüchen ersetzen Sie die Säule. *Siehe Einbau von Säulen.*

Stellen Sie sicher, dass der Detektor einwandfrei funktioniert (brennt z.B. die Flamme des FID?). Überprüfen Sie die Verbindung zum Rechner.

Kalter Injektor: Überprüfen Sie die Temperatur des Injektors und des Ofens mit einem genauen Thermometer. Falls richtig, erhöhen Sie die Temperatur nach Bedarf, überschreiten Sie dabei aber nicht das Temperaturmaximum der Säule. Injizieren Sie die Probe direkt auf die Säule.

Heißer Injektor: Überprüfen Sie die Temperatur des Injektors und des Ofens mit einem genauen Thermometer. Falls richtig, senken Sie die Temperatur nach Bedarf, stellen Sie dabei sicher, dass Sie nicht zu niedrig für eine Verdampfung der Probe oder unterhalb der unteren Temperaturgrenze der Säule gehen.

Injizieren Sie weniger Probe oder verwenden Sie ein höheres Split-Verhältnis.

Überprüfen Sie die Detektortemperatur.

Reduzieren Sie die Flussrate.

Überprüfen Sie die Ofentemperatur mit einem angemessenen Thermometer und reduzieren Sie diese, wenn erforderlich. Stellen Sie sicher dass diese Temperatur mit der Probe und dem minimalen Temperaturlimit der Säule kompatibel ist.

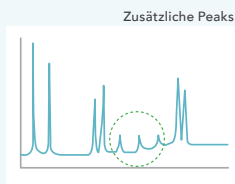
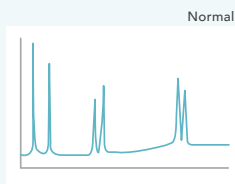
Verwenden Sie ein anderes Lösungsmittel oder eine andere Säule.

Reinigen oder wechseln Sie den Liner. Überprüfen Sie, dass eine inerte Säule verwendet wird. Falls erforderlich, tauschen Sie die Säule aus. *Siehe Einbau von Säulen.*

# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

**Zusätzliche Peaks** Es sind mehr Peaks vorhanden als in einem normalen Lauf.

## Symptome



## Mögliche Ursache

Septumbluten (speziell bei Läufen mit Temperaturgradient).

Carryover von Probe und Verunreinigungen aus dem vorherigen Lauf.

Verunreinigungen in der aktuellen Probe oder im Lösungsmittel.

Verunreinigungen im Trägergas werden eluiert.

Bei aktiven oder thermisch instabilen Substanzen zersetzen sich die Analyten oder brechen durch.

## Lösungsvorschlag

Stellen Sie das Heizelement des Injektors aus. Falls die zusätzlichen Peaks verschwinden, verwenden Sie ein Septum mit höherer Temperaturstabilität oder eine geringere Injektionstemperatur.

Erhöhen Sie die Analysezeit vor dem nächsten Lauf oder heizen Sie die Säulen zwischen den Läufen aus.

Injizieren Sie nur analysenreine Lösungsmittel und verwenden Sie dabei eine saubere Spritze. Sollten zusätzliche Peaks auftreten, steigen Sie auf ein Lösungsmittel mit höherer Qualität/Reinheit um. Sollte nur das Lösungsmittel erscheinen, so analysieren Sie das Lösungsmittel nochmal nach jeder angewendeten Probenvorbereitungsmethode um die Quelle der zusätzlichen Peaks ausfindig zu machen. Wenn nur das Lösungsmittel sichtbar ist, müssen die zusätzlichen Peaks aus der Probe stammen.

Einbau oder Überprüfung der Gasfallen. Falls erforderlich, tauschen Sie diese aus. Stellen Sie sicher, dass nur Gase mit hoher Qualität verwendet werden.

Handelt es sich um thermisch instabile Substanzen, reduzieren Sie die Temperatur und verwenden Sie die On-Column-Injektion, eine Säule mit dünnerem Film, eine kürzere Säulenlänge oder einen höheren Trägergasfluss.

Handelt es sich um eine aktive Verbindung, stellen Sie sicher, dass eine inerte Säule verwendet wird. Tauschen Sie, falls erforderlich, die Säule aus.  
*Siehe Installation der Säule.*



# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

## Verlust an Empfindlichkeit Einige oder alle Peaks zeigen eine geringere Response.

### Symptome



### Mögliche Ursache

Verunreinigung der Säule und/oder des Liners kann zu Verlust an Empfindlichkeit bei aktiven Verbindungen führen.

Lecks im Injektor führen zu geringeren Peakhöhen der flüchtigsten Verbindungen in der Probe.

Die anfängliche Säulentemperatur ist zu hoch und verhindert bei Split-Injektionen ein Fokussieren der Probe am Säulenbeginn. Das beeinflusst die flüchtigsten Verbindungen am stärksten.

Diskriminierung im Injektor: Die Temperatur des Injektors ist zu niedrig. Dadurch zeigen später eluierende, weniger flüchtige Verbindungen eine geringere Response.

Probleme mit der Probe.

### Lösungsvorschlag

Reinigen Sie den Liner.  
*Bitte Wartungsanleitung des Injektors beachten.*

Wechseln Sie ggf. den Liner und kürzen Sie die Säule um einige cm. Backen Sie danach die Säule aus. Spülen Sie die Säule mit Lösungsmittel oder ersetzen Sie sie.  
*Dabei unbedingt die Vorschriften zum Anschluss einer neuen Säule beachten.*

Spüren Sie alle Lecks auf und beseitigen Sie sie.

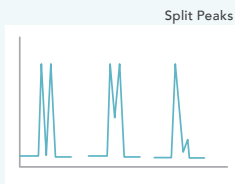
Stellen Sie eine Anfangstemperatur unterhalb der Siedetemperatur des Lösungsmittels ein oder verwenden Sie ein weniger flüchtiges Lösungsmittel.

Erhöhen Sie die Temperatur des Injektors oder betreiben Sie On-Column-Injektion unter Verwendung eines Direct-Connect Liners.

Überprüfen Sie die Konzentration der Probe, alle Schritte der Probenvorbereitung und die Stabilität der Probe. Stellen Sie eine frische Probe mit der richtigen Konzentration her.

## Split Peaks Peaks sind doppelt oder getrennt.

### Symptome



### Mögliche Ursache

Schlechte (ruckartige oder ungleichmäßige) Injektion bei der manuellen Injektion.

Unschlagmäßiger Einbau der Säule.

Unpassendes Lösungsmittel: Polarität der stationären Phase passt nicht zu der Polarität des Lösungsmittels.

Falscher Liner, verdampft die Proben nicht an einer Stelle.

Schwankungen der Säulentemperatur.

Lösungsmittelgemisch für Splitless oder On-Column-Injektion.

Ungeeignete Anwendung vom "Lösungsmittelleffekt" führen zu breiten und verformten Peaks, da gelöste Analyten nicht vollständig am Anfang der Säule aufkonzentriert werden. Das Lösungsmittel soll eine kompakte und homogen benetzte Zone in der Säule bilden. Wenn das Lösungsmittel die stationäre Phase nicht ausreichend benetzt (wie das der Fall bei Methanol auf einer unpolaren Säule sein kann), so wird die Benetzungszone mehrere Meter lang und weist eine ungleichmäßige Dicke auf.

### Lösungsvorschlag

Injizieren Sie ruhig und drücken Sie den Kolben der Spritze gleichmäßig herunter. Verwenden Sie einen Autosampler.

Bauen Sie die Säule neu ein.  
*Siehe Installation der Säule.*

Wechseln Sie das Lösungsmittel. Verwenden Sie ein sehr großes Split-Verhältnis, installieren Sie ein Retention Gap oder tauschen Sie die stationäre Phase.

Wenn möglich, verwenden Sie einen Liner mit Glaswolle in der Mitte.

Reparieren Sie das Temperaturskontrollsystem.

Verwenden Sie nur ein einziges Lösungsmittel.

Installieren Sie ein Retention Gap (5 Meter einer unbelegten, aber deaktivierten Säule) am Säulenbeginn, um das Problem zu reduzieren oder zu beseitigen. Verwenden Sie ein anderes Lösungsmittel oder eine andere stationäre Phase. Stellen Sie ein hohes Split-Verhältnis ein.

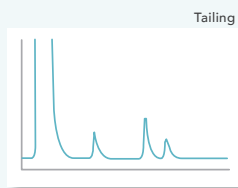
Verwenden Sie ein anderes Lösungsmittel oder eine andere stationäre Phase.

Stellen Sie ein hohes Split-Verhältnis ein.

# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

**Tailing** Moderate bis schwere Asymmetrie zum Ende oder auf der rechten Seite des Peaks.

## Symptome



## Mögliche Ursache

Inlet Liner oder Säule verunreinigt.

Aktivität im Inlet liner oder in der Säule, falls es sich bei dem fehlenden Peak um eine aktive Verbindung handelt.

Totvolumen, da Liner oder Säule schlecht eingebaut.

Kantiges Säulenende.

Lösungsmittel-Phasen Mismatch.

Unpassende Lösungsmittel-Phasen-Kombination.

Säulen oder Liner Temperatur sind zu niedrig, so dass für Kohlenwasserstoffe ein Tailing resultiert.

Verunreinigungen/Partikel im Liner oder in der Säule.

Injektion dauert zu lange.

Split Verhältnis ist zu niedrig.

Überladung des Inlet Systems.

Einige Verbindungen wie z.B. alkoholische Amine, primäre und sekundäre Amine und Carboxylsäuren neigen zum Tailing.

## Lösungsvorschlag

Reinigen oder wechseln Sie den Inlet Liner. Ausheizen oder Austausch der Säule.  
*Siehe Installation der Säule.*

Reinigen oder wechseln Sie den Inlet Liner. Ausheizen oder Austausch der Säule.  
*Siehe Installation der Säule.*

Wird dies durch die Injektion von Methan bestätigt, und tritt hier auch ein Tailing auf, obwohl Methan inert ist, so ist die Säule nicht ordnungsgemäß installiert. Falls erforderlich, Liner und Säulen neu einbauen.  
*Siehe Installation der Säule.*

Anritzen der Kapillare mit einem Keramik Scoring Wafer, um diese dann an der Stelle durchzubrechen. Überprüfen Sie das Ende (ein 20-faches Vergrößerungsglas wird empfohlen). Wenn die Schnittstelle nicht sauber und das Ende kantig ist, kürzen Sie die Säule erneut. Drücken Sie das Ende nach unten, während Sie es durchbrechen, sowie Nut und Ferrule anbringen, um zu verhindern dass Splitter in die Säule gelangen. Installieren Sie die Säule neu.  
*Siehe Installation der Säule.*

Wechseln Sie die stationäre Phase. Gewöhnlich zeigen polare Analyten auf einer nicht polaren oder dreckigen Säule ein Tailing.

Entfernen Sie kalten Zonen im Flussweg oder prüfen Sie die MS Transfer Line Falle.

Überprüfen Sie die Injektor- und Ofentemperatur mit einem angemessenen Thermometer und erhöhen Sie diese, wenn erforderlich. Stellen Sie sicher, dass die Temperatur die maximale Temperaturgrenze der Säule nicht übersteigt.

Reinigen oder Wechseln Sie den Liner. Schneiden Sie 10 cm vom Säulenende ab und installieren Sie die Säule neu.  
*Siehe Installation der Säule.*

Verbessern Sie die Injektionstechnik.

Erhöhen Sie das Splitverhältnis auf mindestens 20:1.

Reduzieren Sie das Probevolumen oder verdünnen Sie die Probe.

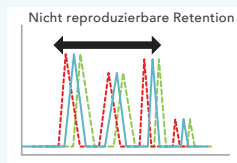
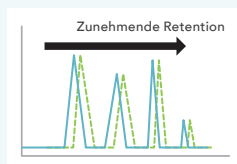
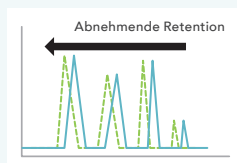
Testen Sie eine polare Säule. Derivatisieren Sie Ihre Probe.

# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

## Verschiebungen der Retentionszeit

Die Retentionszeiten der/des Peaks wandern oder verschieben sich.

### Symptome



### Mögliche Ursache

Anstieg der Säulentemperatur.

Anstieg des Trägergasflusses (Lineargeschwindigkeit).

Wechsel des Lösungsmittels.

Deutlicher Verlust an stationärer Phase durch Phasenbluten.

Leck im Injektor.

Absinken der Säulentemperatur.

Absinken des Trägergasflusses (Lineargeschwindigkeit).

Schlechte (ungleichmäßige oder fehlerhafte) manuelle Injektion.

Verunreinigte Säule.

Leck im Injektor.

Nahezu leere Gasflaschen.

### Lösungsvorschlag

Überprüfen Sie die Temperatur des GC Ofens und korrigieren Sie diese, wenn erforderlich. Stellen Sie sicher, dass die Ofentemperatur nicht oberhalb der maximal zulässigen Temperatur der Säule liegt.

Injizieren Sie eine detektierbare Probe wie z.B. Methan, die nicht retiniert wird, um die lineare Geschwindigkeit des Trägergases zu bestimmen. Passen Sie den Gasdruck so an, dass Sie die für Ihre Methode richtigen Werte erzielen.

Verwenden Sie für die Standards und die Probe dasselbe Lösungsmittel.

Reduzieren Sie die Temperatur des Ofens. Stellen Sie sicher, dass die Ofentemperatur nicht oberhalb der maximal zulässigen Temperatur der Säule liegt.

Tauschen Sie, wenn erforderlich, die Säule aus. *Dabei unbedingt die Vorschriften zum Anschluss einer neuen Säule beachten.*

Finden Sie das Leck und beseitigen Sie es. Prüfen Sie zuerst das Septum. Falls erforderlich, ersetzen Sie es.

Überprüfen Sie die Temperatur des GC Ofens und korrigieren Sie diese wenn erforderlich. Stellen Sie sicher, dass die Ofentemperatur nicht oberhalb der maximal zulässigen Temperatur der Säule liegt.

Injizieren Sie eine detektierbare Probe wie z.B. Methan, die nicht retiniert wird, um die lineare Geschwindigkeit des Trägergases zu bestimmen. Passen Sie den Gasdruck so an, dass Sie die für Ihre Methode richtigen Werte erzielen.

Den Kolbenstempel mit gleichmäßigem, konstanten Druck betätigen. Autosampler verwenden.

Die Säule ausheizen. Ca. 10 cm vom Säulenansatz abschneiden. Die Säule mit Lösungsmittel spülen oder austauschen. *Dabei unbedingt die Vorschriften zum Anschluss einer neuen Säule beachten.*

Finden Sie das Leck und beseitigen Sie es. Prüfen Sie zuerst das Septum. Falls erforderlich, ersetzen Sie es.

Prüfen Sie die Flasche und ersetzen Sie diese, falls erforderlich.

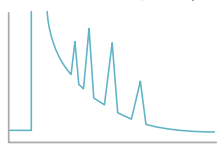
# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

## Breite Lösungsmittelfront

Der Lösungsmittelpeak ist breit und coeluiert mit den Analyten Peaks

### Symptome

Coelution mit Lösungsmittelpeak



### Mögliche Ursache

Unsachgemäße Installation der Säule.

Leck am Injektor.

Injektionsvolumen zu hoch.

Injektionstemperatur ist zu niedrig.

Split Verhältnis ist zu niedrig.

Säulen Temperatur ist zu niedrig.

Anfangstemperatur der Säule ist zu hoch für die Splitless Injektion.

Spülzeit (Splitless Haltezeit) ist zu lang für eine Splitless Injektion.

### Lösungsvorschlag

Installieren Sie die Säule neu.  
*Siehe Installation der Säule.*

Finden und beheben Sie das Leck.

Reduzieren Sie das Injektionsvolumen oder verdünnen Sie die Probe 1:10.

Erhöhen Sie die Injektionstemperatur, so dass die Probe vollständig und sofort verdampft wird. Eine Injektionstemperatur, die höher ist als das Temperaturlimit Ihrer Säule, schadet dieser nicht.

Erhöhen Sie das Split Verhältnis.

Erhöhen Sie die Säulentemperatur. Verwenden Sie ein Lösungsmittel mit einem niedrigeren Siedepunkt.

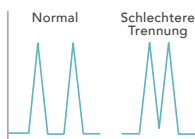
Erniedrigen Sie die Anfangstemperatur der Säule. Verwenden Sie ein weniger flüchtiges Lösungsmittel, so dass die Anfangstemperatur der Säule, unterhalb des Siedepunktes des Lösungsmittels liegt.

Verkürzen Sie die Spülzeit des Injektors.

## Verlust an Auflösung

Peaks fangen an zu coeluierten oder zu überlappen.

### Symptome



### Mögliche Ursache

Veränderungen in der Säulendimension oder der stationären Phase; Säule übermäßig gekürzt.

Die stationäre Phase der Säule ist beschädigt.

Die stationäre Phase der Säule ist beschädigt.

Injektor Probleme.

### Lösungsvorschlag

Verschiebungen der Retentionszeit und Veränderungen der Peakform von anderen Verbindungen sind offensichtlich. Überprüfen Sie die Säulenphase und Dimension. Falls erforderlich, tauschen Sie die Säule aus.

Dies weist gewöhnlich auf ein übermäßiges Säulenbluten hin. Ersetzen Sie die Säule.  
*Siehe Installation der Säule.*

Dies weist gewöhnlich auf ein übermäßiges Säulenbluten hin. Ersetzen Sie die Säule.  
*Siehe Installation der Säule.*

Schauen Sie nach:

- Lecks
- Ungeeigneten Temperaturen
- Split Verhältnis
- Spülzeit
- Verunreinigungen im Liner
- Glaswolle im Liner

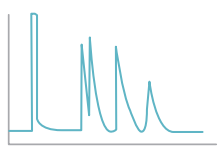
# PROBLEME MIT DER PEAKFORM

## Verlust an Trennleistung (Säule)

Die Säule verliert nach der Installation zu schnell an Trennleistung.

### Symptome

Schlechte Auflösung der Effizienz



Lochfraß



Zerbrochen



### Mögliche Ursache

Säule zu heiß oder zu lang.

Die Phase war bei höheren Temperaturen Sauerstoff ausgesetzt.

Chemische Beschädigung durch Säuren oder Basen.

Verunreinigung der Säule mit nichtflüchtigen Verbindungen.

Partielle Beschädigung der Polyimidbeschichtung.

### Lösungsvorschlag

Arbeiten Sie unterhalb des Temperaturmaximums der Säule. Ersetzen Sie die Säule.

*Dabei unbedingt die Vorschriften zum Anschluss einer neuen Säule beachten.*

Spüren Sie alle Lecks auf und dichten Sie sie ab. Stellen Sie sicher, dass die Reinheit des Trägergases ausreichend ist.

Vermeiden Sie anorganische Säuren und Basen in der Säule. Neutralisieren Sie Ihre Proben.

Hindern Sie nichtflüchtige Verbindungen daran, auf die Säule zu kommen. Verwenden Sie Vorsäulen oder Zebron® Säulen mit integrierter Guardian™ Vorsäulen.

Ersetzen Sie die Säule.

*Dabei unbedingt die Vorschriften zum Anschluss einer neuen Säule beachten.*

Vermeiden Sie Beschädigungen der Polyimidbeschichtung der Säule. Vermeiden Sie Temperaturen oberhalb 370 °C, wenn Sie nicht mit Zebron Inferno™ GC Säulen oder anderen GC Säulen mit spezieller Hochtemperatur-Polyimidbeschichtung arbeiten. Vermeiden Sie Abrieb des Polyimids. Das kann passieren, wenn die Säule zu dicht an der Ofenwand installiert ist. Vibrationen können dann zum Abrieb der Polyimidbeschichtung führen. Vermeiden Sie es, die Säule zu stark zu verbiegen oder zu verdrehen. Das kann ebenfalls die Polyimidbeschichtung beschädigen. Selbst wenn die Säule dann nicht sofort bricht kann die Säule später spontan an den Stellen brechen an denen die Beschichtung beschädigt ist.



### Eine Anmerkung zum Spülen mit Lösungsmitteln

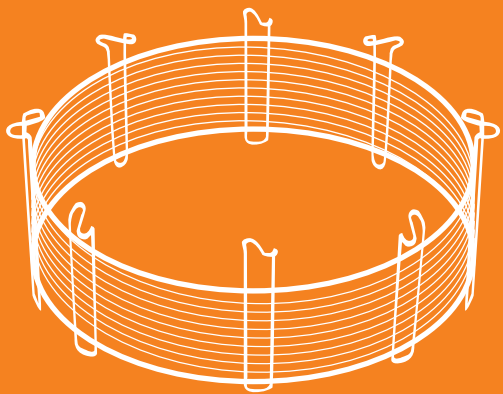
Das Spülen mit Lösungsmittel (wobei einige ml Lösungsmittel mit ca. 0,7 bis 1,0 bar Druck durch die Säule gedrückt werden) kann die meisten löslichen Verunreinigungen entfernen und als letztes Hilfsmittel zur Wiedererlangung der Leistungsfähigkeit der Säule dienen. In den allermeisten Fällen ist es jedoch besser, die Säule direkt zu ersetzen.

Verwenden Sie eine Reihe unterschiedlicher Lösungsmittel. Beginnen Sie mit dem polarsten Lösungsmittel und enden Sie mit dem unpolarsten. Sofern praktikabel, verwenden Sie innerhalb der Reihe das Injektionslösungsmittel. Die direkt aufeinander folgenden Lösungsmittel müssen mischbar sein. Beginnen Sie mit Wasser gefolgt von Methanol, wenn Ihre Proben in Wasser gelöst oder wässrige Extrakte sind. Vermeiden Sie im letzten Spülschritt halogenierte Lösungsmittel, wenn Sie einen ECD verwenden. Vermeiden Sie Acetonitril im letzten Spülschritt bei Verwendung eines NPD. Methanol, gefolgt von Methylenchlorid und anschließend Hexan, ist eine gute Kombination.

Jedes Lösungsmittel sollte mindestens 10 min in der Säule verweilen. Es ist nicht nötig das Lösungsmittel zu entfernen, bevor das nächste Lösungsmittel in die Säule gedrückt wird. Nachdem das letzte Lösungsmittel entfernt wurde, sollte die Säule für 10 min mit reinem Trägergas gespült werden, bevor sie wieder installiert wird. Programmieren Sie den Ofen so, dass er sich mit 2 °C/min bis zur normalen Konditionierungstemperatur erhitzt. Anschließend konditionieren Sie die Säule wie gewöhnlich.

# PROBLEME MIT DER AUSWAHL VON SÄULEN

---





# PROBLEME MIT DER AUSWAHL VON SÄULEN

## Der Einfluss der Selektivität

Die Auflösung zwischen zwei Analyten hängt hauptsächlich von der Selektivität der stationären Phase ab. Durch Erhöhen der Auflösung zwischen zwei Verbindungen kann häufig die gesamte Analysenzeit deutlich reduziert werden!

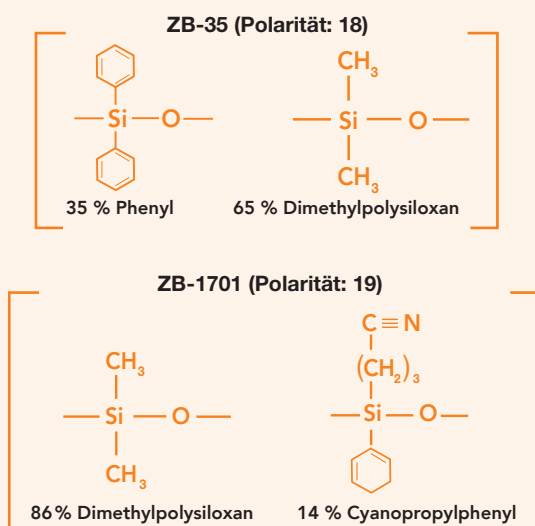
Die Gleichung für die chromatographische Auflösung

$$R_s = \left[ \frac{\sqrt{N}}{4} \right] \times \left[ \frac{\alpha - 1}{\alpha} \right] \times \left[ \frac{k}{k + 1} \right]$$

Effizienztterm                      Selektivitätstterm                      Retentionstterm

## Selektivität und Polarität

Die Polarität und Selektivität der Säule werden häufig verwechselt. Die Polarität gibt einen allgemeinen Hinweis auf die Probenkapazität und Retention, welche einen Einfluss auf die Peakform und Auflösung haben können. Allerdings können zwei Säulen die gleiche Polarität haben, aber gleichzeitig deutlich unterschiedliche Trennprofile zeigen, wenn sich die Chemie der Phase unterscheidet. Zum Beispiel macht die Cyanpropylgruppe in der Phase der ZB-1701 diese deutlich unterschiedlich zur ZB-35 obwohl beide eine sehr ähnliche Polarität haben.



## Die 3 wichtigsten Wechselwirkungsmechanismen in der GC

### Dispersive Kräfte (Van-der-Waals Wechselwirkungen)

- Die schwächsten aller zwischenmolekularen Wechselwirkungen, die zwischen unpolaren Verbindungen auftreten
- Die Trennung erfolgt über Unterschiede des Siedepunkts (klassisches Beispiel – simulierte Destillation von Kohlenwasserstoffen)

### Dipol-Dipol Wechselwirkungen

- Entweder permanent vorhanden oder durch Wechselwirkungen zwischen den Analyten und der stationären Phase induziert
- Stärkere Dipol-Dipol Wechselwirkungen können dabei helfen, Verbindungen zu trennen, die einen ähnlichen Siedepunkt haben, sich jedoch in Ihrer Struktur unterscheiden

### Wasserstoffbrückenbindungen

- Werden unter anderem zur Trennung polarer Verbindungen auf Wax (Polyethylenglykol-Phasen) genutzt

# PROBLEME MIT DER AUSWAHL VON SÄULEN

## Auswahl der Dimension

### Kürzer

(15 m oder weniger)

#### Anwendungen

- Hochsieder
- GC/MS Applikationen

#### Vorteile

- Schnellere Laufzeiten
- Höhere Temperaturgrenzen
- Geringeres Bluten
- Höhere Effizienz

#### Nachteile

- Weniger inert
- Eingeschränkte Retention

LÄNGE

30m



### Enger

(0,10, 0,18 oder 0,20 mm)

#### Anwendungen

- Komplexe Proben

#### Vorteile

- Schnelle Laufzeiten
- Bessere Auflösung

#### Nachteile

- Geringere Beladbarkeit
- Leicht überladen

INNENDURCHMESSER

0,25mm



### Dünnere

(0,10 oder 0,18 µm)

#### Anwendungen

- Hochsieder
- GC/MS Anwendungen

#### Vorteile

- Schnellere Laufzeiten
- Höhere Temperaturgrenzen
- Geringeres Bluten
- Höhere Effizienz

#### Nachteile

- Weniger inert
- Eingeschränkte Retention

FILMDICKE

0,25µm



# PROBLEME MIT DER AUSWAHL VON SÄULEN

## Auswahl der Dimension

---

### Länger (60 m oder mehr)

#### Anwendungen

- Komplexe Proben mit dicht nacheinander eluierenden Peaks
- Niedrigsieder
- Weniger aktive Proben
- Komplexe Temperaturprogramme

#### Vorteile

- Bessere Auflösung

#### Nachteile

- Lange Laufzeiten

### Weiter (0,32 oder 0,53 mm)

#### Anwendungen

- Dreckige Proben
- Hochkonzentrierte Proben

#### Vorteile

- Erhöhte Probenkapazität
- Größeres Probevolumen

#### Nachteile

- Niedrigere Effizienz
- Höhere Flussraten werden benötigt, nicht geeignet für GC/MS

### Dicker (0,50 $\mu$ m oder mehr)

#### Anwendungen

- Niedrigsieder
- Gase, Lösungsmittel, Leichtflüchter
- Reinheitstests

#### Vorteile

- Größere Inertheit
- Höhere Kapazität

#### Nachteile

- Höheres Bluten

# PROBLEME MIT DER AUSWAHL VON SÄULEN

Polarität	Phase	Zusammensetzung	Temperaturgrenzen (Isotherm/TPGC)	GC/MS zertifiziert
<b>Essentials</b>				
Unpolar	ZB-1	100 % Dimethylpolysiloxan	-60 bis 360/370 °C*	✓
Unpolar	ZB-5	95 % Dimethylpolysiloxan 5 % Phenyl	-60 bis 360/370 °C*	✓
Unpolar	ZB-5ms	95 % Dimethylpolysiloxan 5% Phenyl-Arylen	-60 bis 325/350 °C	✓
Mittelpolar	ZB-35	65 % Dimethylpolysiloxan 35 % Phenyl	40 bis 340/360 °C	✓
Mittelpolar	ZB-624	94 % Dimethylpolysiloxan 6 % Cyanopropylphenyl	-20 bis 260 °C	
Mittelpolar	ZB-XLB	Propritär	30 bis 340/360 °C*	✓
Mittelpolar	ZB-1701	86 % Dimethylpolysiloxan 14 % Cyanopropylphenyl	-20 bis 280/300 °C*	
Polar	ZB-50	50 % Dimethylpolysiloxan 50 % Phenyl	40 bis 320/340 °C*	✓
Polar	ZB-23	50 % Cyanopropyl 50 % Methylpolysiloxan	40 bis 250/260 °C*	✓
Polar	ZB-88	88 % Cyanopropyl 12 % Arylpolysiloxan	0 bis 250/260 °C	✓
Polar	ZB-WAX	100 % Polyethylenglykol	40 bis 250/260 °C	✓
Polar	ZB-FFAP	Nitroterephthalic Acid Modified Polyethylenglykol	40 bis 250/260 °C	
<b>Inferno™</b>				
Unpolar	ZB-1HT	100 % Dimethylpolysiloxan	-60 bis 400/430 °C*	✓
Unpolar	ZB-5HT	95 % Dimethylpolysiloxan 5 % Phenyl	-60 bis 400/430 °C*	✓
Mittelpolar	ZB-35HT	65 % Dimethylpolysiloxan 35 % Phenyl	40 bis 400 °C	✓
Mittelpolar	ZB-XLB-HT	Propritär	30 bis 400 °C	✓
<b>Plus</b>				
Unpolar	ZB-1 <sup>PLUS</sup> ™	100 % Dimethylpolysiloxan	-60 bis 360/370 °C*	✓
Unpolar	ZB-5 <sup>PLUS</sup> ™	95 % Dimethylpolysiloxan 5 % Phenyl	-60 bis 360/370 °C	✓
Unpolar	ZB-5MS <sup>PLUS</sup> ™	95 % Dimethylpolysiloxan 5 % Phenyl-Arylen	-60 bis 325/350 °C	✓
Polar	ZB-WAX <sup>PLUS</sup> ™	100 % Polyethylenglykol	20 bis 250/260 °C*	
<b>Unlimited</b>				
Unpolar	ZB-1XT SimDist	100 % Dimethylpolysiloxan	-60 bis 450 °C*	✓
Unpolar	ZB-SemiVolatiles	95 % Dimethylpolysiloxan 5 % Phenyl-Arylen	-60 bis 325/350 °C	✓
Mittelpolar	ZB-MultiResidue™-1 & -2	Propritär	-60 bis 320/340 °C	✓
Mittelpolar	ZB-CLPesticides-1 & -2	Propritär	40 bis 320/340 °C	✓
Polar	ZB-FAME	High Cyanopropyl	-20 bis 280 °C	✓
Propritär	ZB-BAC-1 & -2	Propritär	-20 bis 260/280 °C	✓
Propritär	ZB-Drug-1	Propritär	40 bis 320/340 °C	✓
Propritär	ZB-Bioethanol	Propritär	-60 bis 340/360 °C	✓

\*Die Filmdicke beeinflusst die obere Temperaturgrenze.

# Phasen Übersichtstabelle

Empfohlene Anwendungen
Amine, Arzneimittel, ätherische Öle, Ethanol, Gase (Raffinerie), Kohlenwasserstoffe, Mercaptane, MTBE, Erdgasgeruchsstoffe, sauerstoffhaltige Verbindungen und GROs, PCBs, Pestizide, SemiVolatiles, simulierte Destillation, Lösungsmittelverunreinigungen, Schwefelverbindungen (leicht)
Alkaloide, Dioxine, Arzneimittel, ätherische Öle/Aromastoffe, Fettsäuremethylester, halogenierte Kohlenwasserstoffe, PCBs/Aroclors, Pestizide/Herbizide, Phenole, Lösungsmittelrückstände, SemiVolatiles
Säuren, Alkaloide, Amine, Dioxine, Arzneimittel, ätherische Öle/Aromastoffe, Fettsäuremethylester, halogenierte Kohlenwasserstoffe, PCB/Aroclor, Pestizide/Herbizide, Phenole, Lösungsmittelrückstände, SemiVolatiles, Lösungsmittelverunreinigungen
Amine, Aroclor, Arzneimittel, EPA-Methoden (508, 608, 8081, 8141, 8151), Pestizide, Pharmazeutika, SemiVolatiles, Steroide
EPA Methoden (501.3, 502.2, 503.1, 524.2, 601, 602, 624, 8010, 8015, 8020, 8021, 8240, 8260), Pharmazeutika, Lösungsmittelrückstände, flüchtige organische Verbindungen (VOCs)
PCB, Pestizide/Herbizide
Alkohole, Amine, aromatische Kohlenwasserstoffe, Arzneimittel, Ester, PAH, PCB, pharmazeutische Zwischenprodukte, Phenole, Lösungsmittel, Steroide, TMS-Zucker, Tranquilizer
Antidepressiva, Aroclor, Cholesterol, Suchtmittel, EPA-Methoden (508, 608, 8081, 8141, 8151), Glykole, Pestizide/Herbizide, Steroide, Triglyzeride
Fischöle, Omega-3- und Omega-6-Fettsäure-haltige Öle
Traditionelle Analyse von FAMES, IOC / AOAC / AOCS Methoden
Alkohole, Aldehyde, Aromaten, basische Verbindungen, ätherische Öle, Aromastoffe und Duftstoffe, Glykole, Pharmazeutika, Lösungsmittel, Styrol, Xylolisomere
Acrylate, Alkohole, Aldehyde, freie Fettsäuren, Ketone, organische Säuren, Phenole, freie flüchtige Säuren
GROs, hochsiedende Petroleumprodukte, hochmolekulare Wachse, langkettige Kohlenwasserstoffe, Motoröle, Polymere/Plastik, simulierte Destillation
Diesel, hochsiedende Petroleumprodukte, hochmolekulare Wachse, langkettige Kohlenwasserstoffe, Motoröle, Polymere/Plastik, simulierte Destillation, Tenside, Triglyzeride
Amine, Aroclor, Chemikalien, Arzneimittel, EPA-Methoden (508, 608, 8081, 8141, 8151), Pestizide, Pharmazeutika, SemiVolatiles, Steroide
EPA Methoden, PCBs, Petizide/Herbizide
Säuren, Amine, Diesel, Drogen, Aroma- und Duftstoffe, PCBs (EPA Methode 1668), Pestizide
Drogen, EPA Methoden, Nitrosamine, Pestizide, Phenole
Acids, Alkaloids, Amines, Drugs, Ethanolamines, Essential Oils/Flavors, Halo-hydrocarbons, Pesticides/Herbicides, Phenols, Solvent Impurities
Alkohole, Aldehyde, Aromaten, ätherische Öle, Aromastoffe und Duftstoffe, freie Fettsäuren, Glykole, OVI, Pharmazeutika, Lösungsmittel / Lösungsmittelrückstände, Styrol, Xylolisomere
ASTM-Methoden (D2887, D2887X, D3710, D6352, D7169), Rohöl, Benzinfraktionen, Erdöldestillate, Erdölfraktionen, simulierte Destillation, Vakuumdestillate
Schwerflüchtige Verbindungen (SVOCs), PAK, EPA Methoden (525, 610, 625, 8100, 8270D)
Aroclor/PCB, Halogenessigsäuren, Herbizide, Insektizide, Screening von Pestiziden, stickstoffhaltige Pestizide, Organochlor-Pestizide, Organophosphor-Pestizide
Zweisäulenmethode für chlorierte Pestizide mit GC/ECD (EPA 8081, 8082, 8151, 504, 505, 508 und 552)
Fettsäuremethylester (FAMES), cis/trans FAMES
Nachweis von inhaliertem Anästhetikum, Blutalkoholanalyse
Arzneimittelscreening (6-MAM, Amphetamin, Barbiturate, Benzodiazepine, Opiate, PCP, THC)
Alkohol, Bioethanol, Fuselalkohole

# PROBLEME MIT DER AUSWAHL VON SÄULEN

Zebron® Phase	Restek®	Agilent® Technologies
ZB-1	Rtx®-1, Rtx-1PONA, Rtx-1 F&F	DB®-1, DB-2887, DB-1 EVDX, HP®-1, HP-101, HP-PONA, Ultra 1, CP-Sil 5 CB
ZB-1 <sub>PLUS</sub> ™	Rtx-1ms	DB-1ms, HP-1ms, CP-Sil 5 CB MS, VF-1ms
ZB-1HT Inferno™	Rxi®-1HT	DB-1ht, CP-SimDist
ZB-1XT SimDist	MXT®-1HT SimDist	CP-SimDist UltiMetal DB-HT SimDis
ZB-5	Rtx-5	DB-5, HP-5, Ultra 2, HP-PAS-5, CP-Sil 8 CB
ZB-5HT Inferno	Stx®-5HT, XTI®-5HT	DB-5ht, VF-5ht
ZB-5ms	Rtx-5Sil MS, Rxi-5Sil MS	DB-5ms, DB-5.625, DB-5ms EVDX, VF- 5ms, CP-Sil 8 CB MS
ZB-5 <sub>PLUS</sub> ™	Rtx-5ms, Rtx-5Amine, Rxi-5ms	DB-5, HP-5ms, HP-5msi
ZB-5MS <sub>PLUS</sub> ™	Rtx-5Sil MS	DB-5ms Ultra Inert, HP-5ms Ultra Inert
ZB-SemiVolatiles	Rxi-5Sil MS Rxi-5ms	DB-5ms Ultra Inert, DB-UI 8270D Ultra Inert, HP-5ms Ultra Inert
ZB-23	Rtx-2330	DB-23
ZB-35	Rtx-35, Rtx-35ms	DB-35, DB-35ms, HP-35, HP-35ms
ZB-35HT Inferno		
ZB-50	Rtx-50	DB-17, DB-17HT, DB-17ms, DB-17 EVDX, HP-50+, CP-Sil 24 CB
ZB-88		HP-88, CP-Sil 88
ZB-624	Rtx-1301, Rtx-624	DB-1301, DB-624, DB-VRX, HP-VOC, CP-1301, CP-Select 624 CB
ZB-1701	Rtx-1701	DB-1701 , CP-Sil 19 CB
ZB-WAX	Rtx-WAX, Famewax™, Stabilwax®-DB	DB-WAXetr, HP-INNOWax, CP-Wax 57 CB
ZB-WAX <sub>PLUS</sub> ™	Stabilwax	DB-WAX, CAM, HP-20M, Carbowax 20M, CP-Wax 52 CB
ZB-FAME	Rtx-2560, Rtx-2330	
ZB-FFAP	Stabilwax-DA	DB-FFAP, HP-FFAP, CP-Wax 58 (FFAP) CB, CP-FFAP CB
ZB-MultiResidue™-1		
ZB-MultiResidue-2		
ZB-CLPesticides-1	Rtx-CLPesticides, Stx-CLPesticides	
ZB-CLPesticides-2	Rtx-CLPesticides2, Stx-CLPesticides2	
ZB-XLB	Rtx-XLB	DB-XLB, VF-XMS
ZB-XLB-HT Inferno		
ZB-Drug-1		
ZB-BAC1	Rtx-BAC-1	DB-ALC1
ZB-BAC2	Rtx-BAC-2	DB-ALC2
ZB-Bioethanol		

# GC Säulen Querverweistabelle

Supelco®	Alltech®	SGE®	OV®
SPB®-1, SPB-1 TG, SE-30, MET-1, SPB-1 Sulfur, SPB-HAP	AT™-1, AT-Sulfur, EC-1	BP1, BP1-PONA, BPX1-SimD	OV-1
MDN™-1, Equity®-1	AT-1ms	SolGEL-1ms™	
Petrocol® 2887			
MDN-5, SPB-5, PTE-5, SE-54, PTA-5, Equity-5, Sac-5	AT-5, EC-5	BP5, BPX5	OV-5
HT-5			
MDN-5S			
SLB®-5ms			
SP-2330			
MDN-35, SPB-35, SPB-608	AT-35	BPX35, BPX608	OV-11
Exklusiv bei Phenomenex			
SP-2250, SPB-17, SPB-50	AT-50	BPX50	
SPB-1301, SPB-624	AT-624, AT-1301	BP624	OV- 624
SPB-1701, Equity-1701	AT-1701	BP10	OV -1701
Met-Wax, Omegawax®	EC-Wax	SolGEL-WAX™	
SUPELCOWAX® 10	AT-Wax, AT-AquaWax	BP20	Carbowax 20M
SP-2560, SP-2330		BPX70, BPX90	
Nukol™, SPB-1000	AT-1000, EC-1000	BP21	OV-351
Exklusiv bei Phenomenex			
Exklusiv bei Phenomenex			
MDN-12			
Exklusiv bei Phenomenex			
Exklusiv bei Phenomenex			
Exklusiv bei Phenomenex			

# VORBEUGUNG VON PROBLEMEN

---





# VORBEUGUNG VON PROBLEMEN

## Der Injektor: Injektionstechniken

Eine einzige Injektionstechnik passend für alle Proben und Säulen gibt es nicht. Eine geeignete Injektionstechnik bringt die Probe so ein, dass:

- Die Original Probenzusammensetzung erhalten bleibt (keine Proben Degradierung oder selektiver Verlust während der Injektion)
- Verwenden Sie die kürzeste mögliche Säulenlänge (je kürzer die Startprobenbande, umso schärfer die Peaks, umso besser die Empfindlichkeit und umso besser die Auflösung)

### Injektionsarten: Split

Bei der Split Injektion, wird die Probe schnell verdampft und mit dem Trägergas vermischt. Ein Großteil der Probe wird durch das Splitventil geleitet, während ein kleiner Anteil auf die Säule gelangt. Der Strom durch das Splitventil dividiert durch den Strom durch die Säule wird Split Verhältnis genannt. Diese schnelle Probenaufgabe stellt die Basis für scharfe Peaks und gute Auflösung dar; es ist jedoch ungünstig wenn die Siedepunkte der Probekomponenten deutlich auseinander liegen.

**Diskriminierung im Injektor** | Die weniger flüchtigen Verbindungen einer Probe, werden nicht so schnell verdampft, so dass direkt nach der Injektion die vaporisierte Probe einen größeren Anteil an flüchtigen Verbindungen aufweist, als die Originalprobe. Dieser Effekt wird Diskriminierung genannt.

**Backflash** | Backflash tritt auf, wenn das Expansionsvolumen der Probe größer ist als das Volumen des Inlet Liners. Die Dämpfe kommen in Kontakt mit kalten Stellen (z.B. dem Septum oder Inlets) und weniger flüchtige Komponenten können kondensieren. Diese Kondensate können später vaporisieren und mit nachfolgenden Analysen interferieren und dabei teilweise „Geister Peaks“ erzeugen. Zudem kann eine Expansion außerhalb des Liners dazu führen, dass die Probe aktiven Metalloberflächen ausgesetzt wird, so dass reaktive Komponenten der Probe verloren gehen können. Minimieren Sie den Backflash durch Verwenden einer Septumspülung, kleine Injektionsvolumen, Liner mit großen Volumen und optimale Injektortemperaturen.

**Injektortemperatur** | Die Temperatur sollte hoch genug sein, um eine schnelle und vollständige Verdampfung der Probe zu gewährleisten, aber nicht zu hoch, um einzelne Analyten zu zersetzen. Es können einige Versuche erforderlich sein, um Diskriminierung im Injektor und Backflash zu lindern. Ein guter Anfangspunkt ist 250°C.

**Septumspülung** | Gas umspült die Unterseite des Septums und trägt Verunreinigungen durch ein Spülventil hinaus. Oberhalb des optimalen Spülflusses können leicht flüchtige Probekomponenten verloren gehen. Die Flussrate der Septum Spülung liegt üblicherweise zwischen 0,5 und 5 ml/min.

**Probengröße & Konzentration** | Split Injektion

wird für hochkonzentrierte Proben verwendet. Typische Konzentrationen sind 0,1-10 µg/µl. Injektionsvolumen von 1 bis 2 µl sind normal und bis zu 5 µl können ohne größere Probleme, abhängig vom verwendeten Lösungsmittel, eingesetzt werden. Wenn das Probevolumen zu hoch ist, kann es zum Backflash kommen.

### Injektionsart: Splitless

Bei der Splitless Injektion, gelangt der komplette Strom für die ersten 15 bis 90 Sekunden durch den Injektor auf die Säule und wird dann aufkonzentriert.

**Der Lösungsmittel-Effekt** | Um breite Peaks, die sich andererseits aus einer langsamen Split Injektion ergeben zu vermeiden, werden die Proben vor Start des Chromatographie Prozesses entsprechend der Splitless Injektion aufkonzentriert. Aufkonzentrierung kann erreicht werden, durch Einstellen der Anfangstemperatur der Säule auf 10 °C oder mehr unterhalb des Siedepunktes vom Probelösungsmittel. Wenn der Dampf den Injektor verlässt und in die in die kältere Säule eintritt, kondensiert das Lösungsmittel am Säulen Anfang als flüssige Bande. In dieser Bande werden Dämpfe kondensiert und festgehalten und somit aufkonzentriert. Dieser Prozess wird Lösungsmittel-Effekt genannt. Ein falsche Anwendung der Lösungsmittel-Effekt-Technik führt zu breiten, verformten Peaks, da gelöste Analyten nicht als schmale Bande am Säulen Anfang aufkonzentriert werden. Das Lösungsmittel soll eine kompakte, homogen benetzte Zone auf der Säule bilden. Wenn das Lösungsmittel die stationäre Phase nicht ausreichend benetzt (wie das der Fall bei Methanol auf einer unpolaren Säule sein kann), so wird die Benetzungszone mehrere Meter lang und weist eine ungleichmäßige Dicke auf.

# VORBEUGUNG VON PROBLEMEN

## Der Injektor: Injektionstechniken

---

**Kaltaufgabe** | Gelöste Analyten die bei 150 °C oder mehr oberhalb der Anfangstemperatur der Säule siedend, erfordern keinen Lösungsmittelleffekt, um aufkonzentriert zu werden. Diese hoch siedenden Verbindungen werden ohne Hilfe des Lösungsmittels als schmale Bande am Säulenanfang kondensiert. Dieser Prozess wird „Kaltaufgabe“ genannt. Sowohl der Lösungsmittel Effekt als auch die Kaltaufgabe können durch Einbau in ein Temperaturprogramm verwendet werden.

**Probenvolumen** | Gewöhnlich sind Proben auf ein Volumen von 2 µl oder weniger limitiert, um eine Überladung des Liners zu verhindern.

Die Injektionsvolumen sollten reproduzierbar sein, um auch entsprechend reproduzierbare Retentionszeiten und quantitative Daten zu erhalten.

### Injektionsmodi: On-Column

Die On-Column-Injektion kann Diskriminierungen, die mit der Spritze oder dem Injektor zusammenhängen, verhindern. Wenn polare Lösungsmittel in Verbindung mit unpolaren Phasen verwendet werden, ist ein Retention-Gap empfehlenswert. Wenn die Temperatur bei der Injektion unterhalb des Siedepunkts des Lösungsmittels liegt, wird die Probe über die „geflutete Zone“ am Anfang der Säule verteilt und weniger flüchtige Verbindungen diffundieren in die Phase. Wenn das Trägergas das Lösungsmittel am Säulenanfang verdampft, werden flüchtige Verbindungen konzentriert und fokussiert.

**Probenfokussierung** | Die Verteilung der gelösten Verbindungen im Bereich der „gefluteten Zone“ ist nicht homogen, was zur Verbreiterung der Peaks führt. Bei vielen Applikationen kann man das vernachlässigen und trotzdem gute quantitative Ergebnisse erzielen. Falls sich die Siedepunkte der Verbindungen sehr stark vom Siedepunkt des Lösungsmittels unterscheiden, kann ein ballistisches Heizen auf hohe Temperaturen genutzt werden. Falls die Siedepunkte der Verbindungen nahe beim Siedepunkt des Lösungsmittels liegen kann man ein Temperaturprogramm verwenden. Säulen mit einem größeren Innendurchmesser erleichtern die On-Column-Injektion. Alternativ kann man auch ein Retention-Gap mit größerem Innendurchmesser verwenden, das mit einer Säule mit geringerem Innendurchmesser verbunden ist.

**Probenvolumen** | Probenvolumina zwischen 1 und 2 µl können unterhalb des Siedepunkts des Lösungsmittels schnell auf eine Säule injiziert werden. Um die „geflutete Zone“ möglichst klein zu halten, sollte man das Probenvolumen auf 1 µl begrenzen.

### Injektionsmodi: Direktinjektion

Die Direktinjektion sollte nicht mit der On-Column-Injektion verwechselt werden. Es ist eine Methode bei der die Probe im Injektor blitzartig verdampft wird. Hierbei wird der Injektor unabhängig von der Säule geheizt.

### Injektionsmodi: Verdampfung mit programmierter Temperatur (PTV)

Bei der PTV-Injektion wird die flüssige Probe in einen kalten Glasliner injiziert. Nachdem die Spritze entfernt wurde, wird das Verdampfungsröhrchen kontrolliert erhitzt (üblicherweise schnell), um die Probe zu verdampfen. Diese Injektionsmethode erlaubt eine spezielle Behandlung der Probe, um z.B. das Lösungsmittel zu entfernen, oder um die thermische Zersetzung thermisch labiler Verbindungen zu vermeiden.

# VORBEUGUNG VON PROBLEMEN

## Der Injektor: Erstellen eines Wartungsplans

Viele Probleme in der GC treten auf, da Teile des Systems ausgetauscht werden müssen. Häufig ist es nicht gleich offensichtlich welches Teil ausgetauscht werden muss. Aus diesem Grund kann man einige Zeit benötigen, um die Ursache zu finden und das Problem zu beheben.

Anstelle darauf zu warten, dass ein Problem auftritt, ist es besser eine regelmäßige, proaktive GC-Wartung durchzuführen. Eine Vielzahl der Probleme hat zum Beispiel Ihre Ursache im Bereich des Injektors. Durch regelmäßigen Austausch von Injektorteilen wie Linern und Septen treten Probleme deutlich seltener auf. Dadurch das weniger Probleme auftreten, haben Sie geringere Systemausfallzeiten und erhöhen Ihre Produktivität.

Unten ist eine Liste mit Injektorteilen, die regelmäßig ausgetauscht werden sollten, um einen Systemausfall zu vermeiden. Abhängig davon wie schmutzig Ihre Proben sind, müssen einige Teile häufiger oder weniger häufig ausgetauscht werden. In diesen Fällen passen Sie das Zeitintervall oder die Anzahl an Injektionen zwischen den Austauschen entsprechend der Proben an.

	Teil	Wechselintervall
	Septen	Septen 100 Injektionen (abhängig vom Nadeltyp)
	Liner	Proben- und matrixabhängig <i>Übliche Wechselintervalle</i> <ul style="list-style-type: none"><li>• Schmutzige Proben/Bodenproben: &lt; 2 Wochen</li><li>• Wassereextrakte: ca. 4 Wochen</li><li>• Headspace-Injektionen: ca. 6 Monate</li></ul>
	Dichtringe (O-Ringe)	6 Monate (oder bei jedem Wechsel des Liners)
	Injektordichtung	Injektordichtung – probenabhängig (spätestens nach 6 Monaten)



Für eine tieferegehende Diskussion bezüglich des Wartungsplans für Ihren GC Injektor, kontaktieren Sie bitte Ihren GC-Spezialisten unter [GCSpecialist@Phenomenex.com](mailto:GCSpecialist@Phenomenex.com)

# VORBEUGUNG VON PROBLEMEN

## Injektor: Wartung & Reinigung

---



**Achtung! Dieses Verfahren erfordert den Gebrauch von Druckluft, so dass ein Augenschutz getragen werden sollte.**

**Notiz:** Am Besten ist es, saubere Ersatz Liner oder Inserts für einen raschen Austausch vorrätig zu haben.

Vollständige Wartungs Reinigungs Prozedur:

1. Schalten Sie den Injektor Ofen auf und lassen Sie den Injektor abkühlen.
2. Entfernen Sie das Septum
3. Entfernen Sie Liner oder Insert.
4. Entfernen Sie gegebenenfalls das Base Seal.
5. Verwenden Sie trockene Luft oder Stickstoff, um lockere Partikel auszublasen.
6. Verwenden Sie Lappen und Lösungsmittel um die Innenwände zu reinigen, soweit erforderlich.
7. Ersetzen Sie Septum, Liner oder Insert und Base Seal.
8. Gasleitungen müssen gegebenenfalls auch ersetzt oder gereinigt werden.
9. Bauen Sie den Injektor wieder zusammen und spülen Sie diesen mit sauberem, trockenem Gas, um Lösungsmit telrückstände zu entfernen.

**Notiz:** Leichte Pflegearbeiten erfordern kein Wechsel von Septum und Base Seal. Vermeiden Sie, Stellen die ins Innere des Injektors führen mit den Fingern zu berühren, da Fingerabdrücke Kontaminationen hervorrufen.

# VORBEUGUNG VON PROBLEMEN

## Der Detektor: Wartung & Reinigung

---



**Achtung! Tragen Sie einen Augenschutz, wenn Sie mit Fused Silica Kapillaren oder Druckluft arbeiten.**

### Elektronen Einfang Detektor (ECD)

Aufgrund des Vorhandenseins von radioaktiven Nickel, sollte der Detektor nur von Fachleuten mit speziellem Training und einer entsprechenden Lizenz auseinander gebaut werden. Die Reinigung beschränkt sich darauf, den Detektor bei 350 °C für 3 Stunden bis hin zu über Nacht ausheizen.

### Flammen Ionisations Detektor (FID)

Gelegentlich ist eine Reinigung der Collector Bore und Düse erforderlich um Ablagerungen zu entfernen. Die Ablagerungen bestehen üblicherweise aus weißen Silica vom Säulenbluten oder schwarzen kohlenstoffhaltigem Ruß, die wiederum ein Rauschen oder Spikes verursachen können.

#### Reinigungsprozedur:

1. Schalten Sie den Detektor und den dazugehörigen Ofen aus.
2. Schalten Sie das Gas zum Detektor ab.
3. Lassen Sie den Detektor abkühlen.
4. Öffnen Sie den Detektor und verwenden Sie Hilfsmittel (Bürste, Draht, etc.) und Druckluft um Verunreinigungen zu entfernen.
5. Waschen Sie den Kollektor mit dest. Wasser und organischen Lösungsmittel, soweit erforderlich.
6. In einem Ofen bei 70 °C für mehr als 30 Minuten trocknen.

### Flammen Photometrischer Detektor (FPD)

#### Reinigungsprozedur:

1. Lassen Sie das Gerät abkühlen.
2. Schalten Sie den Gasfluss zum Detektor ab.
3. Schalten Sie den Strom zum GC ab und ziehen Sie den Stecker der Hauptspannung.
4. Entfernen Sie die Detektor Blende, trennen und entfernen Sie den Detektor.
5. Entfernen Sie die Düsen und prüfen Sie den Aufbau. Beseitigen Sie etwaige Ablagerungen mechanisch, z.B. mit einem Draht.
6. Prüfen Sie die Zündkerze und die Quarzfenster und reinigen Sie diese, falls erforderlich.
7. Pusten Sie lose Partikel mit Druckluft weg.
8. Entfernen Sie die Düse, falls diese beschädigt oder nur schwer mit einem Draht zu reinigen ist.

### Stickstoff Phosphor Detektor (NPD)

**Vorsicht:** Wasserstoff Gas dient zum Zünden des NPD Detektors. Wird der Wasserstoff angelassen, nachdem der Detektor bereits von der Säule getrennt ist, so kann dieses Gas sich anreichern und eine gefährliche Explosion erzeugen.

Gelegentlich ist eine Reinigung der Sammelelektrode und Düse erforderlich, um Ablagerungen zu entfernen. Die Ablagerungen bestehen üblicherweise aus weißem Silica vom Säulenbluten oder schwarzem kohlenstoffhaltigem Ruß, die wiederum ein Rauschen oder Spikes verursachen können.

# SÄULENPFLEGE UND GEBRAUCHSHINWEISE

---



## Anschluss der Säule

### Checkliste vor dem Anschluss der Säule

- Ersetzen Sie, falls nötig, die Sauerstoff-, Feuchtigkeits- und Kohlenwasserstofffallen.
- Stellen Sie sicher, dass der Injektor sauber und frei von Rückständen von Proben und des Septums oder Kapillarbruchstücken sind.
- Prüfen Sie und ersetzen Sie gegebenenfalls kritische Teile des Injektors wie Dichtungen, Liner und Septen.
- Prüfen Sie und ersetzen Sie gegebenenfalls die Detektordichtungen.
- Prüfen Sie Ihre Säule auf Beschädigungen oder Brüche.
- Prüfen Sie die Gasflaschen und stellen Sie sicher, dass eine ausreichende Versorgung an Trägergas, Make-Up-Gas und Brenngas verfügbar ist. Die Trägergase sollten von höchster Reinheit sein. Anmerkung: Es ist unabdingbar, dass Sauerstoff und Wasser durch Verwendung geeigneter Filter oder Adsorbentien aus dem Trägergas entfernt werden.

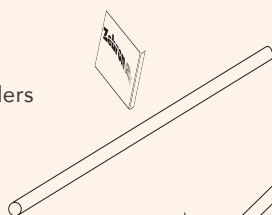
### Kennzeichnen einer Flussrichtung

**Bemerkung:** GC Säulen haben von Seiten des Herstellers keine vorgegebene Flussrichtung. Phenomenex empfiehlt jedoch nach der ersten Verwendung Ihrer neuen Zebtron Säule, die Einbaurichtung beizubehalten. Das ist vor allem wichtig beim Umgang mit aktiven oder verunreinigten Proben. Werden diese Proben regelmäßig auf die Säule gegeben, so kommt es zur Ablösung der stationären Phase, was zu einem höheren Bluten führt. Erste Abhilfe zum Beheben des Blutens kann durch Kürzen des Säulenansfangs um 10 cm geschaffen werden.

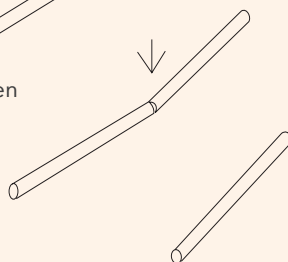
Wurden die beiden Säulenenden im Wechsel an den Injektor angeschlossen, so wird der Versuch das Bluten durch Kürzen der Säule zu beheben, nicht helfen.

### Sicherstellen eines sauberen Säulenschnittes

- 1 Anritzen der Kapillare mit der ebenen Kante des Säulenschneiders im 45° Winkel



- 2 Ausüben von etwas Druck nach unten auf die Schnittstelle



- 3 Die Kapillare sollte sauber durchbrechen



- 4 Überprüfen Sie die Schnittkante mit einem Vergrößerungsglas – der Schnitt sollte eben und nicht kantig sein

### Kapillare mit sauberem & unsauberem Schnitt



Richtig



Falsch

# SÄULENPFLEGE UND GEBRAUCHSHINWEISE

## Anschluss der Säule

---

### Anschluss am Injektor

1. Schieben Sie eine Nut und ein Ferrule über den Säulenanfang, so dass ein Teil der Säule übersteht  
Kürzen Sie 1-2 cm von dem überstehenden Ende, um gegebenenfalls in die Säule gelangte Ferrule Rückstände zu entfernen. Überprüfen Sie die Schnittkante mit einem Vergrößerungsglas und stellen Sie sicher dass diese eben, sauber und senkrecht ist – kürzen Sie ggf. ein weiteres Stück.
2. Hängen Sie die Säule vorsichtig in den GC Ofen. Achten Sie darauf, dass die Polyimidschicht an der Außenseite der Kapillarsäule nicht zerkratzt oder beschädigt wird.  
Drehen Sie die Säule um Knicke an der Kapillarsäule und Kontakt mit der Ofenoberfläche zu vermeiden.
3. Führen Sie den Säulenanfang um exakt die Länge in den Injektor ein, die im Benutzerhandbuch des Gerätes beschrieben ist. Ziehen Sie die Nut handfest und danach eine weitere ½ Umdrehung mit einem geeigneten Sechskantschlüssel an. Lässt sich die Kapillare noch bewegen, ziehen Sie eine weitere ¼ Drehung an, bis die Säule fest ist.
4. Stellen Sie den Trägergasfluss so ein, dass Sie die auf dem QC-Chromatogramm angegebene Geschwindigkeit erhalten.

### Anschluss am Detektor

**Anmerkung:** Für den Betrieb an hochempfindlichen Detektoren wie ECD oder MS wird empfohlen, die Säule vor Einbau an den Detektor zu konditionieren, um Verunreinigungen am Detektor zu vermeiden.

1. Ziehen Sie eine Nut und ein Ferrule über das Säulenende und kürzen Sie die Säule dann um 1-2 cm. Achten Sie auf die richtige Größe und Einbaurichtung des Ferrules. Betrachten Sie die Schnittkante mit einem Vergrößerungsglas und achten Sie auf einen ebenen und senkrechten Schnitt. Kürzen Sie um ein weiteres Stück, falls erforderlich.
2. Führen Sie das Säulenende exakt in der im Benutzerhandbuch beschriebenen Distanz in den Detektor ein. Einbautiefen variieren je nach Detektor. Ziehen Sie die Nut handfest an, danach ½ Umdrehung mit einem geeigneten Sechskantschlüssel. Lässt sich die Säule noch bewegen, ziehen Sie um eine weitere ¼ Drehung an, bis die Säule fest ist.
3. Untersuchen Sie die Säulenverbindungen auf undichte Stellen mit einem elektronischen Leck-Detektor. Undichte Stellen am Ende des Injektors können eventuell zu Sauerstoffeintritt und somit zu erhöhtem Bluten und Zerstörung der Säulenphase führen.



# SÄULENPFLEGE UND GEBRAUCHSHINWEISE

## Konditionieren der Säule

### Schritte der Säulenkonditionierung

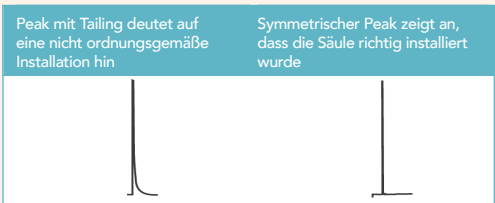
1. Spülen Sie die Kapillare eine ausreichende Zeit mit Trägergas, um restlichen Sauerstoff zu entfernen.
2. Erhöhen Sie die Temperatur auf die maximale isotherme Betriebstemperatur, die auf dem QC-Chromatogramm Ihrer Zebtron Säule angegeben ist. Halten Sie diese Temperatur, bis eine stabile Basislinie erhalten wird. Die Zeiten für die Konditionierung sind abhängig von der Phase und der Filmdicke. Säulen mit dickerem Film benötigen einen längeren Zeitraum zur Konditionierung.
3. Um die Ausfallzeit des Gerätes zu minimieren, kann die Säule auch über Nacht bei der maximalen isothermen Betriebstemperatur konditioniert werden.

### Überprüfung der Installation

1. Injektion einer detektierbaren nicht retinierten Substanz, wie z.B. Methan/FID, um die Totzeit und lineare Gasgeschwindigkeit bei der erforderlichen Säulentemperatur zu bestimmen. Passen Sie den Gasdruck entsprechend des eingesetzten Trägergases an, um eine optimale Flussrate zu erzielen.
2. Der nicht retinierte Peak sollte eine ideale Peakform haben, ansonsten ist die Installation nicht fachgemäß und muss erneut durchgeführt werden.

### Breiter Peak und/oder Tailing, prüfen Sie folgendes:

- Falsche Positionierung der Säule im Injektor oder Detektor
- Kontamination der Splitleitung
- Angeschlagene oder gerissene Splitleitung
- Ungenügender Transfer von der Probe auf die Säule durch falsche Einstellung des Makeup Gases
- Unsauberer Schnitt oder beschädigtes Säulenende



### Nicht retinierte Peakzeiten und Marker

**Methan mit FID/TCD:** Berechnen Sie die lineare Geschwindigkeit, durch Injektion von 25-100 µl 1% Methan in N2. Messen Sie die Retentionszeit des Methanpeaks und berechnen Sie Folgendes:

**Lineargeschwindigkeit (u) = L/t<sub>0</sub>**

Detektor Typ	Totzeitmarker
ECD	Methylenchlorid <sup>2,3</sup> , Dichlordifluormethan
FID	Methan, Butan <sup>1</sup>
NPD	Acetonitril <sup>2,4</sup>
PID, ELCD	Vinylchlorid
TCD, MS	Methan, Butan, Luft <sup>1</sup>

1. Aus dem Einwegfeuerzeug

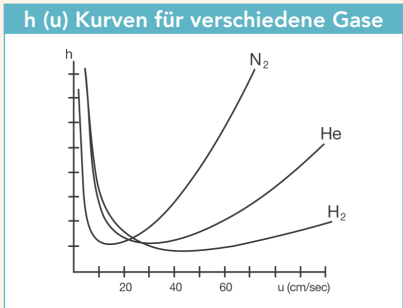
2. Geben Sie 1-2 Tropfen in ein Autosampler Gläschen und verschließen Sie dieses. Schütteln und 1-2 µl aus der Gasphase des Gläschens injizieren. Aber nichts von der Flüssigkeit einspritzen.

3. Die Säulentemperatur sollte über 55 °C betragen

4. Die Säulentemperatur sollte über 95 °C betragen

### Empfohlene Retentionszeiten für nicht-retinierte Verbindungen

Länge (m)	H <sub>2</sub> (sec)	He (sec)	N <sub>2</sub> (sec)
15	38	75	150
30	75	150	300
60	150	300	600



# SÄULENPFLEGE UND GEBRAUCHSHINWEISE

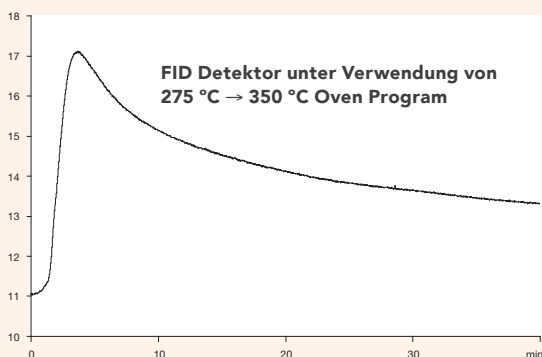
## Grundlagen der Konditionierung: Das System

Ein erhöhtes Signal während der Konditionierung ist normal und auch zu erwarten, wenn neuen Komponenten im System installiert worden sind. Nach Installation einer neuen Säule, zeigt sich oft ein erhöhtes Detektorsignal, welches langsam bei konstant ansteigender Temperatur über die Zeit abnimmt. Ein Missverständnis ist, dass der Anstieg der Basislinie einzig auf Säulenbluten zurückzuführen ist. Es ist eine Kombination aus mehreren Ursachen, die zusammengefasst als Systembluten bezeichnet werden können. Vor allem bei Temperaturen unterhalb von 200 °C, sind nahezu alle Hintergrundsignale das Ergebnis vom Systemrauschen.

### Effekte durch den Detektor

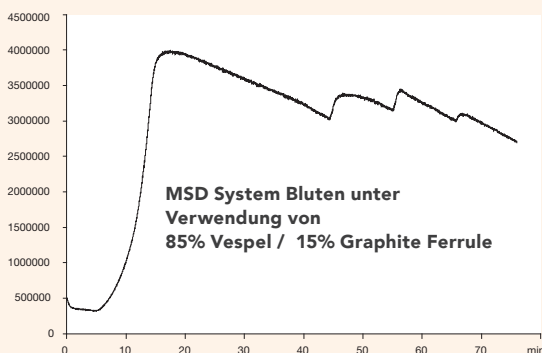
Während des Einbaus einer neuen Säule, wird der Detektor häufig der Einfachheit halber herunter gekühlt. Ist die Säule dann während der Konditionierung mit dem Detektor verbunden, kann es zur Kontamination des Detektors kommen. Wird die Betriebstemperatur des Detektors, nach der Konditionierung der neuen Säule erneut verändert, kommt es zu einem erhöhtem Signal, welches als Säulenbluten interpretiert werden kann (siehe Abb. unten). Eine Erhöhung der Detektortemperatur von einer konstanten Betriebstemperatur von 275 °C auf 350 °C führte zu einem Anstieg des Signals um 6 pA!

Der Effekt würde stärker auftreten, wenn der Detektor über einen längeren Zeitraum konstant bei Raumtemperatur betrieben worden wäre. Nach einer längeren Ruhepause ist es nicht ungewöhnlich, dass sehr sensitive Detektoren wie z.B. Elektronen Einfang Detektoren (ECD) sehr hohe Signale zeigen, die auch teilweise über Tage anhalten können.



### Effekte durch Verbrauchsmaterialien

Wird die Detektor Temperatur konstant gehalten, so kann es auch andere Ursachen für ein Ansteigen der Basislinie geben. Ferrules absorbieren Gase und andere Verunreinigungen, die bei hohen Temperaturen ausdampfen können. Die Abbildung zeigt ein Spektrum, einer unbelegten Säule, ohne stationäre Phase, die unter Verwendung von neuen Ferrules installiert wurde. Das Signal lässt sich somit einzig auf Systemrauschen und nicht auf Säulenbluten zurückführen. Man beachte die hohe Intensität des Rauschsignals, welches oft höher ist als das Signal vieler Analyten Peaks. Dadurch wird das Signal-Rausch-Verhältnis vermindert, was die Nachweisgrenzen erheblich herabsetzen kann. Dieser Effekt wird durch eine Konditionierung des Systems minimiert.



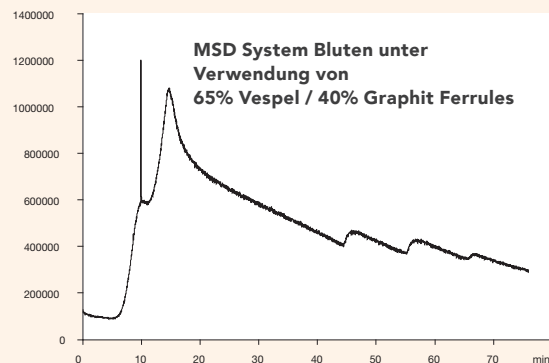
#### Ofenprogramm:

40 °C für 5 min auf 320 °C mit 30 °C/min für 30 min auf 340 °C mit 30 °C/min für 10 min auf 360 °C mit 30 °C/min für 10 min auf 370 °C mit 30 °C/min für 10 min.

# SÄULENPFLEGE UND GEBRAUCHSHINWEISE

## Grundlagen der Konditionierung: Das System

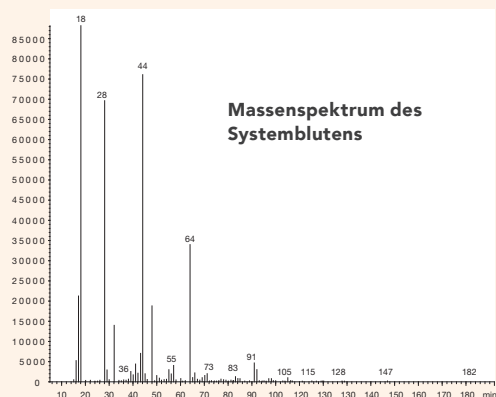
Auch die Zusammensetzung der Ferrules kann das Systembluten beeinflussen. Nach Durchlauf des gleichen Ofenprogrammes, ist das Signal 90% niedriger, wenn ein Ferrule mit höherem Graphit Anteil verwendet wird.



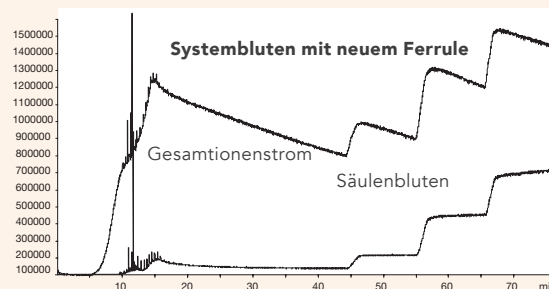
### Ofenprogramm:

40 °C für 5 min auf 320 °C mit 30 °C/min für 30 min auf 340 °C mit 30 °C/min für 10 min auf 360 °C mit 30 °C/min für 10 min to 370 °C mit 30 °C/min für 10 min.

Die wesentlichen Ionen sind 17, 18, 28, 32, 44 und 64. Die meisten Massen können durch die gängigsten Gase, die durch die Ferrules adsorbiert wurden, erklärt werden (wie z.B. Wasser, Kohlenstoffmonoxid, Stickstoff, Sauerstoff und Kohlenstoffdioxid). Da die gleichen Ionen auch bei einem Leck im System oder bei einer kontaminierten Vakuumkammer auftreten würden, wurde das System vorher hinsichtlich Luft und Wasser auf potentielle Lecks getestet. Weitere Analysen nach der ersten Konditionierung zeigten eine drastische Abnahme dieser Ionen, was bei einem Leck im System nicht der Fall gewesen wäre.



Neue 60/40 Vespel-Graphit Ferrules wurden mit einer Zebtron ZB-5 installiert. Der Gesamtionenstrom zeigt das Systembluten (oben). Das reine Säulenbluten wurde durch Subtraktion des Systemblutens erhalten (unten). Bei normalen Betriebsbedingungen können oft über 90% der Ionenintensität einzig auf Systembluten durch Ausgasungen der Ferrule zurückgeführt werden.



Nach der Installation einer GC-Säule, sollte immer ein Heizzyklus folgen, um das System zu konditionieren. Während des Konditionierungszyklus wird somit das komplette System und nicht nur die neue Säule konditioniert. Um den Detektor, während dieser Zeit vor möglichen Kontaminationen zu schützen, wird empfohlen, die Säule nicht mit dem Detektor zu verbinden. Weiterhin kann die Zusammensetzung der Ferrules die Zeit der Konditionierung beeinflussen, da diese die Hauptkomponente für ausgasende Stoffe sind. Ebenso sollte die Kontamination durch den Injektor in Betracht gezogen werden, wenn das Systembluten bestimmt wird. Kontaminationen des Injektors würden als Peaks erscheinen.

## TROUBLESHOOTING GUIDE

Lernen Sie mehr und greifen Sie auf freie Ressourcen zurück

[www.phenomenex.com/TroubleGC](http://www.phenomenex.com/TroubleGC)

### Australien

t: +61 (0)2-9428-6444  
f: +61 (0)2-9428-6445  
auiinfo@phenomenex.com

### Belgien

t: +32 (0)2 503 4015 (Französisch)  
t: +32 (0)2 511 8666 (Niederländisch)  
f: +31 (0)30-2383749  
beinfo@phenomenex.com

### China

t: +86 400-606-8099  
f: +86 (0)22 2532-1033  
phen@agela.com

### Dänemark

t: +45 4824 8048  
f: +45 4810 6265  
nordicinfo@phenomenex.com

### Deutschland

t: +49 (0)6021-58830-0  
f: +49 (0)6021-58830-11  
anfrage@phenomenex.com

### Finnland

t: +358 (0)9 4789 0063  
f: +45 4810 6265  
nordicinfo@phenomenex.com

### Frankreich

t: +33 (0)1 30 09 21 10  
f: +33 (0)1 30 09 21 11  
franceinfo@phenomenex.com

### Großbritannien

t: +44 (0)1625-501367  
f: +44 (0)1625-501796  
ukinfo@phenomenex.com

### Indien

t: +91 (0)40-3012 2400  
f: +91 (0)40-3012 2411  
indiainfo@phenomenex.com

### Irland

t: +353 (0)1 247 5405  
f: +44 1625-501796  
eireinfo@phenomenex.com

### Italien

t: +39 051 6327511  
f: +39 051 6327555  
italiainfo@phenomenex.com

### Kanada

t: +1 (800) 543-3681  
f: +1 (310) 328-7768  
info@phenomenex.com

### Luxemburg

t: +31 (0)30-2418700  
f: +31 (0)30-2383749  
nlinfo@phenomenex.com

### Mexiko

t: 01-800-844-5226  
f: 001-310-328-7768  
tecnicomx@phenomenex.com

### Neuseeland

t: +64 (0)9-4780951  
f: +64 (0)9-4780952  
nzinfo@phenomenex.com

### Niederlande

t: +31 (0)30-2418700  
f: +31 (0)30-2383749  
nlinfo@phenomenex.com

### Norwegen

t: +47 810 02 005  
f: +45 4810 6265  
nordicinfo@phenomenex.com

### Österreich

t: +43 (0)1-319-1301  
f: +43 (0)1-319-1300  
anfrage@phenomenex.com

### Puerto Rico

t: +1 (800) 541-HPLC  
f: +1 (310) 328-7768  
info@phenomenex.com

### Schweden

t: +46 (0)8 611 6950  
f: +45 4810 6265  
nordicinfo@phenomenex.com

### Spanien

t: +34 91-413-8613  
f: +34 91-413-2290  
espinfo@phenomenex.com

### Vereinigte Staaten

t: +1 (310) 212-0555  
f: +1 (310) 328-7768  
info@phenomenex.com

### Für alle anderen Länder:

**Unternehmensitz USA**  
t: +1 (310) 212-0555  
f: +1 (310) 328-7768  
info@phenomenex.com



## www.phenomenex.com

Phenomenex Produkte sind weltweit erhältlich. Für Informationen über den Vertriebspartner in Ihrem Land kontaktieren Sie bitte: Phenomenex USA, International Department, E-mail: [international@phenomenex.com](mailto:international@phenomenex.com)

### Bedingungen

Es gelten die allgemeinen Geschäftsbedingungen von Phenomenex, einsehbar unter [www.phenomenex.com/TermsAndConditions](http://www.phenomenex.com/TermsAndConditions).

### Markenzeichen

Inferno, WAX<sub>PLUS</sub>, S<sub>PLUS</sub>, 1<sub>PLUS</sub>, 5M<sub>PLUS</sub>, MultiResidue sind Markenzeichen von Phenomenex. Zebtron ist ein eingetragenes Markenzeichen von Phenomenex. DB, HP und Agilent sind eingetragene Markenzeichen von Agilent Technologies, Inc. Rtx, Rxi, MXT, Stx, XTI und Stabilwax sind eingetragene Markenzeichen und Famewax ist ein Markenzeichen der Restek Corporation. SPB, Equity, SLB, SUPLECOWAX, Petrocol, Omegawax und Supleco sind eingetragene Markenzeichen und MDN sowie Nukol sind Markenzeichen von Sigma-Aldrich Co., LLE. Alltech und AT sind eingetragene Markenzeichen der Alltech Associates Inc. SOLGEL-WAX und SolGel-1ms sind Markenzeichen und SGE ist ein eingetragenes Markenzeichen von SGE Analytical Science Pty Ltd. OV ist ein eingetragenes Markenzeichen der Ohio Valley Specialty Company.

### Ausschlussklausel

Phenomenex steht in keinerlei Beziehung zu Agilent Technologies, Inc., Restek Corp., Sigma-Aldrich Co, LLE, Alltech Associates, LLE, SGE Analytical Science Pty Ltd. oder Ohio Valley Specialty Company.