



**Number:**

**Title:**

**Title (EN):**

**Type:**

**Scope:**

**Area:**

**Country:**

**Previous Number:**

#### **Document Information**

**Revision:**

**Status:**

**Effective Date:**

Lokaler Titel: Quality Control - Gaschromatograph Modell HP 6890 mit Autoprobengeber  
TurboMatrix HS-40 - Bedienung

## 1 ZIEL

Das Ziel dieses Dokuments die Beschreibung der Vorgehensweise zur Bedienung und Kalibrierung des Gaschromatograph Modell HP 6890N mit Autoprobengeber TurboMatrix HS-40.

## 2 GELTUNGSBEREICH

Dieses Dokument gilt für alle Mitarbeiter der Bereiche der chemischen Laboratorien innerhalb der Abteilung Internal Manufacturing Quality – Quality Control, im Folgenden Quality Control, der Grünenthal GmbH, die GC-Analysen durchführen.

## 3 VERANTWORTLICHKEIT

| Funktion/Rolle                         | Verantwortlichkeit                                 |
|--|--|
| Ersteller                              | Aktualisierung der Anweisung                       |
| Leitung Internal Manufacturing Quality | Sicherstellung der Genauigkeit und Vollständigkeit |
| Mitarbeiter                            | Einhaltung der Vorgaben dieser Anweisung           |

## 4 DEFINITIONEN

| Begriff | Definition                   |
|---------|------------------------------|
| CDS     | Chromatographie Daten System |
| GC      | Gaschromatographie           |

## 5 DURCHFÜHRUNG

### 5.1 Allgemeines

#### 5.1.1 Standort

Als Standort ist ein üblicher Labortisch ausreichend. Um die heiße Abluft aus dem Ofen ungehindert abzuführen, müssen hinter dem Gerät ca. 10 cm frei bleiben. Ebenfalls soll der Raum oberhalb des Gerätes frei bleiben.

### 5.1.2 Gasversorgung

Der Gaschromatograph soll für eine optimale chromatographische Leistung mit folgenden Gasen betrieben werden:

|   |                      |
|---|----------------------|
| Helium (Trärgas) Reinheit 4.6 oder besser | 99,996 %             |
| Stickstoff (make up-Gas) Reinheit 5.0     | 99,9990%             |
| Wasserstoff (Detektorgas) Reinheit 5.0    | 99,9990 %            |
| Luft (Detektorgas)                        | möglichst wasserfrei |

Nach dem Wechsel der Gasflasche sind die Anschlüsse mit Lecksuchflüssigkeit bzw. Lecksuchspray auf Dichtigkeit zu überprüfen.

### 5.1.3 Gerätekonfiguration

#### 5.1.3.1 Injektor

Der Gaschromatograph wird für die Kapillarsäulen im Splitmodus betrieben.

In Ausnahmefällen ist der Injektor im Splitlessmodus zu betreiben. Nach Analysenende ist das Einlasssystem wieder in den ursprünglichen Zustand zu bringen.

#### 5.1.3.2 Säulen

Das Gerät kann nur mit Fused-Silica-Kapillarsäulen betrieben werden.

#### 5.1.3.3 Detektor

Der Gaschromatograph ist mit einem Flammenionisationsdetektor (FID) ausgerüstet.

#### 5.1.3.4 Steuerung der Gasversorgung

Am Gaschromatograph können alle Gasflüsse - für den Injektor, Detektor oder Säule - mit Hilfe der elektronischen Pneumatiksteuerung (EPC) über die Tastatur eingegeben werden.

## 5.2 Bedienung Gaschromatograph

### 5.2.1 Allgemeines

Der EPC ermöglicht die Einstellung der Gasflüsse und -drücke sowie eine Vielzahl von Programmschritten.

Die Einstellungen für die Säulen sollten immer vor den Einstellungen für den Einlass vorgenommen werden!

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

- Der Inhalt vieler Tabellen hängt von der Ausstattung des Gerätes ab. Viele seiner Bestandteile kann der Gaschromatograph selbst selektieren, aber einige Informationen (wie z.B. das verwendete Trägergas) müssen vom Anwender eingegeben werden. In der Abteilung Quality Control wird als Trägergas immer Helium eingesetzt.

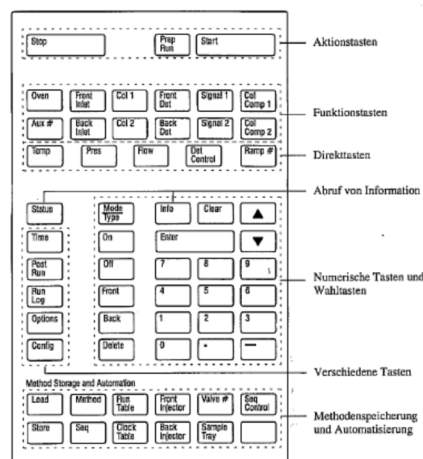


Abbildung 1 zeigt die Tastatur des Gaschromatographen.

## **5.2.2 Fluss- und Drucksteuerung**

### **5.2.2.1 Konfigurierung der Kapillarsäule**

Eine Kapillarsäule wird konfiguriert, in dem ihre Länge, ihr Innendurchmesser und ihre Filmdicke angegeben wird. Diese Information kann dem Schild, das an der Säule hängt entnommen werden. Mit Hilfe dieser Informationen kann das Gerät den Fluss durch die Säule berechnen. Dies hat den Vorteil, dass bei Einsatz von Kapillarsäulen folgende Möglichkeiten dem Benutzer offenstehen:

- Direkter Eingabe von Splitverhältnissen, wobei das Gerät die entsprechende Flussrate berechnet und einstellt.
- Eingabe von Flussraten oder Säulenvordrücken bzw. einer durchschnittlichen linearen Geschwindigkeit. Das Gerät berechnet den Druck, der für die Flussrate und die Geschwindigkeit notwendig ist, stellt diesen ein und gibt alle Werte aus.
- Durchführung der splitlos Injektion, ohne dass die Gasflüsse gemessen werden müssen.
- Falls die Säulenparameter nicht bekannt sind, so kann die Säule nicht definiert werden. Hierzu bei der Länge der Säule und bei dem Durchmesser eine Null eingeben.
- mit dem Cursor auf INLET und auf FRONT drücken.
- mit dem Cursor auf DETECTOR und auf FRONT drücken.

Die Konfigurierung der Kapillarsäule wird über das CDS-System gesteuert. Damit ist die Konfigurierung der Kapillarsäule abgeschlossen. Diese Konfigurierung sollte immer am Anfang der Analytik durchgeführt werden.

### **5.2.2.2 Konfigurierung des Trägergases**

In der Abteilung Quality Control wird als Trägergas immer Helium verwendet. Hierzu gehen Sie folgendermaßen vor:

Config und Front Inlet oder Back Inlet drücken.

- Mode drücken und das Menü für das Trägergas erscheint. Helium anwählen. Normalerweise muss diese Einstellung nur einmal vorgenommen werden, da bei in der Abteilung Quality Control nur Helium verwendet wird, muss diese Einstellung im Gerät gespeichert werden.

### 5.2.2.3 Auswahl eines Säulenmodus

Es können mit dem Gaschromatographen zwei verschiedene Modi angewählt werden.

Flussmodus:

Es besteht die Möglichkeit immer mit einem konstanten Fluss zu arbeiten. Wenn sich der Säulenwiderstand aufgrund der Temperatur ändert, wird der Säulendruck automatisch angepasst, so dass die Flussrate konstant bleibt. Dies kann Analysenläufe bedeutend verkürzen.

Druckmodus:

Das Gerät behält über den ganzen Lauf einen konstanten Säulenvordruck. Mit dem Säulenwiderstand verändert sich nicht der Säulenvordruck, sondern der Massenfluss durch die Säule.

Den gewünschten Einlassmodus wählen. Normalerweise wird der Modus SPLIT angewählt. Das Splitverhältnis kann als Wert Splitratio eingegeben werden. Es besteht auch die Möglichkeit direkt den Splitfluss anzugeben. Der Gaschromatograph berechnet dann direkt das Splitverhältnis.

Die Konfiguration wird über das CDS-System ausgewählt.

### 5.2.2.4 Septumspülfluss

Der Septumspülfluss wird vom Gaschromatographen automatisch eingestellt.

### 5.2.2.5 Detektor

Bei den Gaschromatographen wird als Detektor ein Flammenionisationsdetektor (FID) verwendet. Die Konfigurierung des Detektors braucht nicht verändert zu werden. Der Detektortyp ist FID und ist als Front- / Back- Detektor definiert.

- Zur Erstellung der Tabelle der Detektorsteuerung ist folgendermaßen vorzugehen:
- Überprüfung der Säulenkonfiguration.
- Der Detektor ist als Front-/ Back- Detektor und als FID zu konfigurieren. Auf der Seite des Front-/ Back- Detektors ist die Temperatur des Detektors, der Wasserstofffluss und der Luftfluss einzustellen. Ebenso wird eingestellt, dass ein Make-up-Gas vorhanden ist und mit welcher Geschwindigkeit das Make-up-Gas durch den Detektor strömen soll.
- Anfangs ist die Flamme auf OFF geschaltet. Zum Zünden der Flamme ist in der Zeile FLAME die Flamme auf ON zu schalten.
- Folgende maximale Flussraten können bei einer EPC-Steuerung für ein Flammenionisationsdetektor eingestellt werden:

| Gas                      | max. Flussrate (ml/min) |
|--------------------------|-------------------------|
| Wasserstoff              | 100                     |
| Luft                     | 800                     |
| Helium (Trärgas)         | 100                     |
| Stickstoff (Make-up-Gas) | 100                     |

Number: PROC-004196

Revision: 02

Status:  
Release

Gültigkeitsdatum: 16 May 2023

### 5.2.3 Säulenwechsel

Der Säulenwechsel einer Kapillarsäule ist folgendermaßen vorzunehmen:

- Die Gasversorgung muss abgeschaltet sein.
- Mit einem passenden Schraubenschlüssel sind die Befestigungsschrauben der Kapillarsäule sowohl am Injektor als auch am Detektor zu lösen.
- Die Säulenenden aus dem Injektor und dem Detektor nach unten herausziehen.
- Vorsichtig die Kapillarsäule zusammen mit dem Käfig aus dem Ofenraum nehmen.
- Eine neue Kapillarsäule (mit Käfig) in den Ofenraum einsetzen.
- Beide Säulenenden mit den Befestigungsschrauben und den entsprechenden Graphit-Klemmrings versehen.
- Die Befestigungsschraube an der Injektorseite so positionieren, dass die Kapillarsäule 12mm über das Ende des Klemmrings und der Befestigungsschraube oder 16mm unterer Kante der Befestigungsschraube herausragt. Der korrekte Abstand kann mit Korrekturflüssigkeit für Schreibmaschinen auf der Kapillarsäule hinter der Befestigungsschraube markiert werden (Vergleich: Benutzerhandbuch).
- Kapillarsäule, Klemmring und Befestigungsschraube sind gerade in den Sockel des Injektorsystems einzuführen.
- Die Befestigungsschraube fingerfest anziehen.

Achtung: Bei einem Überdrehen der Säulenmutter kann die Säule zerbrechen.

- Das andere Säulenende vorsichtig soweit wie möglich in den Detektor führen. Die Befestigungsschraube mit den Fingern festziehen und die Kapillarsäule etwa 1 mm aus dem Detektor zurückziehen. Danach die Befestigungsschraube fester anziehen.
- Abschließend kann das System mittels Lecksuchspray bzw. -flüssigkeit auf Dichtigkeit zu überprüfen.

### 5.2.4 Gaseinstellungen

Vor Inbetriebnahme des Gerätes ist darauf zu achten, dass die Ventile für die Wasserstoffversorgung (Detektor Hydrogen) und die Luftversorgung (Detektor Air) des Detektors zuge dreht (im Uhrzeigersinn) sind.

Falls in der Untersuchungsmethode keine speziellen Bedingungen vorgegeben sind, können folgende Gasvordrücke eingestellt werden:

| Gas                       | Flaschendruck | Laborseitige Reduzierventile |
|---------------------------|---------------|------------------------------|
| Helium (Trärgas)          | 12 bar        | 6,0 bar                      |
| Stickstoff (Make-up-Gas)  | 12 bar        | 6,0 bar                      |
| Wasserstoff (Detektorgas) | 12 bar        | 6,0 bar                      |
| Luft (Detektorgas)        | 3,5 bar       | 2,5 bar                      |

Die Geräteeingangsdrücke können an den Manometern der Laborzeilen eingestellt und abgelesen werden.



Number: PROC-004196

Revision: 02

Status:  
Release

Gültigkeitsdatum: 16 May 2023

### **5.2.5 Einschalten des Gerätes**

Das Gerät wird am Schalter ON/OFF an der linken unteren Seite der Frontwand eingeschaltet. Anschließend führt das Gerät einen Selbsttest durch.

### **5.2.6 Temperaturkontrolle**

Bevor die Temperaturen des Ofens, des Injektors oder des Detektors eingeschaltet werden, muss sichergestellt sein, dass die Trägergasversorgung gewährleistet ist. Gleichzeitig müssen Luft- und Wasserstoffzufuhr für den Detektor abgestellt sein.

Die Temperaturen der einzelnen Komponenten werden nach Drücken der entsprechenden Temperatursteuerungstasten angezeigt. Dann kann durch Eingabe eines neuen Wertes, der mit ENTER bestätigt wird, die Temperatur verändert werden.

#### **5.2.6.1 Temperatureinstellung des Ofens**

Der Ofen hat einen maximalen Temperaturbereich bis 450°C. Es sind bis zu sechs Temperaturrampen mit einer maximalen Laufzeit von 999,99 min und einer Temperatursteigerungsrate der Rampen bis zu 120°C/min.

Die Temperatureinstellung eines isothermischen Laufes bzw. eines Laufes mit Temperaturprogrammierung wird über das CDS-System gesteuert.

### **5.2.7 Einstellung für den Signalausgang – Nullpunkt, Bereich und Abschwächung**

Der Analogausgang wird mit Hilfe der Einträge ZERO, RANGE, ATTENUATION in der Signal-Steuerungstabelle gesteuert.

Die Einstellungen werden im CDS-System vorgenommen.

#### **5.2.7.1 Range**

Der Bereich (Range) wird auch als Skalierung oder Größenordnung bezeichnet. Er begrenzt die Daten, die vom Detektor auf den analogen Signalschaltkreis übertragen werden, um eine Überladung der Schaltkreise zu vermeiden. Je größer der Range gewählt wird, desto kleiner erscheint das Signal im CDS System. Ein Rangewert von "0" entspricht  $2^0$  (1), ein Wert von "13" entspricht  $2^{13}$  (8192).

#### **5.2.7.2 Abschwächung**

Die Abschwächung (Attenuation) bestimmt die Skalierung für die Ausgabe im CDS-System mit einem Bereich von 0 bis 1 mV. Es lassen sich Werte zwischen 0 und 10 einstellen, was  $2^0$  bis  $2^{10}$  entspricht. Wie beim Range wird durch die Erhöhung des Wertes um 1 die Chromatogramm-Größe halbiert, während eine Verringerung um 1 zu einer Verdopplung führt. Die Abschwächung wird zusätzlich zum Bereich eingestellt. Folglich entspricht die Skalierungsgröße  $2^{\text{Range}} * 2^{\text{Attenuation}}$ .

### **5.2.8 Analyse**

Das in der Untersuchungsmethode vorgeschriebene Volumen wird mittels Autoprobengeber oder manuell mit einer dafür vorgesehenen Spritze in den Injektor injiziert.

Bei der Arbeit mit dem automatischen Probengeber ist darauf zu achten, dass z.B. während dem Ablauf eines Temperaturprogramms keine Rückkopplung zwischen Gaschromatograph und CDS erfolgt. Das heißt, mit Beginn der ersten Analyse wird

das Temperaturprogramm am Gaschromatograph gestartet und läuft nach den am Gaschromatograph eingegebenen Parametern ab. Die nachfolgende Einspritzung wird jedoch genau dann vorgenommen, wenn die in der Methode festgelegte Stoppzeit der ersten Probe erreicht ist, egal an welcher Stelle sich das Temperaturprogramm in dem Moment befindet.

Deshalb ist es zwingend notwendig, in der Methode die Stoppzeit für die Probe so festzulegen, dass sie sowohl die Zeit des Temperaturprogramms als auch die Abkühlphase berücksichtigt.

Stoppzeit (Methode) = Laufzeit Temperaturprogramm + Zeit zum Abkühlen des GC  
(Ist nicht notwendig, wenn der GC über das CDS gesteuert wird)

## 5.2.9 Analysenende

Nach Beendigung der Analysensequenz den Gaschromatograph eventuell "ausheizen". Abschließend die Wasserstoff- und Luftversorgung des Detektors zudrehen und den Gaschromatographen auf Raumtemperatur abkühlen lassen.

*Achtung: Erst nachdem der Gaschromatograph abgekühlt ist, darf die Trägergasversorgung abgeschaltet werden!*

## 5.2.10 Bedienung des Autoprobengebers TurboMatrix HS-40

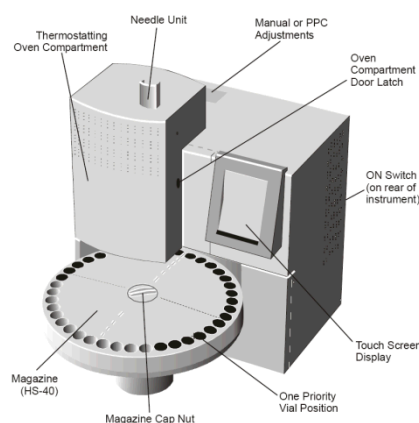
### 5.2.10.1 Allgemein

Der Autoprobengeber besteht aus:

- thermostatisiertem Ofen
- aufheizbarer Nadeleinheit
- Touch Screen Display
- Probenteller für 40 Vials
- TransferLine mit GC-Injektor-Adapter

Der Autoprobengeber wird über das Touch Screen Display programmiert und gestartet.

#### 5.2.10.1.1 Allgemeine Systemübersicht der wichtigsten Systembauteile



#### 5.2.10.1.2 Autoprobengeber

Der Autoprobengeber dient zur automatischen Einspritzung von Gasen in den Einspritzblock des Gaschromatographen. Er kann am Gaschromatographen montiert bzw. demontiert werden.

Number: PROC-004196

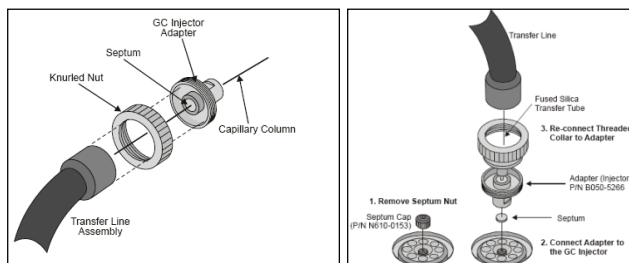
Revision: 02

Status:  
Release

Gültigkeitsdatum: 16 May 2023

## Anschluss der TransferLine an den Kapillar GC

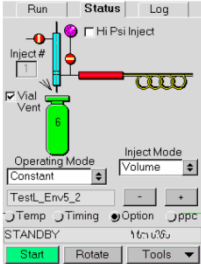
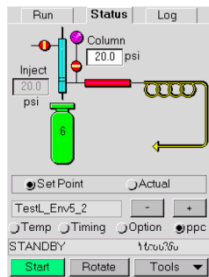

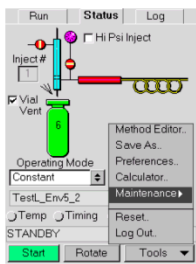
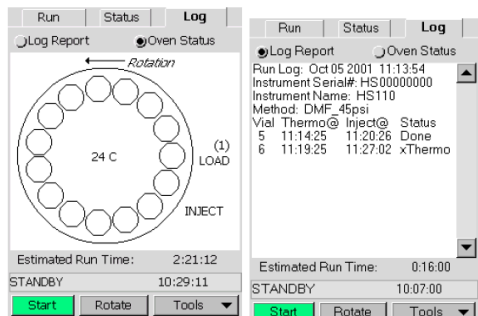
Als erstes entfernt man die Septen-Mutter. Die Transferkapillare sollte 4cm aus dem Adapter herausragen. Mit der Kapillare sticht man in der Mitte durch das Septum führt dieses dann vorsichtig in den Einspritzblock des GC's ein und verschraubt dann mit dem Adapter



### 5.2.10.1.3 Touch Screen Display

Beschreibung der einzelnen Seiten des Displays

| Screen | Beschreibung   |
|--------|--|
|        | <p><b><u>Registerkarte – ABLAUF (RUN)</u></b></p> <p>Dient zur Auswahl des Flaschenbereichs und der zu nutzenden Methode. Die Steuerung erfolgt über die “+” und “-“ Tasten.</p>   |
|        | <p><b><u>Registerkarte – STATUS</u></b></p> <p><b><u>TEMP</u></b></p> <p>Unter Temp werden die Temperaturen für die Nadeleinheit, TransferLine und Ofen eingegeben. Die Steuerung erfolgt über die “+” und “-“ Tasten.</p> |
|        | <p><b><u>ZEITEN (TIMING)</u></b></p> <p>Hier werden Injektionszeit, Druckaufbauzeit, Verweilzeit, Zykluszeit und Thermostatisierungszeit der Proben eingegeben. Die Steuerung erfolgt über die “+” und “-“ Tasten.</p>     |

| Screen  | Beschreibung   |
|---|--|
|    | <p><b><u>OPTION</u></b></p> <p>Hier kann der Bedienungs- und Injektionsmodus verändert werden</p> <p>Injektionsmodus: Zeit oder Volumen</p> <p>Bedienungsmodus: Konstant</p> <p>Progressiv</p> <p>MHE</p>  |
|    | <p><b><u>PPC</u></b></p> <p>Unter "ppc" wird der Transfer Gasdruck eingestellt.</p> <p>Die Steuerung erfolgt über die "+" und "-" Tasten.</p>  |
|    | <p><b><u>Taste – DREHEN</u></b></p> <p>Mit der Taste Drehen (Rotate) wird der Probensteller um 90° gegen den Uhrzeigersinn gedreht</p>   |
|  | <p><b><u>Taste – METH/SYS (TOOLS)</u></b></p> <p>Beim Betätigen dieser Taste erscheint ein Menü, in dem der</p> <p>MethodenEditor (MethodEditor)</p> <p>Taschenrechner (Calculator)</p> <p>Wartungsfeld (Maintenance) zur Überprüfung der Ventildichtigkeit (Lecktest)</p> <p>angewählt werden kann.</p> |
|  | <p><b><u>Registerkarte – PROTOKOLL (LOG)</u></b></p> <p>Hier werden der Ofenstatus und ein Log-Report angezeigt</p>  |

#### 5.2.10.1.4 Probensteller (Tray)

Im Probensteller des Autoprobengebers können insgesamt 40 Flaschen angeordnet werden. Die Flaschen können zum Laden bzw. zur externen Lagerung einzeln aus dem Probensteller herausgenommen werden.

Die Flaschen so einsetzen, dass die Flaschennummern mit den entsprechenden Positionsnummern auf dem Probensteller übereinstimmen.

## **5.2.10.2 Bedienung**

### **5.2.10.2.1 Probenvorbereitung**

Der Probeteller ist ausschließlich auf Probenvials mit Bördelkappen und Schraubverschlusskappen ausgelegt.

Die 10 bzw. 20 ml Probenflaschen werden mit der vorgeschriebenen Probenmenge befüllt und mit einer Bördelzange oder durch Verschraubung verschlossen.

Von jeder Flasche kann nur einmal injiziert werden.

*Achtung: Um eine fehlerfreie Arbeit des Autoprobengebers zu gewährleisten, dürfen die Probenflaschen NICHT mit Etiketten beklebt werden, da sich dadurch der Durchmesser der Probenflasche vergrößert und sich diese "verklemmen" kann.*

### **5.2.10.2.2 Injektionseinheit**

Die Injektionseinheit besteht hauptsächlich aus einer beheizbaren TransferLine. Der Temperaturbereich für die TransferLine, Spritze und Ofen liegt zwischen 35°C und 210°C (Aufheizschritte: 1°C).

## **5.3 Erstellen einer Sequenz im CDS**

### **5.3.1 Erstellen einer Sequenz (CDS)**

Der Autoprobengeber wird über das CDS gesteuert. Dazu ist es notwendig neben einer Instrument Methode auch ein Sample Set zu erstellen. Dazu sind folgende Schritte notwendig:

In den Instrumenten Methode sind folgende Parameter einzugeben:

- Ofentemperatur bzw. Temperaturprogramm
- Detektortemperatur, Brenngas, Trägergas und Make-up Gas
- Injektortemperatur, Splitflow, Gas Saver
- Säulendimension, Pressure-/Flow- Modus
- Sampling Rate, Data Sensitivity, Source, Range
- Front-/ Back- Injektor:
- Solvent A Pre Washes: Spülvorgang mit Lösungsmittel A
- Solvent B Pre Washes: Spülvorgang mit Lösungsmittel B
- Sample Washes: Spülvorgang mit Probelösung
- Inject Pump: Anzahl des Spritzenpumpens
- Viscosity: Viskosität der Lösung
- Solvent A Post Washes: Spülvorgang nach Injektion Lösungsmittel A
- Solvent B Post Washes: Spülvorgang nach Injektion Lösungsmittel B
- Generalseite: Auswahl von Front-Kanal

*Achtung: Für den Betrieb des Headspace-Autoprobengeber darf kein Häkchen bei dem Punkt Injektor stehen, da es ein externer Autoprobengeber ist! Sonst funktioniert es nicht!*

- Weitere Informationen sind im Handbuch des CDS nachzulesen.

Im Sample Set werden:

- Injektionsvolumen
- Analysenzeit
- Anzahl der Injektionen pro Vial
- Analysenmethode

programmiert.

## 6 QUERVERWEISE

- Bedienungsanleitung des Herstellers

## 7 HISTORIENINDEX

| Revision/<br>Dokument Nr. | Beschreibung der Änderungen  |
|---------------------------|--|
| 01                        | Migration in Master Control – vorherige Nummer HQ-QC-170-U014-ff   |
| 02                        | Umstellung auf neues Format<br>Keine inhaltlichen Änderungen   |
| 03                        | 5.1.2: Stickstoff als Make-up-Gas eingefügt, Reinheit von Helium angepasst<br>5.2.2.5: Stickstoff als Make-up-Gas eingefügt<br>5.2.3: Einbautiefe der Säule am Injektor angepasst<br>5.2.4. Stickstoff als Make-up-Gas eingefügt |