

B. Baars, H. Schaller

**Fehlersuche  
in der  
Gaschromatographie**



This Page Intentionally Left Blank

B. Baars, H. Schaller

**Fehlersuche  
in der  
Gaschromatographie**



© VCH Verlagsgesellschaft mbH, D-69451 Weinheim (Bundesrepublik Deutschland), 1994

Vertrieb:

VCH, Postfach 10 1161, D-69451 Weinheim (Bundesrepublik Deutschland)

Schweiz: VCH, Postfach, CH-4020 Basel (Schweiz)

Großbritannien und Irland: VCH (UK) Ltd., 8 Wellington Court,  
Cambridge CB1 1HZ (England)

USA und Canada: VCH, 220 East 23rd Street, New York, NY 10010-4606 (USA)

Japan: VCH, Eikow Building, 10-9 Hongo 1-chome, Bunkyo-ku, Tokyo 113 (Japan)

ISBN 3-527-28697-7

Bernardus Baars  
Hansgeorg Schaller

# **Fehlersuche in der Gaschromatographie**

Diagnose aus dem Chromatogramm

Weinheim · New York  
Basel · Cambridge · Tokyo



Drs. Bernardus Baars  
Joosstraat 25  
NL-4458 BZ s'Heer Arendskerke

Dr. Hansgeorg Schaller  
Altkönigstraße 2  
D-61476 Kronberg/Ts.

Das vorliegende Werk wurde sorgfältig erarbeitet. Dennoch übernehmen Autoren und Verlag für die Richtigkeit von Angaben, Hinweisen und Ratschlägen sowie für eventuelle Druckfehler keine Haftung.

Lektorat: Dr. Dieter Wirth  
Herstellerische Betreuung: Claudia Grössl

Die Deutsche Bibliothek – CIP-Einheitsaufnahme

**Baars, Bernardus:**

Fehlersuche in der Gaschromatographie : Diagnose aus dem Chromatogramm / Bernardus Baars ; Hansgeorg Schaller. – Weinheim ; New York ; Basel ; Cambridge ; Tokyo : VCH, 1994  
ISBN 3-527-28697-7

NE: Schaller, Hansgeorg:

©VCH Verlagsgesellschaft mbH, D-69451 Weinheim (Federal Republic of Germany), 1994

Gedruckt auf säurefreiem und chlorfrei gebleichtem Papier

Alle Rechte, insbesondere die der Übersetzung in andere Sprachen, vorbehalten. Kein Teil dieses Buches darf ohne schriftliche Genehmigung des Verlages in irgendeiner Form – durch Photokopie, Mikroverfilmung oder irgendein anderes Verfahren – reproduziert oder in eine von Maschinen, insbesondere von Datenverarbeitungsmaschinen, verwendbare Sprache übertragen oder übersetzt werden. Die Wiedergabe von Warenbezeichnungen, Handelsnamen oder sonstigen Kennzeichen in diesem Buch berechtigt nicht zu der Annahme, daß diese von jedermann frei benutzt werden dürfen. Vielmehr kann es sich auch dann um eingetragene Warenzeichen oder sonstige gesetzlich geschützte Kennzeichen handeln, wenn sie nicht eigens als solche markiert sind.

All rights reserved (including those of translation into other languages). No part of this book may be reproduced in any form – by photoprinting, microfilm, or any other means – nor transmitted or translated into a machine language without written permission from the publishers. Registered names, trademarks, etc. used in this book, even when not specifically marked as such, are not to be considered unprotected by law.

Umschlaggrafik: Prof. Jürgen Wirth, D-63303 Dreieich-Offenthal

Satz: Filmsatz Unger & Sommer GmbH, D-69469 Weinheim

Druck und Bindung: Wilhelm Röck GmbH, D-74189 Weinsberg

Printed in the Federal Republic of Germany

## Vorwort

Dieses Buch ist aus dem Chrompack Kurs „Troubleshooting in der Gaschromatographie“ entstanden und stellt den erweiterten Begleittext zu diesem praxisorientierten Kurs dar.

In all den Jahren, in denen Chrompack Seminare und Kurse organisiert und durchgeführt hat (und es noch immer tut), wuchs die Nachfrage nach einem Buch, das sich mit den Problemen und Störungen in der täglichen Praxis der Chromatographie auseinandersetzt. Dies führte 1990 zur Veröffentlichung des Buches „Fehlersuche in der HPLC“ (Birkhäuser Verlag), dem nun auf Anregung der VCH Verlagsgesellschaft die „Fehlersuche in der Gaschromatographie“ folgt.

Neben der Diskussion gemeinsamer Probleme bei der Chromatographie mit gepackten Säulen und Kapillarsäulen wurde der Verhütung von Störungen große Aufmerksamkeit gewidmet. Auch in diesem Fall ist Vorbeugung besser als eine anschließende Korrektur. Das gesamte Feld der Gaschromatographie ist sehr groß. Funktionsstörungen und Fehler sind immer unerwartete, unvorhergesehene und meist unbekanntere Ereignisse.

Die Autoren sind sich darüber im klaren, daß dies kein vollständiges Handbuch über die „Fehlersuche in der Gaschromatographie“ sein kann.

In diesem Werk werden die Probleme aus der täglichen Praxis der Gaschromatographie diskutiert und einfache Lösungswege aufgezeigt. Gerätespezifische Störungen und Probleme, die die Hilfe eines Spezialisten erfordern, werden nicht behandelt. Aus diesem Grund wird auch nicht auf Probleme im Bereich der Elektronik eingegangen.

Trennungsprobleme und analytische Probleme, die beispielsweise durch besondere Komponenten in der Probe oder durch Probenvorbereitung, Wahl der stationären Phase und der richtigen Säulenabmessung, Wahl des Detektors usw. aufgeworfen werden, werden ebenfalls nicht behandelt. Es ist der Zweck dieses Buches, „Störungen“ zu behandeln, die in einem technisch einwandfrei arbeitenden System auftreten (können). Das Auftreten

dieser Störungen soll entweder verhindert, oder die Störungen sollen beseitigt werden.

Dieses Buch wurde mit Hilfe und in Zusammenarbeit mit zahlreichen Kollegen geschrieben. Unser besonderer Dank gilt den Mitarbeitern der Schulungsabteilung, den Produktspezialisten für Gaschromatographie (sie alle arbeiten bei Chrompack International) und den Chromatographiespezialisten von Chrompack Nederland und Herrn Dr. habil. Manfred Mohnke von der Chrompack Forschungsstelle in Leipzig. Wir bedanken uns sehr für ihre Ratschläge und Hilfe. Ferner möchten wir uns bei unseren Kursteilnehmern und unseren Kunden bedanken, deren Fragen, Ratschläge und Kritik uns wertvolle Anregungen gaben.

Middelburg  
Frankfurt  
August 1994

B.G.J. Baars  
H. Schaller



# Inhaltsverzeichnis

## **Kapitel 1 Systematische Fehlersuche 1**

- 1.1 Einleitung 1
- 1.2 Fehlererkennung 2
- 1.3 Fehlersuche 6
- 1.4 Erste Prüfung 13
- 1.5 Elektrische Anlage 14
- 1.6 Gasversorgung 16
- 1.7 Temperaturregelung 17
- 1.8 Chromatogramm 18
- 1.9 Der Analytiker 23
- 1.10 Zubehör 24
- 1.11 Standards 29
- 1.12 Quantitative Analytik 31

## **Kapitel 2 Das Gassystem 37**

- 2.1 Einleitung 37
- 2.2 Viskosität 38
- 2.3 Wirkungsgrad und Analysenzeit 40
- 2.4 Reinheit 43
- 2.5 Reaktionsfähigkeit 47
- 2.6 Trägergas und Detektionsmethoden 47
- 2.7 Sicherheit 48
- 2.8 Das Gassystem 49
- 2.9 Gasversorgung aus Druckgasflaschen 50
- 2.10 Gasversorgung durch einen Generator 52
- 2.11 Manometer 53
- 2.12 Strömungs- und Druckregelung 56
- 2.13 Strömungsmessung 59

- 2.14 Rohrmaterial 62
- 2.15 Leckdetektoren 64
- 2.16 Lecks 64
- 2.17 Anschluß einer Säule 67

### **Kapitel 3 Die Säule 71**

- 3.1 Einleitung 71
- 3.2 Wirkungsgrad der Säule 72
- 3.3 Kompressibilität 74
- 3.4 Säulenwirkungsgrad und Temperatur 80
- 3.5 Minimale und maximale Säulentemperatur 82
- 3.6 Bluten 84
- 3.7 Überladung 87
- 3.8 Desaktivierung 88
- 3.9 Einbau einer gepackten Säule 90
- 3.10 Einbau einer Mediumbore- oder einer Engbore-Kapillarsäule am Injektor 91
- 3.11 Einbau einer Weitbore-Kapillarsäule am Injektor 93
- 3.12 Blockierungen und Säulenbruch 94
- 3.13 Einbau einer Säule am Detektor 97
- 3.14 Anfahren, Säulenconditionierung und Lagerung 100
- 3.15 Verlängerung der Lebenszeit 101

### **Kapitel 4 Die Mikrospritze 103**

- 4.1 Einleitung 103
- 4.2 Die Mikrospritze 103
- 4.3 Diskriminierung 108
- 4.4 Die Einspritzung 110
- 4.5 Handhabung der Spritze 112

### **Kapitel 5 Der Injektor 117**

- 5.1 Einleitung 117
- 5.2 Der Aufbau 119
- 5.3 Vergleich verschiedener Liner 121

5.4	Der Verdampfungsprozeß	123
5.5	Die Einspritzgeschwindigkeit	124
5.6	Die Temperatur des Injektors	124
5.7	Die Wärmekapazität des Injektors	125
5.8	Die Geometrie des Liners	128
5.9	Zentrieren der Säule	128
5.10	Einbau des Inserts und des Septums	129
5.11	Septen	130
5.12	Die Direktinjektion	132
5.13	Die Split-Injektion	134
5.14	Sicherheit und Wartung der Spliteinheit	137
5.15	Diskriminierung	138
5.16	Die splitlose Injektion	140
5.17	Injektionsgeschwindigkeit	142
5.18	Die splitlose Zeit	144
5.19	Fluß- oder Druckregelung	144
5.20	On-Column	145
5.21	Einbau der Säule	146
5.22	Injektorkriterien	147
5.23	Einspritzgeschwindigkeit und Injektionsbandenbreite	150
5.24	Das Retention Gap	151
5.25	Vergleich von Injektoren	154

## **Kapitel 6 Der Detektor 155**

6.1	Einleitung	155
6.2	Definitionen	157
6.3	Nullpunkteinstellung	164
6.4	Quantitative Auswertung	165
6.5	Der Flammenionisationsdetektor	167
6.6	Einstellung des Flammenionisationsdetektors	169
6.7	Kontamination	172
6.8	Wärmeleitfähigkeitsdetektor	173
6.9	Das Trägergas und die Temperatur	175
6.10	Der Elektroneneinfangdetektor	176
6.11	Der Stickstoff-Phosphor-Detektor	182
6.12	Vergleich der Detektoren	184

**Kapitel 7 Diagnose aus dem Chromatogramm 187**

**Anhang 213**

Sicherheit im GC-Labor 213

Symbole 217

**Register 219**

## **Zum Gebrauch dieses Buches**

Dieses Buch „Fehlersuche in der Gaschromatographie“ ist kein übliches Lehrbuch, sondern ein Arbeitsbuch. Das bedeutet, daß sich der Leser intensiv mit dem Inhalt beschäftigen sollte und ihn nicht nur zur Kenntnis nehmen. In diesem Buch werden viele praktische Tips gegeben. Wir halten es für wichtig, daß der Leser diese in seiner täglichen Praxis umsetzt. Ferner werden Strategien der Fehlersuche beschrieben, die eingeübt werden sollten. Natürlich dient das Buch auch als Helfer im akuten Fall.

Dieses Buch besteht aus drei Teilen: einer allgemeinen Einführung in die Vorgehensweise der Fehlersuche (Kapitel 1), einer Beschreibung der einzelnen Komponenten eines Gaschromatographen (Kapitel 2 bis 6) und einem zur Selbstkontrolle gedachten Teil (Kapitel 7), der anhand typischer Chromatogramme Übungsmöglichkeiten der Fehlerdiagnose bietet.

Insbesondere dem Leser ohne große praktische Erfahrung sei geraten, den zweiten Teil (Kapitel 2 bis 6) als erstes aufmerksam durchzuarbeiten. Auf diese Weise kann eine ganze Reihe von Fehlern von vornherein vermieden werden. Verfügt der Leser kaum über Kenntnisse der Gaschromatographie, so ist es sinnvoll, diese Kapitel parallel zu einem Lehrbuch der Gaschromatographie zu studieren. Erfahrene Leser sollten diesen Teil durchsehen, um Abweichungen von ihrer täglichen Laborpraxis festzustellen.

Der erste Teil des Buches, der Richtlinien zur Vorgehensweise einer systematischen Fehlersuche gibt, sollte davon getrennt durchgearbeitet werden. Die dort beschriebenen Arbeitsmethoden des problemorientierten Denkens müssen eingeübt werden. Besonders wertvoll ist das Üben, wenn gemeinsam in einer Gruppe geübt wird. Dieses gilt sowohl für Leser mit großer GC-Erfahrung, als auch für Leser mit geringer Erfahrung.

Da die Materie recht komplex ist, und die Symptome häufig auf Probleme aus verschiedenen Bereichen gleichzeitig hindeuten, ist es notwendig, in diesem Buch querzulesen. Dieses gilt natürlich besonders für die Fehlersuche im akuten Fall.

Der dritte Teil ist nicht in erster Linie zur Vermittlung von Wissen gedacht, obwohl die abgebildeten Chromatogramme typische Fehlerquellen aus der täglichen Praxis zeigen, sondern als Übung für den Leser. Es ist ratsam diesen Teil einige Zeit nach dem Rest des Buches durchzuarbeiten. Auf diese Weise kann das erworbene Wissen vertieft und der Erfolg des Selbststudiums überprüft werden.

## Über die Autoren



*Drs. Bernardus Baars*

Drs. Bernardus Baars ist seit 1985 Leiter der Abteilung Aus- und Weiterbildung bei Chrompack International in Middelburg, Niederlande. Er führt weltweit zahlreiche Gaschromatographie-Kurse und Trainings für GC-Anwender durch. Nach dem Universitätsstudium mit Abschluß in Analytischer Chemie war er neun Jahre als Lehrer tätig.



*Dr. Hansgeorg Schaller*

Dr. Hansgeorg Schaller leitete sieben Jahre die Kursabteilung Chromatographie der Chrompack GmbH Frankfurt. Der Chromatographie-Spezialist war auch für die Anwenderberatung zuständig. Er ist Mitglied im Arbeitskreis „Chromatographie“ der Gesellschaft Deutscher Chemiker. Seit kurzem ist er Geschäftsführer der Chrompack GmbH.

# **Kapitel 1 Systematische Fehlersuche**

## **1.1 Einleitung**

Jeder, der sich mit Gaschromatographie beschäftigt, weiß, daß man mit Störungen und Fehlern leben muß. Einige dieser Probleme können den Geräten zugeschrieben werden (z. B. schadhafte Teile), andere werden durch das Trägergas, die Probe oder die Säule hervorgerufen. Auch der Analytiker selbst kann die Ursache des Problems sein. Es können beispielsweise Fehler bei der Bedienung und Handhabung des Gerätes oder beim Einspritzen der Probe auftreten. Es ist eine Tatsache, daß die Gaschromatographie auf Grund ihrer komplexen Analysentechnik ein störungsanfälliges Verfahren ist. Die Anforderungen, die an die verschiedenen Bauteile des Gerätes, an die Chemikalien (Trägergas, Probe) und an den Anwender gestellt werden müssen, sind sehr hoch. Dies betrifft Empfindlichkeit, Genauigkeit, einzusetzendes Analysenverfahren und Bedienung usw. Probleme und Schwierigkeiten lassen sich also nicht von vornherein ausschließen. Dazu kommt, daß die gestellten Anforderungen einander oft widersprechende Konstruktionsmerkmale bedingen. Man denke dabei an folgende Wünsche wie Präzision, Dauerhaftigkeit, Handlichkeit, Empfindlichkeit usw. die man von einem Gerät erwartet. Im Rahmen dieser Variablen muß deshalb ein Optimum und/oder eine perfekte Lösung gefunden werden. Da dies im allgemeinen sehr problematisch ist, können Abweichung vom kritischen Optimum sehr schnell zu schlechten chromatographischen Ergebnissen führen. Jeder Anwender der Gaschromatographie sollte deshalb Fehler und Störungen in Betracht ziehen. Störungssuche ist ein Teil seines Aufgabengebietes. Die genaue Kenntnis des vollständigen Analysenverfahrens und der Geräte ist eine wesentliche Voraussetzung, diese Aufgabe schnell und kostengünstig durchführen zu können. Ohne dieses Wissen geht viel Zeit durch willkürliches Suchen nach der möglichen Ursache des Problems verloren. Wichtig ist eine



systematische Strukturierung der Fehlersuche. Unsystematisches Vorgehen zeigt sich in der willkürlichen Betätigung von Schaltern, im wahllosen Austausch von Bauteilen, die vielleicht fehlerhaft sind und in einer falschen Interpretation von Fakten. Diese Art der Problemlösung führt zur Vergeudung von Zeit, Energie und Geld.

## 1.2 Fehlererkennung

So trivial es auch klingt: die Grundvoraussetzung jeder Arbeit ist es, zu erkennen, wenn ein Fehler auftritt. Anschließend kann dann der Fehler identifiziert, analysiert und behoben werden. Das Auftreten eines Fehler kann offensichtlich sein, aber auch nur sehr schwer zu erkennen sein. Natürlich sind die nicht offensichtlichen Fehler die problematischen Fälle, da diese zu einer Beschädigung des Gaschromatographen und/oder zu falschen analytischen Ergebnissen führen. Ein nicht, oder nur fehlerhaft funktionierender Gaschromatograph fällt in der Regel schnell auf, während Fehler im Bereich der quantitativen Analytik häufig nicht offensichtlich sind.

Daher müssen in jedem Labor Strategien zur Erkennung nicht offensichtlicher Fehler entwickelt werden. Die Beachtung folgender Punkte bieten für

**Tabelle 1-1.** Fehlerquellen der quantitativen Analytik – bei funktionierendem Gaschromatographen

---

<b>Probenvorbereitung</b>	
– Probennahme	– Einwägefehler
– Verdünnungsfehler	– Wiederfindung
– Blindwerte	– Verschleppung
– Standardzugabe	– Störkomponenten (Matrix)
– Zersetzung Probenkomponenten	
<b>Auswertefehler</b>	
– Rechenfehler	– falsche Eichfunktion
– Integrationsfehler	– falscher Peak ausgewertet
<b>Chromatographische Fehler</b>	
– Retentionszeitverschiebung	– Verschleppung (in der Spritze)
– Peaküberlagerung	– Änderung des Detektorresponses
– nichtlinearer Detektorresponse	
– Injektion (Zersetzung, Neubildung)	

---

den Normalfall eine brauchbare Strategie zur Fehlererkennung. Je nach aktueller Problemstellung müssen die Prüfungen noch erweitert werden, bzw. können gelegentlich (z. B. für eine rein qualitative) Analytik auch reduziert werden. Die vorzunehmenden Prüfungen werden sich daher von Labor zu Labor unterscheiden. Sie sollten auf jeden Fall in den Prüfplänen schriftlich niedergelegt werden.

### **1. Visuelle Überprüfung der Chromatogramme**

Jedes einzelne Chromatogramm ist zu prüfen: siehe dazu Kapitel 1.8! Besonders wichtig ist es dabei, durch Prüfung der Integrationsmarker und der eingezeichneten Basislinie, die Plausibilität der Integration zu prüfen (Hauptfehler automatischer Integrationssysteme).

### **2. Tägliche Routineprüfungen der Systemparameter**

Prüfen aller Systemanzeigen: Gasdrucke, Temperaturen, Fehlermeldungen der Geräte (Anzeigen oder Warnlampen) bzw. GC- Status, Höhe des Grundsignals des Detektors, Überprüfung des Zustandes des Septums (nach Septumwechsel auch Injektorliner prüfen).

### **3. Tägliche Systemprüfung**

Testlauf mit einem Standard Testgemisch und Überprüfung auf: Auftreten aller Peaks mit korrekten Retentionszeiten, Peakformen, Zustand der Basislinie etc. (siehe dazu Kapitel 1.8), quantitative Richtigkeit der Analyse (Prüfung der Kalibrierung), ferner Prüfung der Druckanzeige der Druckgasflaschen (plausibler Gasverbrauch?).

Je nach den Anforderungen an die Qualität der Analytik, also die geforderte Sicherheit des analytischen Ergebnisses, der Komplexizität des Gerätes und hier insbesondere der Stabilität des verwendeten Detektors kann eine häufigere Überprüfung erforderlich sein.

### **4. Wöchentliche (bzw. regelmäßig nach Bedarf) Prüfung**

Indikator(en) der Gasfilter, Quantitative Kalibrierung durch Nachmessen verschiedener Konzentrationen (an der oberen und der unteren Grenze des Meßbereiches), Leerchromatogramm (Injektion von reinem Lösungsmittel).

Die Ergebnisse dieser Prüfungen müssen dokumentiert werden. Dazu eignen sich Kontrollkarten, welche die zu prüfenden Punkte auflisten, und deren Prüfung vom Anwender (siehe dazu auch Kapitel 1.9) abzuzeichnen ist.

### **5. Vorbeugende wöchentliche Wartung**

Ersatz des Septums, Reinigung von Injektorinsert, Austausch eines Retention Gap (sofern vorhanden), Reinigung der Detektordüse.

Je nach Art des Septums (dessen Wahl sich nach den Analysenbedingungen richtet) muß dieses alle 20 bis 200 Injektionen ausgetauscht werden. Ein lediglich wöchentlicher Austausch kann daher unter Umständen nicht ausreichen.

Ob und wie häufig eine solche vorbeugende Wartung durchgeführt werden soll, und wie weit diese gehen soll, muß in jedem einzelnen Fall unter Berücksichtigung der speziellen Problematik entschieden werden. So ist eine vorbeugende wöchentliche Reinigung der Detektordüse nur in Ausnahmefällen notwendig. Dagegen kann es bei der Injektion „schmutziger“, insbesondere wässriger oder mit Derivatisierungsreagentien belasteter Proben sinnvoll sein, den Injektor wöchentlich oder sogar täglich zu reinigen. Hier muß jeder Anwender selbst mit seinen Proben Erfahrung sammeln.

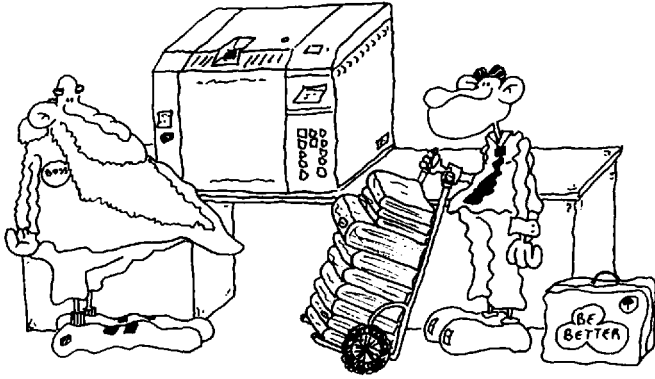
### **6. Jährliche Gerätewartung**

In der Regel ist eine jährliche Wartung durch kompetente Servicetechniker – des Herstellers – sinnvoll. Dieses wird meistens durch einen Wartungsvertrag abgedeckt.

Während Gerätestörungen und chromatographische Probleme im Allgemeinen einfach zu erkennen sind, sind Fehler im Bereich der Probennahme und Probenvorbereitung besonders schwierig zu erkennen. Eine eingehende Behandlung dieser Aspekte ist nicht Absicht dieses Buches und würde seinen Rahmen bei weitem sprengen. Daher soll dazu nur schlagwortartig auf Folgendes verwiesen werden.

Man muß zwischen systematischen (methodenbedingten) und zufälligen Fehlern unterscheiden. Zufallsfehler können durch wiederholte Analyse einer Probe erkannt werden, während die Erkennung systematischer Fehler erheblich schwieriger ist.

Bewährt hat es sich, regelmäßig unangekündigt Standardproben (am besten geeignet sind reale Proben bekannter Zusammensetzung) oder zertifizierte Standardreferenzmaterialien zu analysieren oder an laborinternen oder besser interlabor Ringanalysen teilzunehmen. Diese Punkte müssen natürlich ganz besonders bei der Methodenerstellung im Rahmen der Methodenvalidierung (zur Erkennung und Vermeidung systematischer Fehler) beachtet werden.



**Und hier ist das Handbuch**

Die regelmäßige und wiederholte Analyse von Standardproben, bzw. von Proben bekannter Zusammensetzung, ermöglicht die Erkennung zufälliger Fehler.

### 1.3 Fehlersuche

Probleme oder Funktionsstörungen erfordern eine systematische Vorgehensweise. Ein Problem sollte erst erkannt und identifiziert werden – anschließend korrigiert. Es ist wichtig, sich das Chromatogramm, die erhaltenen Daten und die Systemparameter, wie Gasdruck, tatsächliche Temperatur des Injektors und der Säule, immer wieder kritisch anzusehen. Dann sollte das Problem bezüglich der möglichen Ursache analysiert werden. Kann das Problem (nach einer flüchtigen ersten Prüfung) nicht gelöst werden, dann muß es Schritt für Schritt untersucht werden, um die Ursache zu finden. Dazu ist es erforderlich, daß Problem genau zu definieren. Ausgehend von den Symptomen eines Problems wird versucht, das Problem einer Klasse von Störungen (wie chromatographisch, oder elektronisch) zuzuordnen. Ist das Problem einer solchen Klasse zugeordnet, so muß es dann durch weitere Untersuchungen entweder einem Teil des Gerätes oder einem Schritt der Analyse zugeordnet werden.

Wenn irgend möglich, sollte ein Problem als erstes nach der Art der Störung klassifiziert werden. Je nach Art der Störung, ob zum Beispiel chromatographisch oder elektronisch, wird man bestimmte Komponenten des Gaschromatographen bevorzugt als Ursache der Störung verdächtigen. Oftmals sind die Symptome einer Störung nicht so klar erkennbar, daß die Störung eindeutig einer bestimmten Art zugeordnet werden kann. Veränderte Retentionszeiten können beispielsweise chromatographischer, thermischer, pneumatischer, im Ausnahmefall sogar chemischer, Natur sein. Allerdings kann häufig durch eine gründliche Analyse des Chromatogramms und einiger einfacher Tests, wie zum Beispiel die Analyse einer Referenzprobe, die Störung auf eine bestimmte Ursachengruppe zurückgeführt werden.

Bei der Suche nach einem Fehler oder einer Störung ist ein systematisches Vorgehen sehr wichtig. Kann ein Fehler nicht durch eine erste Prüfung schnell festgestellt werden, so muß er systematisch gesucht werden. Diese systematische Suche erscheint im ersten Augenblick als zeitaufwendig. In

**Tabelle 1-2. Klassen von Störungen**

● Chromatographische:	Säule + stationäre Phase Trägergas Totvolumen Probe
● Chemische:	Probe Trägergas stationäre Phase FID
● Thermische:	Injektor Ofen Detektor
● Mechanisch/pneumatische:	Flußkontrolle/Druckregulierung Injektor Anschlüsse Probengeber
● Elektrisch/elektronische:	Gaschromatograph Datensystem Schreiber
● Personelle:	Einspritztechnik Einstellung variabler Betriebsweisen

der Praxis aber erweist sich das Gegenteil. Komplexe Probleme können nur durch eine systematische Suche eingekreist und gelöst werden. Für eine systematische Fehlersuche gelten die goldenen Regeln der Fehlersuche. Die Beachtung dieser Regeln ist das ganze Geheimnis einer erfolgreichen Fehlersuche.

#### **Die goldenen Regeln der Fehlersuche**

1. Prüfe nur eines auf einmal!
2. Bau es wieder ein – oder
3. Wirf es weg!
4. Schreib es auf!
5. Beseitige die Ursache!

Eine Störung kann nur dann eingegrenzt (und behoben) werden, wenn jeweils nur eine vermutete Ursache auf einmal geprüft wird. Tauscht man beispielsweise beim Problem „Rauschen“ die Komponenten Säule, Injektorinsert, Septum, Detektordüse und die Gasfilter aus, so ist die Störung wahrscheinlich behoben. Die Ursache wurde aber nicht erkannt, und daher können keine Maßnahmen gegen ein erneutes Eintreten der Störung ergriffen werden.

Wird ein Gerät überprüft, so tauscht man eine für den Fehler verdächtige Baugruppe (wie zum Beispiel eine Detektordüse oder einen Meßverstärker) gegen eine funktionierende Baugruppe aus. Dabei darf stets nur ein Teil auf einmal getauscht werden. Ein als defekt erkanntes Teil wird anschließend sofort entsorgt und nicht für eine eventuelle spätere Verwendung zurückgelegt. Ein als nicht defekt erkanntes Teil wird nach dem Funktionstest sofort zurück in das Gerät eingebaut. Beachtet man diese beiden Punkte nicht, so sammelt sich im Labor nur ein Lager suspekter Teile an, mit denen niemand etwas anfangen kann.

Wichtig für die erfolgreiche Bearbeitung komplexer Probleme ist eine gute Dokumentation der ergriffenen Maßnahmen. Während der Suche nach der Ursache eines Problems werden verschiedene Tests durchgeführt, was unter Umständen mehrere Tage dauern kann. Werden diese Tests nach Art und Ergebnis nicht dokumentiert, so wird man sich nach einiger Zeit nur noch im Kreise drehen und Tests durchführen, die bereits durchgeführt worden waren.

Nach dem eine Störung behoben worden ist, ist es keine vergeudete Zeit, Störung, Symptom der Störung und Abhilfe genau zu dokumentieren. Diese Dokumentation ist sowohl für das weitere eigene Arbeiten, als auch für Kolleginnen und Kollegen hilfreich, wenn das gleiche oder ein ähnliches Problem, eventuell Jahre später, erneut auftritt. Am besten werden für die Geräte, gegebenenfalls auch für kritische Gerätekomponenten (wie z. B. Verstärker), Logbücher angelegt.

Ebenso sinnvoll ist es, sich Gedanken darüber zu machen, wie es zu dem Fehler gekommen ist. Verschieben sich beispielsweise die Retentionszeiten weil die stationäre Phase der Trennsäule geschädigt wurde, so sollte eine gute Fehlersuche nicht damit enden, die Säule zu ersetzen. Zwar kann dann weiter gearbeitet werden, aber die Wahrscheinlichkeit, daß die stationäre Phase der neuen Säule erneut schnell geschädigt wird, ist recht groß. Es lohnt daher, die Ursache der Schädigung, wie Überhitzung, Sauerstoff im