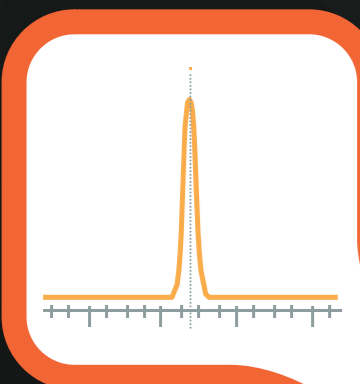


Tipy na vyřešení problémů s GC



Široké píky / Broad Peaks

Příčiny	Řešení
Velký mrtvý objem	• Minimalizujte mrtvý objem v systému GC; ověřte správnost instalace kolony, lineru a spojky atd.
Nízké průtoky	• Ověřte průtoky na vstupu a detektoru a v případě potřeby je upravte. • Ověřte průtok make-upu a v případě potřeby jej upravte.
Pomalý program pece	• Zvyšte rychlost ohřevu kolony.
Špatné zaostření na analyt/rozpuštědlo	• Snižte počáteční teplotu teplotního programu.
Stacionární fáze kolony	• Snižte retenční sloučenin snížením tloušťky vrstvy stacionární fáze a délky kolony.
Křížová kontaminace	• Viz Křížová kontaminace / Ghost píky.

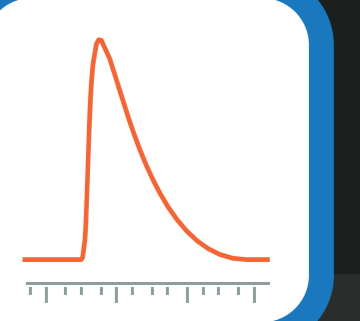
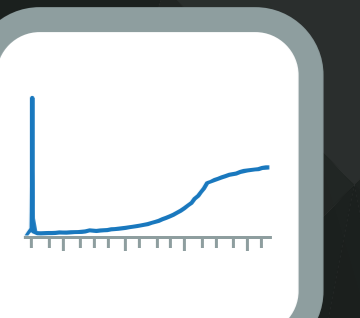


Žádné píky / No Peaks

Příčiny	Řešení
Problémy s nástřikem	• Ucpaná stříkačka; vyčistěte/vyměňte ji. • Zkontrolujte, zda je ve stříkačce vzorek. • Nástřik do chybného vstupu; resetujte autosampler. • Ověřte průtok nosného plynu.
Zlomená kolona	• Vyměňte kolonu.
Kolona nainstalovaná do nesprávného vstupu nebo detektoru	• Přeinstalujte kolonu.
Problémy s detektorem	• Nezaznamenaný signál; zkontrolujte kabely detektoru a ověřte, zda je detektor zapnutý. • Vypnutý plyn detektoru nebo nesprávný použitý průtok; zapněte detektor a/nebo upravte průtoky.

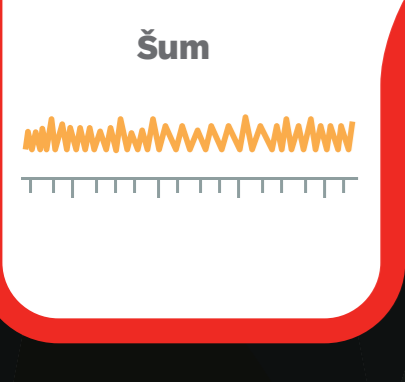
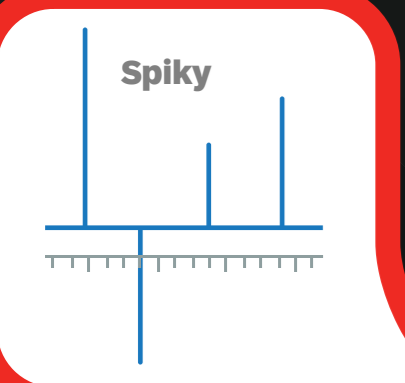
Vysoká baseline (Krvácení kolony) / High Baseline (Column Bleed)

Příčiny	Řešení
Nedostatečné kondicionování kolony	• Prodlužte dobu kondicionování a/nebo zvyšte teplotu.
Kontaminace	• Zkratke kolonu a/nebo zahřejte ji na maximální teplotu k odstranění nečistot. • Vyměňte filtry nosného plynu a/nebo plynu v detektoru. • Vyčistěte injektor a detektor.
Netěsnost v systému vedoucí k oxidaci stacionární fáze	• Zkontrolujte přítomnost kyslíku v celém systému a vyměňte těsnění a/nebo filtry. • Vyměňte kolonu.



Nestabilní baseline (spiky, šum, drift) / Unstable Baseline (Spiking, Noise, Drift)

Příčiny	Řešení
Únik nosného plynu nebo kontaminace	• Zkontrolujte spoje a vyměňte těsnění dle potřeby. • Vyměňte filtry nosného a/nebo detekčního plynu.
Kontaminace na vstupu nebo v detektoru	• Vyčistěte systém a proveďte základní údržbu.
Kontaminace kolony nebo krvácení stacionární fáze	• Upravte, zkratke kolonu a proveďte její kondicionaci.
Drolení/krvácení septa	• Vyměňte septum. • Zkontrolujte liner, zda neobsahuje částice ze septa a v případě potřeby liner vyměňte.
Netěsnost nebo špatná kvalita plynů	• Zkontrolujte těsnost GC systému a toku plynu a potvrďte, že čistota nosného plynu je dostatečná. Dle potřeby instalujte plynové filtry.
Kolísání nosného plynu nebo tok detekčního plynu	• Zkontrolujte těsnost systému a zkontrolujte funkci AFC/APC.
Detektor není připraven	• Zajistěte dostatek času, pro ustálení teploty v detektoru a ustálení průtoku.



Základní kroky

Postupujte podle těchto tří kroků, abyste rozpoznali, kde je problém.

Ověřte si zřejmé vysvětlení jako první a měňte pouze jednu věc najednou!



Základní kontrola:

- Zdroj napájení
- Elektrické připojení
- Signální spojení
- Stav stříkačky
- Příprava vzorků
- Analytické podmínky
- Nastavení teploty
- Čistota plynu
- Průtoky plynu

Zjistěte příčinu:

- Definujte jasně problém; například „Za poslední čtyři dny chvostovaly pouze fenoly v mém vzorku.“
- Zkontrolujte vzorky a záznamy údržby, abyste identifikovali trendy v naměřených datech a identifikátory problémů; např. snižování ploch v průběhu času nebo údržba nástřiku neprovedená podle plánu.
- Použijte logickou posloupnost kroků k izolaci možných příčin.

Vše dokumentujte:

- Zdokumentujte všechny kroky a výsledky řešení problémů; může Vám to pomoci identifikovat a vyřešit další problém rychleji.
- V průběhu času porovnávejte naměřená data s testovací směsí, abyste ověřili správnost metody.

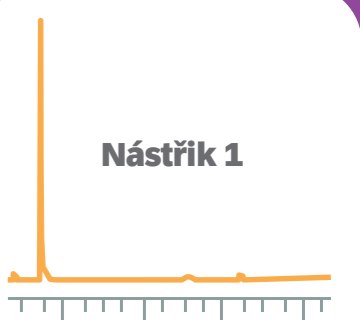
Máte stále potíže?

Stále s tím zápasíte? Dejte nám vědět!!!

cz@shimadzu.eu.com

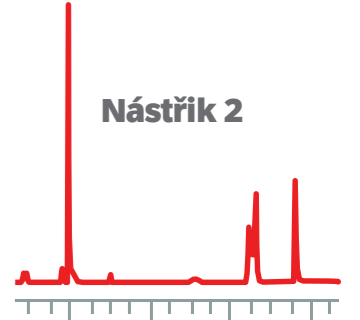
Chvostující píky / Tailing Peaks

Příčiny	Řešení
Adsorpce v důsledku povrchové aktivity nebo kontaminace	• Použijte řádně očištěný a deaktivovaný liner a kolonu. • Zkratke vstupní konec kolony. • Pokud je kolona poškozená, vyměňte ji.
Adsorpce kvůli chemickému složení sloučeniny	• Proveďte derivatizaci analytu.
Netěsnost v systému	• Zkontrolujte těsnost všech spojů, v případě potřeby vyměňte opotřebovaná těsnění.
Problémy s instalací kolony	• Minimalizujte mrtvý objem. • Ověřte, zda je kolona správně/kolmé odříznuta. • Ověřte správnou hloubku instalace kolony.



Křížená kontaminace / Ghost píky Carryover/Ghost Peaks

Příčiny	Řešení
Znečištěná stříkačka nebo proplachovací rozpouštědlo	• Vyměňte proplachovací rozpouštědlo. • Opláchněte nebo vyměňte stříkačku.
Backflash (objem vzorku přesahuje objem lineru)	• Nastříkujte menší množství. • Použijte liner s větším vnitřním průměrem. • Zvyšte vstupní tlak (tj. průtok). • Použijte pomalejší rychlost nástřiku. • Snižte nástřikovou teplotu. • Použijte liner s náplní. • Použijte online kalkulátor ke kontrole expanze objemu.
Poslední analýza skončila příliš brzy	• Prodlužte čas analýzy, abyste umožnili vyloučení všech komponent a/nebo interferenční matrice.



Nestabilita retenčního času / Retention Time Variability

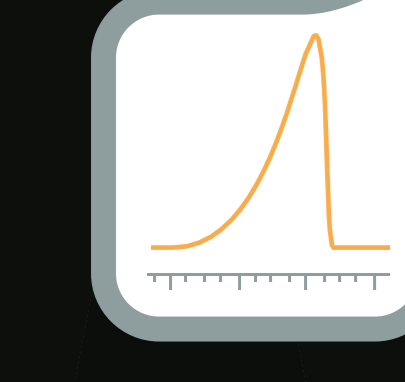
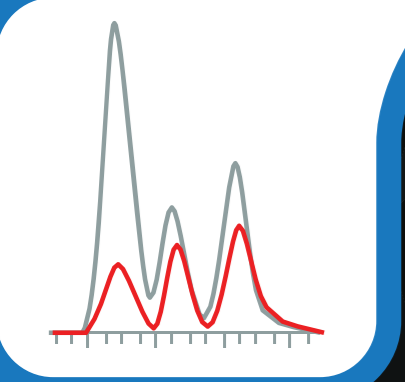
Příčiny	Řešení
Netěsnosti	• Zkontrolujte těsnost vstupu a všech připojení kolony. • Vyměňte septa, O-kroužky, atd.
Adsorpce analytu	• Proveďte údržbu nástřikového portu a kolony. • Použijte správně deaktivované linery a kolonu.
Problémy s rozlišením/integrací	• Zabraňte zahlcení vzorku jeho naředěním nebo zvýšením split poměru.
Nesprávný teplotní program	• Ověřte teplotu kolony a teplotní program pece.
Nesprávná/variabilní lineární rychlost nosného plynu	• Ověřte lineární rychlost nosného plynu. • V případě potřeby opravte nebo vyměňte díly.
Špatná kontrola nad programováním teploty pece	• Potvrďte, že použitý program pece je dle parametrů metody.
Nesprávný ekvilibrační čas pece	• Prodlužte dobu ekvilibrace pece.
V případě ručního nástřiku nesrovnalosti mezi stlačením startu a procedurou nástřiku	• Použijte autosampler nebo standardizujte postup ručního nástřiku.

Změny v odezvě / Changes in Response

Příčiny	Řešení
Problémy se vzorkem	• Zkontrolujte koncentraci vzorku. • Zkontrolujte postup přípravy vzorku. • Zkontrolujte rozklad/expiraci vzorku.
Problémy se stříkačkou	• Vyměňte stříkačku. • Zkontrolujte činnost autosampleru.
Elektronika	• Ověřte nastavení signálu a v případě potřeby jej upravte.
Špinavý nebo poškozený detektor	• Proveďte údržbu detektoru nebo vyměňte součásti.
Špatné nastavení nebo proměnlivost průtoku/teploty	• Ověřte ustálené průtoky a teploty, dále v případě potřeby upravte nastavení a/nebo vyměňte součásti.
Adsorpce/reaktivita	• Odstraňte znečištění a používejte řádně deaktivovaný liner a zkondicionovanou kolonu.
Netěsnosti	• Zkontrolujte těsnost všech spojů a opravte spoje podle potřeby.
Změny způsobu nástřiku/metoda nástřiku	• Ověřte techniku nástřiku a vraťte se k originální technice. • Zkontrolujte split poměr. • Ověřte dobu pro uzavření split ventilu (splitless hold time).

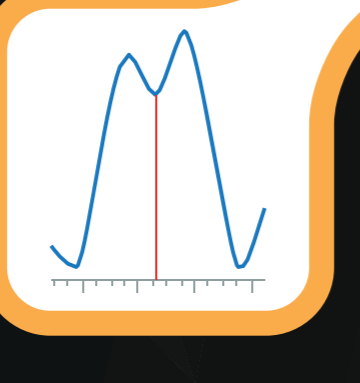
Frontující píky / Fronting Peaks

Příčiny	Řešení
Nekompatibilní stacionární fáze	• Vyberte vhodnou stacionární fázi.
Zahlcení kolony	• Snižte vsřikované množství, zřeďte vzorek nebo zvyšte split poměr. • Použijte kolonu s větším vnitřním průměrem a/nebo tenčí tloušťkou kolony.



Špatné rozlišení píků / Poor Peak Resolution

Příčiny	Řešení
Neselektivní stacionární fáze	• Vyberte vhodnou stacionární fázi a rozměry kolony.
Špatná účinnost	• Optimalizujte lineární rychlost nosného plynu a teplotní program pece.
Zahlcení vzorkem	• Upravte koncentraci vzorku nebo zvyšte split poměr.
Použití nesprávných analytických podmínek	• Ověřte teplotní program, průtoky a parametry kolony.



Rozštěpené píky / Split Peaks

Příčiny	Řešení
Neshoda polarit rozpouštědla/stacionární fáze	• Vyměňte typ rozpouštědla nebo stacionární fázi tak, abyste zajistili kompatibilitu.
Neúplné odpaření	• Zvětšete povrch pro odpaření v lineru (např. vložením vaty). • Použijte správnou nástřikovou teplotu.
Překročená kapacita nástřiku vzorku	• Nastříkujte méně vzorku (nařeďte jej, zvyšte split poměr, snižte objem nástřiku).
Rychlý nástřik	• Vložte vlnu do lineru nebo zpomalte nástřik.

