

Agilent 1200 Serie Variabler Wellenlängendetektor G1314B / G1314C (SL)



Benutzerhandbuch



Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2006 Die Vervielfältigung, elektronische Speicherung, Anpassung oder Übersetzung dieses Handbuchs ist gemäß den Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch Agilent Technologies verboten.

Microsoft ^{® -} Microsoft is a U.S. registered trademark of Microsoft Corporation.

Handbuch-Teilenummer

G1314-92010

Ausgabe

02/06 Gedruckt in Deutschland

Agilent Technologies Hewlett-Packard-Strasse 8 76337 Waldbronn, Germany

Struktur des Handbuchs

Das Benutzerhandbuch G1314-90010 (Englisch) und die lokalisierten Versionen enthalten einen Teil des Servicehandbuchs. Sie sind in gedruckter Form im Lieferumfang des Detektors enthalten.

Die aktuellen Versionen der Handbücher finden Sie auf der Agilent-Webseite.

Das Servicehandbuch G1314-90110 (Englisch) enthält die vollständigen Informationen zum variablen Wellenlängendetektor der Agilent-Serie 1200. Dieses Handbuch ist nur im PDF-Format verfügbar.

Gewährleistung

Agilent Technologies behält sich vor, die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen iederzeit ohne Vorankündigung zu ändern. Agilent Technologies übernimmt keinerlei Gewährleistung für die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen, insbesondere nicht für deren Eignung oder Tauglichkeit für einen bestimmten Zweck. Agilent Technologies übernimmt keine Haftung für Fehler, die in diesem Handbuch enthalten sind, und für zufällige Schäden oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Lieferung, Ingebrauchnahme oder Benutzung dieses Handbuchs. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine schriftliche Vereinbarung mit abweichenden Gewährleistungs- bedinaungen hinsichtlich der in diesem **Dokument enthaltenen Informationen** existiert, so gelten diese schriftlich vereinbarten Bedingungen.

Technologielizenzen

Die in diesem Dokument beschriebene Hardware und/oder Software wird/werden unter einer Lizenz geliefert und dürfen nur entsprechend den Lizenzbedingungen genutzt oder kopiert werden.

Nutzungsbeschränkungen

Wenn Software für den Gebrauch durch die US-Regierung bestimmt ist, wird sie als "kommerzielle Computer-Software" gemäß der Definition in DFAR 252.227-7014 (Juni 1955), als "kommerzielle Komponente" gemäß der Definition in FAR 2.101(a), als "nutzungsbeschränkte Computer-Software" gemäß der Definition in FAR 52.227-19 (Juni 1987) (oder einer vergleichbaren Agentur- oder Vertragsregelung) ausgeliefert und lizensiert. Nutzung, Vervielfältigung oder Weitergabe von Software unterliegt den standardmäßigen Bestimmungen für kommerzielle Lizenzen von Agilent Technologies. US-Regierung und -Behörden (außer Verteidigungsministerium) erhalten keine Rechte, die über die Rechte an "nutzungsbeschränkter Computer-Software" gemäß FAR 52.227-19(c)(1-2) (Juni 1987) hinausgehen. Zur US-Regierung zählende Benutzer erhalten keine Rechte, die über die Rechte an "nutzungsbeschränkter Computer-Software" gemäß FAR 52.227-14 (Juni 1987) oder DFAR 252.227-7015 (b)(2) (November 1995) hinausgehen, soweit in irgendwelchen technischen Daten anwendbar.

Sicherheitshinweise

VORSICHT

Ein **VORSICHT**-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o.ä.aufmerksam, die bei falscher Ausführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis **VOR-SICHT** gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

WARNUNG

Ein WARNUNG-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o. ä. aufmerksam, die bei falscher Ausführung zu Personenschäden, u. U. mit Todesfolge, führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis WARNUNG gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind..

In diesem Handbuch...

Dieses Handbuch beschreibt im Folgenden die variablen Wellenlängendetektoren der Agilent-Serie 1200:

- G1314B VWD der Agilent-Serie 1200
- G1314C VWD SL der Agilent-Serie 1200

1 Einführung zum variablen Wellenlängendetektor

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über den Detektor, die Geräte und die internen Anschlüsse.

2 Hinweise zum Aufstellort und Spezifikationen

Dieses Kapitel enthält Informationen zu den Umgebungsanforderungen sowie technische Daten und Leistungsspezifikationen.

3 Installation des Detektors

In diesem Kapitel wird die Installation des Detektors beschrieben.

4 Verwendung des Detektors

Dieses Kapitel enthält Informationen zur Einrichtung des Detektors für eine Analyse sowie eine Beschreibung der Grundeinstellungen.

5 Optimierung des Detektors

Dieses Kapitel enthält Hinweise zur Auswahl der Detektorparameter und der Durchflusszelle.

6 Fehlerbehebung und Diagnose

Überblick über Funktionen zur Fehlerbehebung und zur Diagnose

7 Wartung und Reparatur

Dieses Kapitel enthält allgemeine Informationen zur Wartung und Reperatur des Detektors.

8 Wartung

In diesem Kapitel wird die Wartung des Detektors beschrieben.

9 Ersatzteile

Dieses Kapitel enthält Informationen zu Ersatzteilen.

10 Anhang

Dieses Kapitel enthält Zusatzinformationen zur Sicherheit und zum Internet sowie rechtliche Hinweise.

Inhalt

1 Einführung zum variablen Wellenlängendetektor 7

Einführung zum Detektor 8 Überblick über das optische System 9 Elektrische Anschlüsse 14 Geräteaufbau 16 EMF (Early Maintenance Feedback, Frühe Wartungsanzeige) 17

2 Hinweise zum Aufstellort und Spezifikationen 19

Hinweise zum Aufstellort 20 Technische Daten 23 Leistungsdaten 24

3 Installation des Detektors 27

Auspacken des Detektors28Optimieren der Geräteanordnung30Installation des Detektors33Flüssigkeitsanschlüsse am Detektor36

4 Verwendung des Detektors 39

Einrichten einer Analyse 40 Spezielle Einstellungen des Detektors 55

5 Optimierung des Detektors 65

Optimierung der Detektorsleistung 66

6 Fehlerbehebung und Diagnose 71

Überblick über die Anzeigen und Testfunktionen des Detektors 72 Statusanzeigen 73 Benutzeroberflächen 75 Agilent LC Diagnose-Software 76

7 Wartung und Reparatur 77

Wartung und Reparatur - Einführung 78 Warnungen 79 Inhalt

Reinigen des Detektors 80 Verwendung des antistatischen Armbands 81

8 Wartung 83

Überblick über die Wartung 84 Austausch einer Lampe 85 Austausch einer Durchflusszelle 88 Reparatur der Durchflusszellen 91 Verwenden des Küvettenhalters 94 Beseitigen von Leckagen 97 Austausch der Teile des Leckagesystems 98 Austausch der Schnittstellenplatine 100 Aktualisierung der Detektor-Firmware 102 Tests und Kalibrierungen 103 Intensitätstest 104 Überprüfung/Kalibrierung der Wellenlänge 106 Holmiumoxidtest 107

9 Ersatzteile 111

Überblick über die Ersatzteile 112 Standard-Durchflusszelle 113 Mikro-Durchflusszelle 114 Semi-Mikro-Durchflusszelle 116 Hochdruck-Durchflusszelle 118 Küvettenhalter 120 Teile des Leckagesystems 121 Zubehör-Kit 122

10 Anhang 123

Allgemeine Sicherheitsinformation 124 Lithiumbatterien 127 Funkstörungen 127 Schallemission 128 UV-Strahlung 128 Informationen zu Lösungsmitteln 129 Konformitätserklärung für Filter aus HOX2 131 Agilent Technologies im Internet 132



Einführung zum variablen Wellenlängendetektor

Einführung zum Detektor 8 Überblick über das optische System 9 Elektrische Anschlüsse 14 Geräteaufbau 16 EMF (Early Maintenance Feedback, Frühe Wartungsanzeige) 17 EMF-Zähler 17 Verwendung der EMF-Zähler 17

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über den Detektor, die Geräte und die internen Anschlüsse.



1 Einführung zum variablen Wellenlängendetektor Einführung zum Detektor

Einführung zum Detektor

Der variable Wellenlängendetektor der Agilent-Serie 1200 ist für die bestmögliche optische Leistungsfähigkeit, Einhaltung von GLP-Richtlinien und einfache Wartung ausgelegt:

- Höhere Datenrate (27/55 Hz) für die schnelle HPLC mit dem G1314C VWD SL, "Einstellen der Detektorparameter" auf Seite 69,
- Deuteriumlampe für höchste Intensität und sehr geringe Nachweisgrenzen über einen Wellenlängenbereich von 190 bis 600 nm
- Optionale Durchflusszellenkartuschen (Standard 10 mm 14 μ l, Hochdruck 10 mm 14 μ l, Mikro 5 mm 1 μ l, Semi-Mikro 6 mm 5 μ l) sind verfügbar und können entsprechend den Anforderungen der Anwendung eingesetzt werden
- Einfacher Zugang zur Lampe und Durchflusszelle, um einen schnellen Austausch vornehmen zu können
- Integrierter Holmiumoxidfilter zur schnellen Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit

Die Leistungsmerkmale finden Sie unter "Leistungsdaten" auf Seite 24.

Der variable Wellenlängendetektor der Agilent-Serie 1200 ist in zwei Versionen erhältlich:

 G1314B VWD
 Variabler Wellenlängendetektor der Serie 1200 Standardausführung

 G1314C VWD SL
 Variabler Wellenlängendetektor SL der Serie 1200 Hohe Datenraten für die schnelle HPLC

HINWEIS

Der G1314C VWD SL kann mit einem G1323B Steuermodul nur im Standardmodus als G1314B betrieben werden. Es ist nicht möglich, eine höhere Datenrate auszuwählen.

Überblick über das optische System

Das optische System des Detektors ist in Abbildung 1 auf Seite 10 dargestellt. Als Lichtquelle dient eine Deuteriumbogenentladungslampe für den ultravioletten (UV) Wellenlängenbereich von 190 bis 600 nm. Der Lichtstrahl der Deuteriumlampe passiert eine Linse, eine Filtereinheit (mit drei möglichen Stellpositionen), den Eintrittsspalt, einen sphärischen Spiegel (M1), ein Gitter, einen zweiten sphärischen Spiegel (M2), einen Strahlteiler, eine Durchflusszelle und fällt dann auf die Messdiode. Das UV-Licht wird beim Passieren der Durchflusszelle in Abhängigkeit von der Lösung in der Zelle teilweise absorbiert, und die Intensität wird durch die Messphotodiode in ein elektrisches Signal umgewandelt. Ein Teil des Lichts wird durch den Strahlteiler auf die Referenzdiode gelenkt, um ein Vergleichssignal zur Kompensation von Intensitätsschwankungen der Lichtquelle zu erhalten. Ein Spalt vor der Referenzphotodiode schneidet das Licht der Messbandbreite heraus. Die Einstellung der Wellenlängen erfolgt durch Drehen des Gitters, das über einen Schrittmotor direkt angetrieben wird. Diese Konfiguration ermöglicht eine schnelle Änderung der Wellenlängeneinstellung. Der Sperrfilter wird über 370 nm in den Lichtweg geschwenkt, um Lichtanteile, die durch Reflexionen höherer Ordnung verursacht werden, zu verringern.

1 Einführung zum variablen Wellenlängendetektor

Überblick über das optische System



Abbildung 1 Optisches System des variablen Wellenlängendetektors

Durchflusszelle

Eine Reihe von Durchflusszellen können mit Hilfe eines einfachen Montagesystems schnell eingesetzt werden.



Abbildung 2 Durchflusszelleneinsatz

Überblick über das optische System

| | Standard | Semi-Mikro | Hochdruck | Mikro | |
|--------------------------------------|---------------------------------|---------------------------|-----------------------------|---------------------------|-----------|
| Druckmaximum | 40 (4) | 40 (4) | 400 (40) | 40 (4) | bar (MPa) |
| Schichtdicke | 10 (konisch) | 6 (konisch) | 10 (konisch) | 5 | mm |
| Volumen | 14 | 5 | 14 | 1 | μΙ |
| Einlass, Ø innen | 0.17 | 0.17 | 0.17 | 0.1 | mm |
| Einlasslänge | 750 | 750 | 750 | 555 | mm |
| Auslass, Ø innen | 0.25 | 0.25 | 0.25 | 0.25 | mm |
| Auslasslänge | 120 | 120 | 120 | 120 | mm |
| Bauteile mit Lösungsmittelkontakt | Edelstahl, Quarz, PTFE, PEEK | Edelstahl, Quarz, PTFE | Edelstahl, Quarz, Kapton | Edelstahl, Quarz, PTFE | |

Tabelle 1Daten der Durchflusszellen

Lampe

Als Lichtquelle für den UV-Wellenlängenbereich dient eine Deuteriumlampe. Aufgrund der Plasmaentladung im Niederdruck-Deuteriumgas emittiert die Lampe Licht über den Wellenlängenbereich von 190 nm bis 600 nm.

Ausgangslinseneinheit

Die Ausgangslinse fokussiert den von der Deuteriumlampe kommenden Lichtstrahl auf den Eintrittsspalt.

Eintrittsspalt

Die Eintrittsspalteinheit besitzt einen austauschbaren Spalt. Der Standardspalt besitzt eine Breite von 1 mm. Für Kalibrierungszwecke und zur genauen Ausrichtung des Lichtstrahls wird ein Lochspalt benötigt.

Filtereinheit

Die Filtereinheit wird elektromechanisch aktiviert. Bei der Wellenlängenkalibrierung wird sie in den Lichtweg gebracht.

Die Filtereinheit besitzt zwei installierte Filter und wird prozessorgesteuert in eine der drei folgenden Positionen bewegt.

1 Einführung zum variablen Wellenlängendetektor

Überblick über das optische System

| OPEN | Freier Lichtweg |
|---------|--|
| CUTOFF | Sperrfilter im Lichtweg bei $? > 370$ nm |
| HOLMIUM | Holmiumoxidfilter zur Wellenlängenüberprüfung |

Ein Photosensor bestimmt die richtige Position.





Spiegel M1 und M2

Das Gerät besitzt zwei sphärische Spiegel (M1 und M2). Der Lichtstrahl ist vertikal und horizontal justierbar. Beide Spiegel sind identisch.

Gittereinheit

Das Gitter zerlegt den Lichtstrahl in seine Wellenlängen und reflektiert das Licht auf den Spiegel Nr. 2.

Strahlteiler

Der Strahlteiler spaltet den Lichtstrahl auf. Ein Teil passiert den Strahlteiler ungehindert und fällt direkt auf die Messphotodiode. Der andere Teil des Lichtstrahls wird auf die Referenzdiode reflektiert.

Photodioden

In der Optikeinheit sind zwei Photodioden eingebaut. Die Messdiodeneinheit ist auf der linken Seite der optischen Einheit eingebaut. Die Referenzdiode ist an der Vorderseite der optischen Einheit eingebaut.

A/D-Wandler für Photodioden

Der Photodiodenstrom wird direkt in 20-Bit-Digitaldaten umgewandelt. Die Daten werden an die VWD-Hauptplatine übertragen. Die A/D-Wandlerplatinen für die Photodioden befinden sich in der Nähe der Photodioden. 1 Einführung zum variablen Wellenlängendetektor Elektrische Anschlüsse

Elektrische Anschlüsse

- Die GPIB-Buchse (nur G1314B) dient zum Anschluss des Detektors an einen Computer. Der 8-Bit-Konfigurationsschalter neben der GPIB-Buchse bestimmt die GPIB-Adresse Ihres Detektors. Die Schalter sind auf die Standardadresse voreingestellt und werden einmal nach dem Einschalten ausgewertet.
- Der CAN-Bus ist ein serielles Bussystem mit hoher Datenübertragungsrate. Die zwei Anschlüsse für den CAN-Bus werden für die interne Datenübertragung und die Synchronisation zwischen Gerätemodulen der Agilent-Serie 1200 verwendet.
- Ein Analogausgang liefert Signale für Integratoren oder Datenverarbeitungssysteme.
- Der Steckplatz für Schnittstellenkarten kann für externe Kontaktsteuerung, die BCD-Ausgabe der Flaschennummer oder für LAN-Anschlüsse genutzt werden.
- Der REMOTE-Anschluss kann in Verbindung mit anderen Analysengeräten von Agilent Technologies benutzt werden, um Funktionen wie allgemeines Abschalten, Vorbereiten usw. zu nutzen.
- Der RS-232C-Anschluss kann verwendet werden, um das Modul von einem Rechner aus über eine RS-232C-Verbindung zu steuern. Dieser Anschluss wird über den Konfigurationsschalter aktiviert und konfiguriert. In Ihrer Softwaredokumentation finden Sie weitere Informationen.
- Die Netzanschlussbuchse erlaubt eine Eingangsspannung von 100–240 Volt Wechselspannung ± 10% bei einer Frequenz von 50 oder 60 Hz. Die maximale Leistungsaufnahme beträgt 220 VA. Es gibt keinen Spannungswähler an dem Detektor, da dieser ein Universalnetzteil besitzt. Es gibt keine von außen zugänglichen Sicherungen, da elektronische Automatiksicherungen im Netzteil eingebaut sind. Der Sicherheitsriegel an der Netzbuchse verhindert, dass das Detektorgehäuse geöffnet werden kann, solange die Stromversorgung noch angeschlossen ist.

HINWEIS

Benutzen Sie immer nur Originalkabel von Agilent Technologies, um eine einwandfreie Funktion und die Einhaltung von Sicherheitsvorschriften zu gewährleisten.

1 Einführung zum variablen Wellenlängendetektor Elektrische Anschlüsse

Sicherheitsriegel





Der G1314C VWD SL hat keine GPIB-Buchse. HINWEIS

1 Einführung zum variablen Wellenlängendetektor Geräteaufbau

Geräteaufbau

Das Design des Moduls kombiniert viele innovative Eigenschaften. Es basiert auf dem E-PAC-Konzept von Agilent Technologies für den perfekten Einbau elektronischer und mechanischer Bauteile. In diesem Konzept werden Schaumstoffteile aus expandiertem Polypropylen (EPP) genutzt, um die mechanischen Komponenten und elektronischen Platinen optimal einzubauen. Der Schaumstoff ist in einem metallischen Innengehäuse untergebracht, das von einem Kunststoffgehäuse umgeben ist. Diese Gehäusetechnologie bietet folgende Vorteile:

- Verzicht auf Verbindungsschrauben, Bolzen und Befestigungselemente zur Verringerung der Anzahl an Komponenten und der Montage- und Demontagezeiten.
- In die Schaumstoffteile sind Luftkanäle eingelassen, durch die die Kühlluft exakt zu den richtigen Stellen geführt wird.
- Die Schaumstoffteile schützen die elektronischen und mechanischen Teile vor Erschütterungen.
- Das innere Metallgehäuse schirmt die Geräteelektronik vor elektromagnetischen Störfeldern ab und verhindert, dass von dem Gerät Kurzwellen abgestrahlt werden.

EMF (Early Maintenance Feedback, Frühe Wartungsanzeige)

Die Wartung erfordert den Austausch von Baugruppen, die hohen Belastungen oder Verschleiß unterliegen. Im Idealfall entspricht die Häufigkeit, mit der Baugruppen ausgetauscht werden, der Beanspruchung des Geräts und den Einsatzbedingungen und nicht vorgegebenen Intervallen. Das EMF-System (Early Maintenance Feedback, Frühe Wartungsanzeige) überwacht die Belastung von Komponenten im Gerät und gibt dann eine Meldung aus, wenn die vom Anwender vorgegebenen Grenzen erreicht wurden. Die Anzeige in der Benutzeroberfläche erinnert daran, dass Wartungsarbeiten zu terminieren sind.

EMF-Zähler

Das Detektormodul verfügt über einen EMF-Zähler für die Lampe. Der Zähler wird mit der Benutzung der Lampe erhöht und kann mit einer Obergrenze versehen werden, die zur Ausgabe einer Meldung nach Erreichen der voreingestellten Obergrenze führt. Der Zähler kann nach dem Lampentausch auf Null gesetzt werden. In Ihrem Detektor sind folgende EMF-Zähler eingebaut:

Betriebsstundenzähler für die Deuteriumlampe

Verwendung der EMF-Zähler

Die vom Anwender einstellbaren Maximalwerte für die EMF-Zähler erlauben die Anpassung der Wartungsvorwarnfunktion an die Anforderungen des Anwenders. Die nutzbare Lampenlebensdauer hängt von den Analysenanforderungen ab: hohe oder geringe Empfindlichkeit, gewünschte Wellenlänge usw. Die Wahl eines Maximalwerts muss auf Grundlage der spezifischen Betriebsbedingungen des Geräts erfolgen.

1

1 Einführung zum variablen Wellenlängendetektor EME (Forth Maintenange Fordback, Frühe Wartu

EMF (Early Maintenance Feedback, Frühe Wartungsanzeige)

Einstellen des EMF-Maximalwerts

Die Einstellung des EMF-Maximalwerts muss über ein oder zwei Wartungszyklen optimiert werden. Stellen Sie anfangs keinen EMF-Maximalwert ein. Wenn aufgrund der Geräteleistung eine Wartung notwendig wird, notieren Sie den vom Betriebsstundenzähler für die Lampe angezeigten Wert. Geben Sie diesen Wert (oder einen etwas geringeren) als EMF-Maximalwert ein und stellen Sie den Zähler auf Null zurück. Sobald der Zähler das nächste Mal den eingestellten Maximalwert überschreitet, wird die Wartungsanzeige in der Benutzeroberfläche aktiviert und erinnert so daran, dass die Wartung durchzuführen ist.



Hinweise zum Aufstellort und Spezifikationen

Hinweise zum Aufstellort 20 Technische Daten 23 Leistungsdaten 24

Dieses Kapitel enthält Informationen zu den Umgebungsanforderungen sowie technische Daten und Leistungsspezifikationen.



2 Hinweise zum Aufstellort und Spezifikationen Hinweise zum Aufstellort

Hinweise zum Aufstellort

Hinweise zum Aufstellort

Ein geeignete Umgebung stellt die optimale Leistungsfähigkeit Ihres Detektors sicher.

Stromanschluss

Das Netzteil des Detektors passt sich der Stromversorgung weitgehend an (Tabelle 2 auf Seite 23). Es arbeitet mit allen Spannungen im angegebenen Bereich. Ein Spannungswahlschalter auf der Rückseite des Detektors ist daher nicht vorhanden. Es gibt keine von außen zugänglichen Sicherungen, da elektronische Automatiksicherungen im Netzteil eingebaut sind.

WARNUNG

Auch im ausgeschalteten Zustand fließt im Gerät noch Strom.

Im Netzteil fließt noch Strom, selbst wenn der Netzschalter an der Gerätevorderseite ausgeschaltet ist.

 Der Detektor wird vollständig vom Netz getrennt, indem der Netzstecker aus der Steckdose gezogen wird.

WARNUNG

Falsche Netzspannung am Detektor

Wird das Gerät an höhere Spannungen angeschlossen, kann dies zu Stromschlägen oder zu einer Beschädigung des Geräts führen.

• Schließen Sie den Detektor an die angegebene Netzspannung an.

VORSICHT

Der Netzstecker muss zugänglich sein.

In einem Notfall muss es jederzeit möglich sein, das Gerät vom Stromnetz zu trennen.

- · Stellen Sie sicher, dass der Netzstecker des Geräts leicht zugänglich ist.
- Lassen Sie hinter dem Netzstecker des Geräts genügend Platz zum Herausziehen des Kabels.

Netzkabel

Verschiedene Netzkabel werden optional für den Detektor angeboten. Die Buchse am Ende der Kabel ist identisch. Sie wird in die Netzbuchse an der Rückseite des Detektors gesteckt. Die Stecker am anderen Ende der Netzkabel sind unterschiedlich und erfüllen die Normen unterschiedlicher Länder oder Regionen.

WARNUNG

Stromschlag

Bei der Verwendung des Geräts ohne Erdung oder mit einem nicht spezifizierten Netzkabel können Stromschläge und Kurzschlüsse verursacht werden.

- Betreiben Sie Ihre Geräte niemals an einer Stromversorgung ohne Erdungsanschluss.
- Verwenden Sie niemals ein anderes als das von Agilent zum Einsatz in Ihrem Land bereitgestellte Kabel.

WARNUNG

Verwendung nicht im Lieferumfang enthaltener Kabel

Die Verwendung von Kabeln, die nicht von Agilent Technologies stammen, kann zu einer Beschädigung der elektronischen Komponenten oder zu Personenschäden führen.

 Benutzen Sie immer nur Originalkabel von Agilent Technologies, um eine einwandfreie Funktion und die Einhaltung der Sicherheits- und EMC-Bestimmungen zu gewährleisten.

2 Hinweise zum Aufstellort und Spezifikationen Hinweise zum Aufstellort

Platzbedarf

Abmessungen und Gewicht des Detektors (Tabelle 2 auf Seite 23) lassen die Aufstellung des Geräts auf praktisch jedem Schreibtisch oder Labortisch zu. Das Gerät benötigt an jeder Seite zusätzlich 2,5 cm Platz und ungefähr 8 cm an der Rückseite für die elektrischen Anschlüsse und für eine ausreichende Luftzirkulation.

Soll auf dem Labortisch ein komplettes LC-System der Agilent-Serie 1200 aufgestellt werden, müssen Sie sicherstellen, dass der Labortisch für das Gesamtgewicht aller Module ausgelegt ist.

Der Detektor ist in waagerechter Lage zu betreiben.

Umgebung

Ihr Detektor arbeitet bei normaler Umgebungstemperatur und Luftfeuchtigkeit gemäß den Spezifikationen unter Tabelle 2 auf Seite 23.

ASTM-Drifttests erfordern geringere Temperaturschwankungen als 2 °C/Stunde. Von Agilent veröffentlichte Driftspezifikationen (siehe auch "Leistungsdaten" auf Seite 24) beziehen sich auf diese Bedingungen. Stärkere Schwankungen der Umgebungstemperatur können zu einem stärkeren Drift führen.

Bessere Driftwerte werden durch geringere Temperaturschwankungen erreicht. Die bestmöglichen Leistungswerte können bei möglichst geringen Temperaturschwankungen von weniger als 1 °C/Stunde (1.8 °F/Stunde) erreicht werden. Kürzere Schwankungen als eine Minute sind vernachlässigbar.

VORSICHT

Kondensation im Inneren des Detektors

Eine Kondensation im Geräteinneren kann die Elektronik beschädigen.

- Vermeiden Sie Lagerung, Versand oder Betrieb des Detektors unter Bedingungen, die zu einer Kondensation im Detektor führen können.
- Nach einem Transport bei kalten Temperaturen muss das Gerät zur Vermeidung von Kondensation in seiner Verpackung verbleiben, bis es sich auf Raumtemperatur erwärmt hat.

Technische Daten

| Тур | Spezifikation | Kommentare |
|--|--|-------------------------------|
| Gewicht | 11 kg (25 lbs) | |
| Abmessungen (Höhe × Breite × Tiefe) | 140 × 345 × 435 mm 5,5 × 13,5 × 17 Zoll | |
| Netzspannung | 100–240 V, ± 10% | Universalnetzteil |
| Netzfrequenz | 50 oder 60 Hz, ± 5% | |
| Stromverbrauch | 220 VA, 85 W / 290 BTU | Maximal |
| Umgebungstemperatur | 0–55 °C | |
| Lagertemperatur | -40–70 °C | |
| Luftfeuchtigkeit | < 95%, bei 25–40 °C | Nicht kondensierend |
| Betriebshöhe | bis zu 2000 m | |
| Lagerhöhe | bis zu 4600 m | Zum Aufbewahren des Geräts |
| Sicherheitsstandards: IEC, CSA, UL, EN | Installationskategorie II, Verschmutzungsgrad 2 Nur für den Einsatz im Innenbereich geeignet. | |

Tabelle 2 Technische Daten

Leistungsdaten

| Тур | Spezifikation | Kommentare |
|----------------------------------|--|---|
| Detektortyp | Zweistrahlphotometer | |
| Lichtquelle | Deuteriumlampe | |
| Wellenlängenbereich | 190–600 nm | |
| Kurzzeitrauschen (ASTM) | ± 0,75 × 10-5 AU bei 254 nm | Siehe Hinweis unter der Tabelle. |
| Drift | 3 × 10-4 AU/Stunde bei 254 nm | Siehe Hinweis unter der Tabelle. |
| Linearität | > 2 AU (5 %) Obergrenze | Siehe Hinweis unter der Tabelle. |
| Wellenlängengenauigkeit | ± 1 nm | Selbstkalibrierung mit den Linien der Deuteriumlampe, Überprüfung mit Holmiumoxidfilter |
| Bandbreite | 6,5 nm typischerweise | |
| Durchflusszellen | Standard: 14 µl Volumen, Zelle mit 10 mm Schichtdicke und 40 bar (588 psi) Druckmaximum Hochdruck: 14 µl Volumen, Zelle mit 10 mm Schichtdicke und 400 bar (5880 psi) Druckmaximum Mikro: 1 µl Volumen, Zelle mit 5 mm Schichtdicke und 40 bar Druckmaximum Semi-Mikro: 5-µl Volumen, Zelle mit 6 mm Schichtdicke und 40 bar (588 psi) Druckmaximum | Ersatzteile zur Reparatur der Durchflusszellen sind erhältlich |
| Steuerung und Datenauswertung | Agilent ChemStation für LC | |
| Analogausgänge | Rekorder/Integrator: 100 mV oder 1 V, Signalbereich 0,001 – 2 AU, ein Ausgang | |
| Datenübertragung | Controller-area network (CAN), GPIB, RS-232C, APG-Remote: Ready-, Start-, Stop- und Shut-down-Signale, LAN optional | GPIB nur für G1314B |

Tabelle 3 Leistungsspezifikationen des variablen Wellenlängendetektors der Agilent-Serie 1200

| Тур | Spezifikation | Kommentare |
|------------------------|--|------------|
| Sicherheit und Wartung | Umfangreiche Diagnosefunktionen, Fehlererkennung und -anzeige (über Steuermodul und Agilent ChemStation), Leckagedetektion, sichere Handhabung von Leckagen, bei Leckagen Signal zum Abschalten des Pumpensystems. Geringe Spannungen in den wichtigsten Wartungsbereichen. | |
| GLP-Eigenschaften | Wartungsvorwarnfunktion (EMF) zur kontinuierlichen Verfolgung der Gerätenutzung hinsichtlich der Lampenbrenndauer mit frei einstellbaren Höchstwerten und Rückmeldung an den Benutzer. Elektronische Aufzeichnung der Wartung und Fehler. Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit mit eingebautem Holmiumoxidfilter. | |
| Gehäuse | Alle Materialien sind wiederverwendbar. | |

HINWEIS

ASTM: "Standard Practice for Testing Variable Wavelength Photometric Detectors Used in Liquid Chromatography" (Standardverfahren zum Testen variabler Wellenlängendetektoren in der Flüssigkeitschromatographie). Referenzbedingungen: Schichtdicke 10 mm, Ansprechzeit 2 s, Fluss 1 ml/min LC-reines Methanol. Linearität gemessen mit Koffein bei 265 nm.

2 Hinweise zum Aufstellort und Spezifikationen Leistungsdaten



Auspacken des Detektors28Optimieren der Geräteanordnung30Installation des Detektors33Flüssigkeitsanschlüsse am Detektor36

In diesem Kapitel wird die Installation des Detektors beschrieben.



Auspacken des Detektors

Beschädigte Verpackung

Falls die Lieferverpackung äußere Beschädigungen aufweist, wenden Sie sich bitte sofort an Ihr Agilent-Servicebüro. Informieren Sie Ihren Kundenberater, dass der Detektor auf dem Versandweg beschädigt worden sein könnte.

HINWEIS

Installieren Sie den Detektor nicht, wenn Sie Anzeichen einer Beschädigung entdecken.

Auslieferungs-Checkliste

Stellen Sie sicher, dass der Detektor mit vollständigem Zubehör und allen Teilen geliefert wurde. Eine Auslieferungs-Checkliste finden Sie unten. Bitte wenden Sie sich im Falle fehlender oder beschädigter Teile an Ihr Agilent-Servicebüro.

Tabelle 4 Variabler Wellenlängendetektor-Checkliste

| Beschreibung | Menge | |
|--------------------------------------|--------------|--|
| Variabler Wellenlängendetektor | 1 | |
| Netzkabel | 1 | |
| Durchflusszelle | wie bestellt | |
| Benutzerhandbuch | 1 | |
| Zubehör-Kit (Tabelle 5 auf Seite 29) | 1 | |

Inhalt des Zubehör-Kits des Detektors

 Tabelle 5
 Inhalt des Zubehör-Kits

| Beschreibung | Bestellnummer | Menge |
|--|---------------|-------|
| Zubehör-Kit | G1314-68705 | |
| CAN-Kabel 0,5 m | 5181-1516 | 1 |
| Installations-Kit für Auslasskapillare aus PEEK | 5062-8535 | 1 |
| Verschraubung, männlich aus PEEK | 0100-1516 | 1 |
| Inbusschlüssel 1,5 mm | 8710-2393 | 1 |
| Inbusschlüssel 4 mm | 8710-2392 | 1 |
| Gabelschlüssel 1/4–5/16" | 8710-0510 | 1 |
| Gabelschlüssel offen, 4 mm | 8710-1534 | 1 |

Optimieren der Geräteanordnung

Wenn Sie Ihren Detektor als Teil eines vollständigen Systems der Agilent-Serie 1200 einsetzen, können Sie die optimale Leistungsfähigkeit durch Wahl der folgenden Konfiguration sicherstellen. Diese Anordnung stellt einen optimalen Flüssigkeitsweg mit minimalem Totvolumen sicher.

Optimieren der Geräteanordnung



Abbildung 5 Empfohlene Geräteanordnung (Frontansicht)

Optimieren der Geräteanordnung





Benötigte Teile

Detektor

Netzkabel, zu anderen Kabeln siehe nachfolgenden Text und Tabelle 22 auf Seite 122.

Chemstation und/oder Steuermodul G1323B

Benötigte Vorbereitungen

- Räumen Sie den Aufstellplatz frei.
- Sorgen Sie für die Stromversorgung.
- Packen Sie den Detektor aus.
- 1 Installieren Sie die LAN-Schnittstellenkarte im Detektor (falls erforderlich), "Austausch der Schnittstellenplatine" auf Seite 100.
- **2** Stellen Sie den Detektor in horizontaler Lage im Geräteturm oder auf einem Labortisch bereit.
- 3 Stellen Sie sicher, dass der Netzschalter an der Vorderseite auf AUS steht.



mit grüner Leuchte

Abbildung 7 Frontansicht des Detektors

Installation des Detektors

HINWEIS

Die Abbildung oben zeigt die bereits eingebaute Durchflusszelle. Der Bereich der Durchflusszelle wird mit einer Metallplatte abgedeckt. Die Durchflusszelle muss gemäß den Anweisungen in "Flüssigkeitsanschlüsse am Detektor" auf Seite 36 installiert werden.

- **4** Stecken Sie das Netzkabel in die Netzbuchse an der Rückseite des Detektors.
- **5** Schließen Sie das CAN-Kabel an die anderen Module der Agilent-Serie 1200 an.
- 6 Wenn eine Agilent ChemStation zur Steuerung dient, schließen Sie
 - ein LAN-Kabel an der LAN-Schnittstelle des Detektors an.

HINWEIS

Wenn das System einen Agilent 1200 DAD/MWD/FLD umfasst, sollte das LAN mit dem DAD/MWD/FLD verbunden werden (aufgrund der höheren Datenlast).

- 7 Schließen Sie das Analogkabel an (optional).
- **8** Schließen Sie bei Geräten, die nicht zur Agilent-Serie 1200 gehören, das APG-Remote-Kabel (optional) an.

WARNUNG

Auch im ausgeschalteten Zustand fließt im Gerät noch Strom.

Im Netzteil fließt noch Strom, selbst wenn der Netzschalter an der Gerätevorderseite ausgeschaltet ist.

- Der Detektor wird vollständig vom Netz getrennt, indem der Netzstecker aus der Steckdose gezogen wird.
- **9** Drücken Sie den Netzschalter links unten, um den Detektor einzuschalten. Die Statusanzeige sollte grün leuchten.



Abbildung 8 Rückansicht des Detektors

HINWEIS

Der Detektor ist eingeschaltet, wenn der Netzschalter in gedrückter Position ist und die grüne Lampe leuchtet. Der Detektor ist ausgeschaltet, wenn der Netzschalter hervorragt und das grüne Licht aus ist.

HINWEIS

Bei Auslieferung ist der Detektor auf die Standardkonfiguration eingestellt.

Installation des Detektors Flüssigkeitsanschlüsse am Detektor

Flüssigkeitsanschlüsse am Detektor

Benötigte Teile

Andere Module

Teile aus dem Zubehör-Kit, Tabelle 5 auf Seite 29 Zwei Gabelschlüsse
l1/4–5/16"für Kapillarverbindungen

Benötigte Vorbereitungen

Detektor ist im LC-System eingebaut.

WARNUNG

3

Toxische und gefährliche Lösungsmittel

Der Umgang mit Lösungsmitteln und Reagenzien kann Gesundheitrisiken bergen.

 Beachten Sie bei der Handhabung von Lösungsmitteln die geltenden Sicherheitsvorschriften (z. B. Tragen von Sicherheitsbrille, Handschuhen und Schutzkittel), die in den Sicherheitsdatenblättern des Herstellers beschrieben sind, speziell beim Einsatz von giftigen oder gesundheitsgefährdenden Lösungsmitteln.

HINWEIS

Bei der Lieferung ist die Durchflusszelle mit Isopropanol gefüllt. Zum Versand wird diese Befüllung generell empfohlen. Damit wird Glasbruch bei extrem kalten Bedingungen vermieden.


3 Installation des Detektors

Flüssigkeitsanschlüsse am Detektor



Die Einrichtung des Detektors ist nun abgeschlossen.



Der Detektor sollte nur mit angebrachter Frontplatte betrieben werden, um den Bereich der Durchflusszelle vor starker Zugluft zu schützen.



Einrichten einer Analyse 40 Vor der Verwendung des Systems 40 Anforderungen und Bedingungen 42 Optimierung des Systems 44 Vorbereitung des HPLC-Systems 45 Analyse der Probe und Überprüfung der Ergebnisse 54 Spezielle Einstellungen des Detektors 55 Steuerungseinstellungen 55 **Online-Spektren** 56 Scannen mit dem VWD 57 Einstellungen für die Analogausgabe 59 Spezielle Sollwerte 60 Einstellungen für die Peakbreite 61 Optimierung des Detektors 63

Dieses Kapitel enthält Informationen zur Einrichtung des Detektors für eine Analyse sowie eine Beschreibung der Grundeinstellungen.



4 Verwendung des Detektors Einrichten einer Analyse

Einrichten einer Analyse

In diesem Kapitel werden folgende Themen behandelt:

- Vorbereitung des Systems
- Informationen zur Einrichtung einer HPLC-Analyse
- Verwendung des Gerätetests zur Überprüfung, ob alle Module im System ordnungsgemäß installiert und angeschlossen sind. Dieser Test dient nicht zur Überprüfung der Geräteleistung.
- Informationen zu speziellen Einstellungen

Vor der Verwendung des Systems

Informationen zu Lösungsmitteln

Beachten Sie die Empfehlungen zur Verwendung von Lösungsmitteln im Kapitel "Lösungsmittel" im Referenzhandbuch der Pumpe.

Initialisierung und Spülen des Systems

Nach einem Austausch der Lösungsmittel oder einer längeren Nichtbenutzung des Lösungsmittelfördersystems, z. B. über Nacht, diffundiert Sauerstoff in den Lösungsmittelkanal zwischen Lösungsmittelbehälter, Vakuumentgaser (sofern im System vorhanden) und Pumpe. Flüchtige Lösungsmittelanteile werden teilweise verdunstet. Daher ist das Spülen des Pumpensystems vor dem Start einer Anwendung erforderlich.

| Zeitpunkt | Lösungsmittel | Kommentare |
|--|------------------------|--|
| Nach einer Installation | Isopropanol | Bestes Lösungsmittel zum Entfernen von Luft aus dem System |
| Beim Wechsel zwischen Normalphase und Umkehrphase | Isopropanol | Bestes Lösungsmittel zum Entfernen von Luft aus dem System |
| Nach einer Installation | Ethanol oder Methanol | Als Alternative und zweite Wahl anstelle von Isopropanol, wenn dieses nicht zur Verfügung steht. |
| Zur Reinigung des Systems beim Einsatz von Pufferlösungen | Bidestilliertes Wasser | Bestes Lösungsmittel zum Lösen auskristallisierter Puffersalze |
| Nach einem Lösungsmittelwechsel | | Bestes Lösungsmittel zum Lösen auskristallisierter Puffersalze |
| Nach der Installation von Dichtungen für Normalphasenlösungsmittel (P/N 0905-1420) | Hexan + 5% Isopropanol | Gute Benetzungseigenschaften |

Tabelle 6 Verschiedene Lösungsmittel zum Spülen des Systems

HINWEIS Die Pumpe sollte niemals bei leeren Schläuchen in den Spülbetrieb geschaltet werden. Sie sollte niemals trocken laufen. Saugen Sie mit einer Spritze so viel Lösungsmittel in die Schläuche, dass sie bis zum Pumpeneingang befüllt sind, bevor Sie den Spülbetrieb mit der Pumpe fortsetzen.

- 1 Öffnen Sie das Spülventil an Ihrer Pumpe durch Drehen gegen den Uhrzeigersinn und wählen Sie eine Durchflussrate von 3-5 ml/min.
- **2** Spülen Sie alle Schläuche mit mindestens 30 ml Lösungsmittel.
- **3** Stellen Sie die für Ihre Applikation korrekte Flussrate ein und schließen Sie das Spülventil.

HINWEIS Pumpen Sie für ca. 10 Minuten Lösungsmittel durch Ihr System, bevor Sie Ihre Anwendung starten.

Anforderungen und Bedingungen

Was ist erforderlich?

In Tabelle 7 auf Seite 42 sind die Elemente aufgeführt, die zur Einrichtung der Analyse benötigt werden. Einige Elemente sind optional (nicht für das Grundsystem erforderlich).

| Tabelle 7 | Was ist | erforderlich? |
|-----------|---------|---------------|
| | | |

| 1200 System | Pumpe (plus Entgasung) |
|-------------|--|
| | Automatischer Probengeber |
| | Detektor mit Standard-Durchflusszelle |
| | Entgaser (optional) |
| | Säulenofen (optional)l |
| | Detektor - FLD oder RID (optional) mit Standard-Durchflusszelle |
| | Agilent ChemStation (B.02.01 oder höher), Instant Pilot G4208 (A.01.01 oder höher) (optional für die grundlegende Funktionsweise) oder Steuermodul G1323B (B.04.02 oder höher) (optional für die grundlegende Funktionsweise), siehe Hinweis unten. |
| | Auf dem System sollte die LAN-Kommunikation mit der Agilent ChemStation eingerichtet sein. |
| Säule: | Zorbax Eclipse XDB-C18, 4,6 x 150 mm, 5 um Bestellnummer 993967-902 oder Bestellnummer 5063-6600 |
| Standard: | Bestellnummer 01080-68704 0,15 Gew% Dimethylphthalat, 0,15 Gew% Diethylphthalat, 0,01 Gew% Biphenyl, 0,03 Gew% o-Terphenyl in Methanol |
| | FLD - 1:10 in Acetonitril verdünnt |

HINWEIS

Der G1314C VWD SL kann mit einem G1323B Steuermodul nur im Standardmodus als G1314B betrieben werden. Es ist nicht möglich, eine höhere Datenrate auszuwählen.

Bedingungen

Eine Einzelinjektion des isokratischen Teststandards wird entsprechend den in Tabelle 8 auf Seite 43 genannten Bedingungen durchgeführt:

| Fluss | 1,5 ml/Minute |
|---------------------------------|--------------------------------------|
| Laufzeit | 8 Minuten |
| Lösungsmittel | 100 % (30 % Wasser/70 % Acetonitril) |
| Temperatur | Umgebung |
| Wellenlänge | Probe 254 nm |
| Wellenlängen-FLD (optional): | Anregung: 246 nm, Emission: 317 nm |
| PMT-Verstärkung FLD: | 10 |
| Optiktemperatur-RID (optional): | Keine |
| Polaritäts-RID: | Positiv |
| Injektionsvolumen | und FLD1 µIRID: 20 µI |
| Säulentemperatur (optional): | 25,0 °C oder Umgebungstemperatur |
| | |

Tabelle 8 Bedingungen

Typisches Chromatogramm

Ein für diese Analyse typisches Chromatogramm ist in Abbildung 9 auf Seite 44 abgebildet. Das genaue Profil des Chromatogramms ist abhängig von den chromatographischen Bedingungen. Abweichungen in der Lösungsmittelqualität, dem Säulenfüllmaterial, der Standardkonzentration und der Säulentemperatur wirken sich möglicherweise auf die Retentions- und die Ansprechzeit aus.

Einrichten einer Analyse



Abbildung 9 Typisches Chromatogramm mit UV-Detektor

Optimierung des Systems

Die für diese Analyse verwendeten Einstellungen sind spezifisch für diesen Zweck. Für andere Anwendungen kann das System auf verschiedene Weise optimiert werden. Weitere Informationen hierzu finden Sie im Abschnitt "Optimierung des Detektors" auf Seite 63 oder unter "Optimierung" im Referenzhandbuch zum entsprechenden Modul.

Vorbereitung des HPLC-Systems

- **1** Schalten Sie den Computer und den Bildschirm der Agilent ChemStation ein.
- 2 Schalten Sie die HPLC-Module der Serie 1200 ein.
- 3 Starten Sie die Agilent ChemStation-Software (B.02.01). Wenn die Pumpe, der Probengeber, der thermostatisierte Säulenofen und der Detektor gefunden werden, sieht die Anzeige der ChemStation aus wie in Abbildung 10 auf Seite 45 dargestellt. Die Systemanzeige zeigt ein rotes Licht an, der Systemstatus lautet "Not Ready" (Nicht bereit).



Fenster mit dem Online-Diagramm

Fenster mit den Detailangaben

Abbildung 10 Startbildschirm der ChemStation (Ansicht "Method and Run Control", Methoden- und Analysenlaufsteuerung)

4 Schalten Sie die Detektorlampe, die Pumpe und den Probengeber ein, indem Sie am System auf die Schaltfläche **On** (Ein) oder in der grafischen Benutzeroberfläche auf die Schaltflächen unterhalb der Modulsymbole klicken.

Einrichten einer Analyse

Nach einiger Zeit werden die Pumpe, der thermostatisierte Säulenofen und der Detektor grün angezeigt.



Abbildung 11 Einschalten der HPLC-Module

- **5** Spülen Sie die Pumpe. Weitere Informationen "Initialisierung und Spülen des Systems" auf Seite 40.
- **6** Damit der Detektor eine stabile Basislinie erzeugen kann, muss er mindestens 60 Minuten aufgewärmt werden (Beispiel: Abbildung 12 auf Seite 47).

HINWEIS

Zum Erzielen einer reproduzierbaren Chromatographie müssen der Detektor und die Lampe mindestens eine Stunde eingeschaltet sein. Andernfalls ist es möglich, dass die Basislinie noch driftet (abhängig von der Umgebung).



Abbildung 12 Stabilisierung der Basislinie

- Wenn Sie die isokratische Pumpe verwenden, füllen Sie in die Lösungsmittelflasche eine Mischung aus doppelt destilliertem HPLC-Wasser (30 %) und Acetonitril (70 %). Für binäre und quaternäre Pumpen können separate Flaschen verwendet werden.
- 8 Klicken Sie auf die Schaltfläche **Load Method** zum Laden einer Methode, wählen Sie **DEF_LC.M** und klicken Sie auf **OK**. Alternativ können Sie im Methodenfenster auf die Methode klicken. Die Standardparameter der LC-Methode werden in die Module der Serie 1200 übertragen.

Einrichten einer Analyse



Abbildung 13 Laden der LC-Standardmethode

 Slicken Sie auf die Modulsymbole (Abbildung 14 auf Seite 49) und öffnen Sie das jeweilige Setup-Fenster zur Einrichtung dieser Module. Abbildung 15 auf Seite 50 zeigt die Detektoreinstellungen (ändern Sie zu diesem Zeitpunkt keine Detektorparameter).



Abbildung 14 Geöffnete Menüs der Module

10 Geben Sie die unter Tabelle 8 auf Seite 43 genannten Pumpenparameter ein.

Einrichten einer Analyse

| VWD Signal : System-2 | × |
|---|---|
| _ Signal | Time |
| Wavelength: [254] nm Peakwidth (Responsetime) >0.1 min_ (2 s) ▼ | <u>S</u> toptime: as Pump ∰ min noLimit ∰ min Posttime: Off ∰ min |
| | |
| Line Time Wavelength Ba | alance Scan <u>Insert</u> Append Cyt |
| Table C Graphic | Lopy Easte Help More >> |
| | X |
| | Analog Output |
| | 1000 💌 mAU |
| | Store additionally |
| | Autobalance |

Abbildung 15 Detektoreinstellungen (Standard)

Setup ...

- 1 Signal mit individueller Wellenlängeneinstellung
- Stopp- und Nachspülzeit können eingestellt werden (sofern erforderlich)
- Die Bandbreite ist abhängig von den Peaks im Chromatogramm, siehe "Einstellungen für die Peakbreite" auf Seite 61.
- Zeittabelle für programmierbare Aktionen während eines Analysenlaufs

- Grenzwerte der Nullpunktverschiebung: 1 bis 99 % in Schritten von 1 %
- Dämpfungsgrenzwerte: Diskrete Werte von 0,98 bis 4000 mAU für 100 mV oder 1 V volle Skala.
- Zusätzliche Signale können gemeinsam mit dem normalen Signal (zur Diagnose) gespeichert werden
- Automatischer Abgleich auf Nullextinktion (am analogen Ausgang zuzüglich Verschiebung) am Beginn und/oder Ende einer Analyse
- Siehe "Spezielle Sollwerte" auf Seite 60.

- **11** Pumpen Sie zur Äquilibrierung die aus Wasser und Acetonitril (30/70 %) bestehende mobile Phase 10 Minuten lang durch die Säule.
- 12 Klicken Sie auf die Schaltfläche und wählen Sie Change... (Ändern...), um Informationen zum Signaldiagramm darzustellen. Wählen Sie die Signale Pump: Pressure (Pumpe: Druck) und VWD A: Signal 254. Stellen Sie den Y-Bereich des VWD auf 1 mAU, die Verschiebung auf 20 % und die Druckverschiebung auf 50 %. Geben Sie als Bereich der X-Achse 15 Minuten ein. Klicken Sie auf **0K**, um den Bildschirm zu verlassen.



Abbildung 16 Fenster "Edit Signal Plot" (Signaldiagramm bearbeiten)

Das Onlinediagramm (Abbildung 17 auf Seite 52) zeigt die Signale für den Pumpendruck und die Detektorextinktion an. Durch Auswahl von **Adjust** (Anpassen) werden die Signale auf den Verschiebungswert zurückgesetzt, durch **Balance** (Abgleich) wird ein Abgleich des Detektors ausgeführt.



Abbildung 17 Fenster "Online Plot" (Onlinediagramm)

13 Wenn beide Basislinien stabil sind, stellen Sie den Y-Bereich für das Detektorsignal auf 100 mAU ein.

HINWEIS Bei erstmaliger Verwendung einer neuen UV-Lampe kann es für einige Zeit zu einer Anfangsdrift (Einbrenneffekt) kommen.

14 Wählen Sie im Menü RunControl > Sample Info

(Analysenlaufsteuerung/Probeninfo) und geben Sie Informationen zur Anwendung ein (Abbildung 18 auf Seite 53). Klicken Sie auf **OK**, um den Bildschirm zu verlassen.

| od Sequence View 5 C.M 6 Sample In | fo: System-2 | | | |
|------------------------------------|--|---|-------------------------------|--|
| C.M | fo: System-2 | | | |
| Sample In | fo: System-2 | | | |
| | | | | |
| Uperator. | Name: Wolfgang | | | |
| 6 9 9.1 | | | | |
| Deta Fi | 68 | | | |
| Path: | E:\CHEMSTATION\ | 2\DATA\ | Subdirectory: | ISOTEST |
| | | - | | |
| (* M | anual | Filename | | |
| CP | efu/Counter | ISO_01.D | | |
| | | | | |
| Sampi | le <u>N</u> ame: Isocratic tes | it sample | | |
| Sampl | ie Amount: 0 | | Multiplier: | 1 |
| ISTD. | Amount 0 | | Dilytion | 1 |
| Comm | erg pratic test sample, | , 1 ul, 30/70 H2O/Ad | cetonitrile, 1 | .5 mVmin 🔄 |
| | Puth: Pu | Path: E-CHEMSTATION @ Manual @ Prefor/Counter Sample Name: Incoratic test Sample Amount: 0 ISTD Amount: 0 Commert: Isocratic test sample | Parti: E-NCHEMSTATION/24DATAA | Padr: E-VCHEMSTATION/2/DATA/ Subdirectory Marual Flename Perio/Counter Sample Parameters Logation: Vial 1 Sample Marue: Inocratic test sample Sample Marue: Inocratic test sample Isocratic test sample, 1 ul, 30/70 H20/Acetonitrile, 1 |

Abbildung 18 Sample Information

15 Füllen Sie den Inhalt einer Ampulle mit einer isokratischen Standardprobe in ein Gefäß. Verschließen Sie das Gefäß anschließend mit einer Kappe und stellen Sie es in den automatischen Probengeber (Position 1).

Analyse der Probe und Überprüfung der Ergebnisse

- 1 Wählen Sie zum Starten einer Analyse im Menü RunControl > Run Method (Analysenlaufsteuerung/Methodenanalyse).
- **2** Die Module der Serie 1200 werden gestartet und das Onlinediagramm auf der Agilent ChemStation zeigt das erzeugte Chromatogramm an.



Abbildung 19 Chromatogramm nicht isokratischer Testprobe

HINWEIS

Informationen zur Verwendung der Datenanalysefunktionen finden Sie im mitgelieferten Handbuch zur Verwendung der ChemStation.

Spezielle Einstellungen des Detektors

In diesem Kapitel werden spezielle Einstellungen für den G1314B VWD und den G1314C VWD SL beschrieben (basierend auf der Agilent ChemStation B.02.01).

Steuerungseinstellungen

| 🔄 Set up VWD Signal | WWD Control : System | -2 <u>×</u> |
|----------------------------------|----------------------------------|--|
| # Control | | Error Method |
| Not Ready Information P Help | C off | Analog Output Bange |
| | | |
| | At <u>P</u> ower On | Lamp Type |
| | Turn lamp on | G1314-60100 💌 |
| | Automatic Turn On | |
| | Turn lamp on at: | |
| | Date: 29.12.20 Time: 11:20:03 | 05 <dd.mm.yyyy> <hh:mm:ss></hh:mm:ss></dd.mm.yyyy> |
| | - | |
| | <u>Ω</u> K | Cancel <u>H</u> elp |

Abbildung 20 Steuerungseinstellungen des Detektors

- Lamp: UV-Lampe ein- und ausschalten.
- At Power On: (Beim Einschalten)
 Lampe wird beim Einschalten
 automatisch eingeschaltet.
- Error Method (Fehlermethode): Fehlermethode oder aktuelle Methode verwenden (bei einem Fehler).
- Analog Output Range (Spannungsbereich des Analogausgangs): kann auf 100 mV oder auf 1 V volle Skala eingestellt werden "Einstellungen für die Analogausgabe" auf Seite 59.
- Lamp Type (Lampentyp): kann auf G1314-60100 (Standard-VWD-Lampe) oder 2140-0590 (DAD-Lampen) gesetzt werden (siehe auch "Austausch einer Lampe" auf Seite 85).
- Automatic Turn On (Automatisches Einschalten): Lampen können programmiert werden (Detektor muss eingeschaltet sein).
- Help (Hilfe): Online-Hilfe.

Spezielle Einstellungen des Detektors

Online-Spektren

1 Wählen Sie zum Anzeigen der Online-Spektren die Option "Online Spectra" (Online-Spektren).

HINWEIS

Dieses Onlinespektrum wird nur bei Stop-Flow-Bedingungen erzeugt, wenn der Peak in der Durchflusszelle gehalten wird, siehe "Scannen mit dem VWD" auf Seite 57.



Abbildung 21 Fenster "Online Spectra" (Online-Spektren)

2 Ändern Sie den Extinktions- und den Wellenlängenbereich je nach Bedarf.

Scannen mit dem VWD

HINWEIS

Der Zugriff auf die Scanfunktion ist nur während eines Analysenlaufs möglich.

- 1 Richten Sie einen Analysenlauf ein.
- 2 Starten Sie einen Analysenlauf.
- **3** Während die Analyse auf der Basislinie ausgeführt wird, wählen Sie im Menü Instrument > More VWD > Blank Scan, Abbildung 22 auf Seite 57 (Gerät/Weitere VWD-Einstellungen/Blindwertscan).

Ein Hintergrundscan wird im Arbeitsspeicher gespeichert.



Abbildung 22 Aufnahme von Online-Spektren

4 Wenn der gewünschte Peak in die Durchflusszelle gelangt, halten Sie den Fluss an (indem Sie die Durchflussrate auf Null einstellen oder das

Spezielle Einstellungen des Detektors

Spülventil öffnen) und warten Sie kurz, damit sich die Konzentration stabilisieren kann.

HINWEIS

Wenn Sie die Pumpe ausschalten, wird der Analysenlauf gestoppt und ein Zugriff auf den Probenscan ist nicht möglich.

5 Wählen Sie im Menü **Instrument > More VWD > Sample Scan** (Gerät/Weitere VWD-Einstellungen/Probenscan).

Im unter "Spezielle Sollwerte" auf Seite 60 definierten Bereich wird ein Probenscan vorgenommen und im Fenster "Online Spectra" (Online-Spektren, siehe "Online-Spektren" auf Seite 56) wird das Ergebnis angezeigt (Probenscan abzüglich des Blindwertscans).

Einstellungen für die Analogausgabe

- 1 Wählen Sie zum Ändern des Ausgabebereichs für Analogausgänge die Option **VWD Control** (VWD-Steuerung).
- 2 Wählen Sie zum Ändern der Abweichung und der Dämpfung VWD Signal > More (VWD-Signal/Weitere Einstellungen).

| E Set up VWD Signal Control Online Spectra Not Ready Information Help | VWD Control : System Lamp Image: Onic off At Power On Turn lamp on Automatic Turn On Turn lamp on at: Date: 29.12.20 Time: 11:20:03 | Error Method Take current method Analog Output Bange O 0.1 V ⊙ 1 V Lamp Type G1314-60100 ▼ 05 <dd.mm.yyyy> <hhrmm:ss></hhrmm:ss></dd.mm.yyyy> | Analog Output Range (Spannungsbereich des Analogausgangs): Kann auf 100 mV oder auf 1 V volle Skala eingestellt werden. Nullpunktverschiebung: Kann au 100 mV oder auf 1 V volle Skala eingestellt werden. Dämpfungsgrenzwerte: Diskrete Werte von 0,98 bis 4000 mAU fü 100 mV oder 1 V volle Skala. | յք ւ |
|---|---|---|--|---------|
| 🕲 Set up VWD Signal — | VWD Signal : System- | 2 | × | |
| at Control Its Online Spectra | Signal | Time | Analog Output | |
| DNot Ready Information | Vavelength 254 nm Peakwidth (Respo > 0.1 min (2 s) | Stoptime: as Pump no Limit Postime: Off | min 5 % Attenyation: 1000 mAU | |

Abbildung 23 Einstellungen für die Analogausgabe

3 Ändern Sie die Werte, falls erforderlich.

Spezielle Einstellungen des Detektors

Spezielle Sollwerte

1 Wählen Sie zum Ändern der Abweichung und der Dämpfung VWD Signal > More > Special Setpoints (VWD-Signal/Weitere Einstellungen/Spezielle Sollwerte).

•

| Set up VWD Signal | VWD Special Setpoints : System-2 |
|----------------------------------|---|
| ஃ Control நிலி Online Spectra | |
| 💯 Not Ready Information | Margin for negative Absorbance: ILLU mAU Signal Polarity: Positive Negative |
| | Scan Bange: 190 to 400 nm Step 2 nm Restore Defaults DK Cancel Help |

Abbildung 24 Spektrenfenster

Toleranz für negative Extinktionen (Margin for Negative Absorbance):In diesem Feld können Sie die Signalverarbeitung durch den Detektor ändern, um die Toleranz für die negative Extinktion zu vergrößern. Verwenden Sie diese Option, wenn beispielsweise durch den Lösungsmittelgradienten die Basislinienextinktion vermindert wird und wenn Sie GPC-Analysen durchführen. Grenzwerte 100 bis 4000 mAU.

- Signalpolarität:kann auf Negativ geändert werden (sofern erforderlich).
- Analyse bei ausgeschalteter Lampe zulassen:Wenn der VWD nicht in einer Doppeldetektor-Konfiguration verwendet wird (Lampe aus), wird durch den Modus "Not ready" (Nicht bereit) die Analyse nicht angehalten.
- Scanbereich/Schritt: Wird f
 ür das Stop-Flow-Scannen verwendet, "Scannen mit dem VWD" auf Seite 57.

HINWEIS

Toleranz für negative Extinktionen (Margin for Negative Absorbance): Je höher der Wert ist, desto stärker ist das Basislinienrauschen. Geben Sie diesen Wert nur ein, wenn sie eine negative Extinktion von mehr als -100 mAU erwarten.

Einstellungen für die Peakbreite

HINWEIS

Verwenden Sie keine kürzere Peakbreite als notwendig, siehe auch "Einstellen der Detektorparameter" auf Seite 69.

- 1 Wählen Sie zum Ändern der Einstellungen für die Peakbreite Setup Detector Signals (Detektorsignale einrichten).
- **2** Klicken Sie im Abschnitt "Peakwidth (Responsetime)" (Peakbreite [Ansprechzeit]) auf die Dropdown-Liste.
- 3 Passen Sie die Peakbreite nach Bedarf an.



Abbildung 25 Einstellung der Peakbreite

Die Peakbreite ermöglicht die Auswahl der Peakbreite (Responsezeit) für Ihre Analyse. Die Peakbreite ist als Breite des Peaks in Minuten bei halber Peakhöhe definiert. Setzen Sie die Peakbreite auf den Wert, den Sie für den schmalsten Peak im Chromatogramm erwarten. Über die Peakbreite wird die optimale Responsezeit für Ihren Detektor eingestellt. Der Peakdetektor ignoriert alle Peaks, die deutlich schmaler oder breiter sind als die eingestellte Peakbreite. Die Responsezeit ist die Zeit zwischen 10 % und 90 % des Ausgangssignals als Antwort auf eine Eingangsschrittfunktion. Wenn für die Spektrenerfassung die Option "All" (Alle) ausgewählt ist, werden die Spektren in Abhängigkeit von der eingestellten Peakbreite kontinuierlich erfasst. Die für die Peakbreite angegebene Zeit wird als Faktor bei der Spektrenaufnahme verwendet. Die für ein Spektrum benötigte Aufnahmezeit liegt geringfügig unter dem Wert, der sich bei der Division der Peakbreite durch 8 ergibt, Tabelle 9 auf Seite 62.

Grenzwerte Wenn Sie die Peakbreite (in Minuten) festlegen, wird die entsprechende Responsezeit automatisch eingestellt und die entsprechende Datenrate für die Signalerfassung wird ausgewählt wie in Tabelle 9 auf Seite 62 gezeigt.

Spezielle Einstellungen des Detektors

| Peakbreite (Min) | Ansprechzeit (Sek) | Datenrate (Hz) | |
|------------------|--------------------|----------------|--|
| <0.005 | 0.12 | 13.74 | |
| >0.005 | 0.12 | 13.74 | |
| >0.01 | 0.25 | 13.74 | |
| >0.025 | 0.5 | 13.74 | |
| >0.05 | 1.0 | 6.87 | |
| >0.10 | 2.0 | 3.43 | |
| >0.20 | 4.0 | 1.72 | |
| >0.40 | 8.0 | 0.86 | |

Tabelle 9 Peakbreite - Ansprechzeit - Datenrate (G1314B VWD)

Tabelle 10 Peakbreite - Ansprechzeit - Datenrate (G1314C VWD SL)

| Peakbreite (Min) | Ansprechzeit (Sek) | Datenrate (Hz) |
|------------------|--------------------|----------------|
| <0.00125 | <0.031 | 55 |
| >0.00125 | 0.031 | 27.5 |
| >0.0025 | 0.062 | 13.74 |
| >0.005 | 0.12 | 13.74 |
| >0.01 | 0.25 | 13.74 |
| >0.025 | 0.5 | 13.74 |
| >0.05 | 1.0 | 6.87 |
| >0.10 | 2.0 | 3.43 |
| >0.20 | 4.0 | 1.72 |
| >0.40 | 8.0 | 0.86 |

Optimierung des Detektors

Weitere theoretische Grundlagen finden Sie in Kapitel "Optimierung des Detektors" auf Seite 65.

Spezielle Einstellungen des Detektors



5 Optimierung des Detektors

Optimierung der Detektorsleistung 66 Anpassen der Durchflusszelle an die Säule 66 Einstellen der Detektorparameter 69

Dieses Kapitel enthält Hinweise zur Auswahl der Detektorparameter und der Durchflusszelle.



Optimierung der Detektorsleistung

Die Leistungsfähigkeit des Detektors kann durch die geeignete Wahl von Parametern optimiert werden.

Folgende Informationen bieten Ihnen Hinweise, wie Sie die beste Detektorleistung erzielen. Diese Regeln bilden einen guten Start für die Entwicklung neuer Applikationen. Sie stellen Faustregeln für die Optimierung der Detektorparameter dar.

Anpassen der Durchflusszelle an die Säule

In Abbildung 26 auf Seite 66 finden Sie Empfehlungen für geeignete Durchflusszellen zur eingesetzten Säule. Wenn sich mehrere Zellentypen eignen, erzielen Sie mit der größeren Zelle eine bessere Nachweisgrenze. Bei Verwendung kleinerer Durchflusszellen erzielen Sie eine höhere Peakauflösung.

| Säulenlänge | Typische Peak- breite | Empfohlene Durchflusszelle | | | |
|---------------|-----------------------------|----------------------------|-------------------------------|-----------------------------|--------------|
| <= 5 cm | 0,025 min | Mikro Durchflusszelle | | | |
| 10 cm | 0,05 min | | Semi-Mikro Durchflusszelle | | |
| 20 cm | 0,1 min | | | Standard Durchflusszelle | |
| >= 40 cm | 0,2 min | | | | |
| | Typische Durchfluss rate | - 0,05 - 0,2 ml/min | 0,2 - 0,4 ml/min | 0,4 - 0,8 ml/min | 1 - 2 ml/min |
| Innerer Säule | ndurchmesser | 1,0 mm | 2,1 mm | 3,0 mm | 4,6 mm |

Abbildung 26 Wahl einer Durchflusszelle

Schichtdicke der Durchflusszelle

Das Gesetz nach Lambert-Beer beschreibt einen linearen Zusammenhang zwischen der Schichtdicke und der Extinktion.

Absorbance =
$$-\log T = \log \frac{I_0}{I} = \varepsilon \cdot C \cdot d$$

wobei

- **T** die Transmission ist, die als Quotient aus Intensität des durchgelassenen Lichtes und des ursprünglichen Lichtes angegeben wird, I_0 ,
- **e** der für eine gegebene Substanz charakteristische Extinktionskoeffizient ist, der bei präzisen Bedingungen, wie Wellenlänge, Lösungsmittel und Temperatur, bestimmt wird,
- **C** die Konzentration der absorbierenden Spezies (Angabe normalerweise in g/l oder mg/l) und
- d die Schichtdicke der benutzten Messzelle ist.

Daher ermöglichen Durchflusszellen mit größerer Schichtdicke eine höhere Signalstärke. Obwohl mit der Schichtdicke auch das Rauschen zunimmt, verbessert sich das Signal-zu-Rausch Verhältnis. In Abbildung 27 auf Seite 68 nimmt das Rauschen um weniger als 10 % zu, das Signal hingegen um 70 %, indem die Schichtdicke von 6 mm auf 10 mm vergrößert wird.

Bei Erhöhung der Schichtdicke nimmt normalerweise auch das Zellenvolumen zu. In unserem Beispiel von 5 auf 13 μ l. Das führt zu einer Peakverbreiterung. Beispiel Abbildung 27 auf Seite 68 zeigt, dass dies die Auflösung im gezeigten Gradientenlauf nicht beeinträchtigt.

Als Faustregel soll das Volumen der Durchflusszelle etwa 1/3 des Peakvolumens in halber Peakhöhe betragen. Sie können Ihr Peakvolumen bestimmen, indem Sie die Peakbreite aus dem Integrationsprotokoll nehmen, das Ergebnis mit der Flussrate multiplizieren und dann durch Drei teilen.

5 Optimierung des Detektors

Optimierung der Detektorsleistung



Abbildung 27 Einfluss der optischen Schichdicke der Zelle auf die Signalhöhe

Normalerweise werden Analysen mit UV-Detektoren durchgeführt, indem die Messwerte mit internen oder externen Standards verglichen werden. Zur Überprüfung der photometrischen Richtigkeit des VWD der Agilent-Serie 1200 ist es erforderlich, genauere Informationen zu den Schichtdicken der VWD-Durchflusszellen zu kennen.

Die richtige Ansprechzeit ist:

erwartete Ansprechzeit * Korrekturfaktor

Im Folgenden finden Sie Details zu den Durchflusszellen der VWD der Agilent-Serie 1200:

| Durchflusszellentyp | Zell- volumen | Bestellnummer | Schichtdicke (nominal) | Schichtdicke (tatsächlich) | Korrekturfakt or |
|----------------------------|------------------|---------------|---------------------------|-------------------------------|---------------------|
| Standard-Durchflusszelle | 14 µl | G1314-60086 | 10 mm | 10,15 ± 0,19 mm | 10/10.15 |
| Semi-Mikro-Durchflusszelle | 5 µl | G1314-60083 | 6 mm | 6,10 ± 0,19 mm | 6/6.10 |
| Mikro-Durchflusszelle | 1 µl | G1314-60081 | 5 mm | 4,80 ± 0,19 mm | 5/4.8 |
| Hochdruck-Durchflusszelle | 14 µl | G1314-60082 | 10 mm | 10,00 ± 0,19 mm | 6/5.75 |

 Tabelle 11
 Korrekturfaktoren f
 ür VWD-Durchflusszellen der Agilent-Serie 1200

HINWEIS

Einen minimalen Einfluss hat auch Toleranz in der Dicke der Dichtscheiben und ihr Anzugsmoment, das allerdings mit maschineller Genauigkeit und geringen Abweichungen eingestellt wird.

Einstellen der Detektorparameter

1 Stellen Sie die Peakbreite so nah wie möglich auf die Breite eines schmalen, interessierenden Peaks, gemessen in dessen halber Höhe, ein.

| Peakbreite in halber Höhe | Anstiegszeit [10 90%] | Datenrate | Modul |
|---------------------------|-----------------------|-----------|-----------------|
| < 0,00125 Minuten | < 0,031 Sekunden | 54,96 Hz | G1314C |
| 0,00125 Minuten | 0,031 Sekunden | 27,48 Hz | G1314C |
| 0,0025 Minuten | 0,062 Sekunden | 13,74 Hz | G1314C |
| 0,005 Minuten | 0,125 Sekunden | 13,74 Hz | G1314B / G1314C |
| 0,01 Minuten | 0,25 Sekunden | 13,74 Hz | G1314B / G1314C |
| 0,025 Minuten | 0,50 Sekunden | 13,74 Hz | G1314B / G1314C |
| 0,05 Minuten | 1 Sekunde | 6,87 Hz | G1314B / G1314C |
| 0,1 Minuten | 2 Sekunden | 3,43 Hz | G1314B / G1314C |
| 0,2 Minuten | 4 Sekunden | 1,72 Hz | G1314B / G1314C |
| 0,4 Minuten | 8 Sekunden | 0,86 Hz | G1314B / G1314C |

Tabelle 12 Einstellungen für die Peakbreite

- 2 Wählen Sie die Messwellenlänge
 - bei einer höheren Wellenlänge als die Sperr-Wellenlänge der mobilen Phase,
 - eine Wellenlänge, bei der die Analysensubstanz ein starkes Absorptionsvermögen besitzt, wenn Sie die kleinste Nachweisgrenze erreichen möchten,

5 Optimierung des Detektors

Optimierung der Detektorsleistung

- eine Wellenlänge, bei der die Analysensubstanz ein geringes Absorptionsvermögen aufweist, wenn Sie hohe Konzentrationen analysieren möchten und
- vorzugsweise eine Wellenlänge in einem Bereich, in dem das Spektrum relativ flach ist, um eine bessere Linearität zu erzielen.
- **3** Eine weitere Optimierung ist über die zeitgesteuerte Änderung von Parameterwerten möglich.

HINWEIS

Der G1314C VWD SL kann mit einem G1323B Modul nur im Standardmodus als G1314B betrieben werden. Es ist nicht möglich, eine höhere Datenrate auszuwählen.



Benutzerhandbuch zum Variablen Wellenlängendetektor der Serie 1200

6 Fehlerbehebung und Diagnose

Überblick über die Anzeigen und Testfunktionen des Detektors 72 Statusanzeigen 73 Stromversorgungsanzeige 73 Detektor-Statusanzeige 74 Benutzeroberflächen 75 Agilent LC Diagnose-Software 76

Überblick über Funktionen zur Fehlerbehebung und zur Diagnose



Überblick über die Anzeigen und Testfunktionen des Detektors

Statusanzeigen

Der Detektor besitzt zwei Statusanzeigen, die den Betriebszustand (Vorbereitung, Analyse und Fehlerstatus) des Detektors wiedergeben. Die Statusanzeige bietet einen schnellen Überblick über den Betriebszustand des Detektors ("Statusanzeigen" auf Seite 73).

Fehlermeldungen

Im Falle einer elektronischen, mechanischen oder hydraulischen Fehlfunktion gibt der Detektor über die Benutzeroberfläche eine Fehlermeldung aus. Zu jeder Fehlermeldung finden Sie eine kurze Beschreibung des Fehlers, eine Aufzählung möglicher Ursachen und eine Liste empfohlener Maßnahmen zur Fehlerbehebung (siehe Kapitel "Fehlersuche und Diagnose" im Servicehandbuch).

Testfunktionen

Zur Fehlerbehebung und Betriebsprüfung nach dem Austausch interner Komponenten stehen umfangreiche Testfunktionen zur Verfügung (siehe "Testfunktionen" im Servicehandbuch).

Überprüfung/Rekalibrierung der Wellenlänge

Die Rekalibrierung der Wellenlänge wird nach einer Reparatur interner Komponenten und in festen Zeitabständen empfohlen, um den fehlerfreien Betrieb des Detektors sicherzustellen. Der Detektor verwendet die Alpha- und Betaemissionslinien von Deuterium für die Wellenlängenkalibrierung ("Überprüfung/Kalibrierung der Wellenlänge" auf Seite 106).

Diagnosesignale

Der Detektor hat mehrere Signale (interne Temperaturen, Ströme und Spannungen von Lampen) zur Diagnose von Basislinienproblemen (siehe "Diagnosesignale" im Servicehandbuch).
Statusanzeigen

An der Vorderseite des Detektors befinden sich zwei Statusanzeigen. Die linke untere gibt Auskunft über die Stromversorgung, die obere rechte über den Detektorstatus.



Netzschalter mit grüner Leuchte

Abbildung 28 Plazierung der Statusanzeigen

Stromversorgungsanzeige

Die Stromversorgungsanzeige ist in den Hauptnetzschalter integriert. Wenn der Schalter *grün* leuchtet, wird das Gerät mit Strom versorgt.

Detektor-Statusanzeige

Die Detektor-Statusanzeige zeigt einen der folgenden möglichen Betriebszustände des Detektors an:

- Wenn die Statusanzeige *AUS* ist und der Netzschalter leuchtet, befindet sich der Detektor in der *Vorlaufphase* und ist bereit, eine Analyse zu beginnen.
- Eine *grüne* Statusanzeige bedeutet, dass der Detektor einen Analysenlauf durchführt (*Analysenmodus*).
- Eine *gelbe* Statusanzeige bedeutet, dass das Gerätemodul *nicht betriebsbereit* ist. Der Detektor befindet sich in diesem Zustand, wenn er darauf wartet, dass eine bestimmte Betriebsbedingung erreicht bzw. beendet wird (beispielsweise direkt nach der Änderung eines Parametersollwerts) oder während der Ausführung eines Selbsttests.
- Ein *Fehlerzustand* wird durch eine *rote* Statusanzeige dargestellt. Eine Fehlerbedingung zeigt ein internes Problem des Detektors mit Auswirkungen auf einen korrekten Betrieb an. Normalerweise erfordert dieser Zustand ein Eingreifen seitens des Anwenders (z. B. bei Leckagen oder defekten internen Komponenten). Bei Auftreten einer Fehlerbedingung wird der Analysenlauf immer unterbrochen.
- Eine *rot blinkende* Anzeige signalisiert, dass sich das Modul im residenten Modus befindet (z. B. während eines Updates der Hauptfirmware).

Benutzeroberflächen

Die Verfügbarkeit von Tests ist abhängig von der Benutzeroberfläche. Alle Testbeschreibungen basieren auf der Agilent ChemStation als Benutzeroberfläche. Einige Beschreibungen sind nur im Servicehandbuch verfügbar.

| Gerätetest | ChemStation | Instant Pilot G4208A | Steuermodul G1323B | |
|--------------------------|-------------|----------------------|--------------------|--|
| Selbsttest | Ja | Nein | Nein | |
| Filter- | Ja | Nein | Nein | |
| Spalt | Ja Nein | | Ja | |
| D/A-Konverter | Ja | Nein | Nein | |
| Testchromatogramm | Ja (C) | Nein | Ja | |
| Wellenlängenkalibrierung | Ja | Ja (M) | Ja | |
| Lampenintensität | Ja | Ja (D) | Ja | |
| Holmium | Ja | Ja (D) | Ja | |
| Zellen | Ja | Ja (D) | Nein | |
| Dunkelstrom | Ja | Ja (D) | Nein | |

 Tabelle 13
 Die in der entsprechenden Benutzeroberfläche verfügbaren Testfunktionen

- C per Befehl
- M Abschnitt "Maintenance" (Wartung)
- D Abschnitt "Diagnose"

HINWEIS

Das Agilent Steuermodul (G1323B) führt keine Berechnungen durch, d. h. es werden keine Berichte mit Angaben zum Bestehen oder Fehlschlagen erzeugt.

6 Fehlerbehebung und Diagnose Agilent LC Diagnose-Software

Agilent LC Diagnose-Software

Die Agilent LC Diagnose-Software ist ein anwendungsunabhängiges Werkzeug, das Funktionen zur Fehlerbehebung für Module der Agilent-Serie 1200 zur Verfügung stellt. Mit Hilfe dieser Software kann für alle LC-Module der Serie 1200 eine erste geleitete Diagnose für typische HPLC-Symptome durchgeführt werden. Zur Bewertung des Gerätestatus wird ein Statusbericht im PDF-Format oder als druckbare Datei gespeichert.

Bei der Einführung werden die folgenden Module vollständig (einschließlich Test und Kalibrierung der Module sowie Einzelschritte der Injektion und Wartungsfunktionen) von der Software unterstützt.

- Binäre Pumpe SL der Agilent-Serie 1200 (G1312B)
- High-Performance-Probengeber SL der Agilent-Serie 1200 (G1367B)
- Thermostatisierter Säulenofen der Agilent-Serie 1200 (G1316B)
- Diodenarraydetektor SL der Agilent-Serie 1200 (G1315C)

In zukünftigen Versionen der Diagnose-Software werden alle Agilent HPLC-Module der Serie 1200 vollständig unterstützt.

Diese Diagnose-Software bietet Test- und Diagnosefunktionen, die sich von den in diesem Handbuch beschriebenen Funktionen unterscheiden können. Nähere Informationen finden Sie in der Hilfe der Diagnose-Software.



Wartung und Reparatur

Wartung und Reparatur - Einführung 78
Einfache Reparaturen - Wartung 78
Austausch interner Teile - Reparatur 78
Warnungen 79
Reinigen des Detektors 80
Verwendung des antistatischen Armbands 81

Dieses Kapitel enthält allgemeine Informationen zur Wartung und Reperatur des Detektors.



Wartung und Reparatur - Einführung

Einfache Reparaturen - Wartung

Der Detektor ist besonders servicefreundlich. Die häufigsten Arbeiten wie der Austausch einer Lampe oder der Durchflusszelle können von der Vorderseite des Detektors aus vorgenommen werden, ohne den Detektor aus dem Geräteturm herausziehen zu müssen. Diese Reparaturen werden unter "Wartung" auf Seite 83 (*Teil des Benutzerhandbuchs und des Servicehandbuchs*) beschrieben.

Austausch interner Teile - Reparatur

Einige Reparaturen können den Austausch defekter interner Teile erfordern. Dazu muss der Detektor aus dem Geräteturm herausgezogen, das Gehäuse geöffnet und der Detektor auseinandergebaut werden. Der Sicherheitsriegel an der Netzbuchse verhindert, dass das Detektorgehäuse geöffnet werden kann, solange der Detektor noch an die Stromversorgung angeschlossen ist. Diese Reparaturen werden unter "Reparaturen" im Servicehandbuch beschrieben.

Warnungen

WARNUNG Personenschäden

Die Durchführung von Reparaturen am Detektor kann zu Personenschäden wie z. B. Stromschlag führen, wenn das Detektorgehäuse geöffnet wird, während das Gerät an die Stromversorgung angeschlossen ist.

- Trennen Sie das Netzkabel vom Gerät, bevor Sie das Detektorgehäuse öffnen.
- Schließen Sie niemals bei geöffnetem Gehäuse das Netzkabel an den Detektor an.

WARNUNG

Scharfe Metallteile

Scharfe Metallteile des Geräts können Verletzungen verursachen.

Seien Sie beim Kontakt mit scharfen Metallteilen vorsichtig, um Verletzungen zu vermeiden.

WARNUNG

Toxische und gefährliche Lösungsmittel

Der Umgang mit Lösungsmitteln und Reagenzien kann Gesundheitrisiken bergen.

 Beachten Sie bei der Handhabung von Lösungsmitteln die geltenden Sicherheitsvorschriften (z. B. Tragen von Sicherheitsbrille, Handschuhen und Schutzkittel), die in den Sicherheitsdatenblättern des Herstellers beschrieben sind, speziell beim Einsatz von giftigen oder gesundheitsgefährdenden Lösungsmitteln.

WARNUNG

Augenschäden durch Detektorlicht



Augenschädigungen können eintreten, falls das von der in diesem Gerät eingebauten Deuteriumlampe erzeugte Licht direkt in das Auge fällt.

Schalten Sie die Deuteriumlampe vor dem Ausbau immer aus.

7 Wartung und Reparatur Reinigen des Detektors

Reinigen des Detektors

Halten Sie das Gehäuse des Detektors sauber. Führen Sie die Reinigung mit einem weichen, mit Wasser oder einer milden Seifenlösung angefeuchteten Tuch durch. Benutzen Sie kein zu feuchtes Tuch, damit keine Flüssigkeit in das Detektorgehäuse gelangt.

WARNUNG

Flüssigkeit im Detektor

Flüssigkeit im Detektor kann zu einem Stromschlag führen und den Detektor beschädigen.

• Achten Sie darauf, dass keine Flüssigkeiten in den Säulenofen gelangen.

Verwendung des antistatischen Armbands

Elektronische Platinen sind gegen elektrostatische Aufladungen sehr empfindlich. Verwenden Sie stets das antistatische Armband, um Beschädigungen zu vermeiden, wenn Sie mit elektronischen Platinen oder Komponenten arbeiten.

- 1 Rollen Sie die ersten beiden Wicklungen des Bands ab und wickeln Sie die selbstklebende Seite fest um Ihr Handgelenk.
- **2** Wickeln Sie das Band vollständig ab und ziehen Sie das Deckpapier von der Kupferfolie am anderen Ende ab.
- **3** Verbinden Sie die Kupferfolie mit einer geeigneten und gut zugänglichen geerdeten Stelle.



Abbildung 29 Verwendung des antistatischen Armbands

7 Wartung und Reparatur

Verwendung des antistatischen Armbands



Überblick über die Wartung 84 Austausch einer Lampe 85 Austausch einer Durchflusszelle 88 Reparatur der Durchflusszellen 91 Verwenden des Küvettenhalters 94 Beseitigen von Leckagen 97 Austausch der Teile des Leckagesystems 98 Austausch der Schnittstellenplatine 100 Aktualisierung der Detektor-Firmware 102 Tests und Kalibrierungen 103 Intensitätstest 104 Überprüfung/Kalibrierung der Wellenlänge 106 Holmiumoxidtest 107

In diesem Kapitel wird die Wartung des Detektors beschrieben.



Überblick über die Wartung

Überblick über die Wartung

Auf den Folgenden Seiten werden Wartungen (einfache Reparaturen) beschrieben, die am Detektor vorgenommen werden können, ohne das Gehäuse öffnen zu müssen.

| Aktion | Häufigkeit der Ausführung | Hinweise | | |
|--|--|--|--|--|
| Austausch der Deuteriumlampe | Wenn Rausch- oder Drifterscheinungen die für die Analyse zulässigen Grenzwerte übersteigen oder wenn die Lampe nicht gezündet werden kann. | Führen Sie nach dem Austausch einen VWD-Test durch. | | |
| Austausch der Durchflusszelle | Wenn für die Analyse ein anderer Durchflusszellentyp benötigt wird. | Führen Sie nach dem Austausch einen VWD-Test durch. | | |
| Reinigen oder Austausch von Durchflusszellenteilen | Bei Leckagen oder wenn die Intensität aufgrund verschmutzter Durchflusszellenfenster abfällt. | Prüfen Sie nach der Reparatur auf Druckdichtigkeit. | | |
| Trocknen des Leckagesensors | Bei Auftreten einer Leckage. | Prüfen Sie auf Leckagen. | | |
| Austausch des Leckagesystems | Wenn Teile gebrochen oder korrodiert sind. | Prüfen Sie auf Leckagen. | | |

Tabelle 14 Einfache Reparaturen

Austausch einer Lampe

Wann

Wenn Rauschen oder Drifterscheinungen die für die Analysenanwendung zulässigen Grenzen übersteigen oder wenn die Lampe nicht gezündet werden kann.

Benötigte Tools

Schraubendreher POZI 1 PT3

Benötigte Teile

Deuteriumlampe G1314-60100

Benötigte Vorbereitungen

Schalten Sie die Lampe aus.

HINWEIS

Wenn Sie anstelle der VWD-Lampe eine Agilent DAD-Lampe benutzen möchten, müssen Sie die Lampeneinstellungen in der *VWD-Konfiguration* auf den Lampentyp *2140-0590* einstellen. Damit wird sichergestellt, dass die Filamentheizung der DAD-Lampe wie im DAD erfolgt. Die Spezifikationen des Messgeräte beruhen auf der VWD-Lampe.

WARNUNG

Verletzung bei Berührung einer heißen Lampe

Wenn der Detektor in Gebrauch war, ist die Lampe möglicherweise heiß.

· Warten Sie in diesem Fall fünf Minuten, bis die Lampe abgekühlt ist.

Austausch einer Lampe





Austausch einer Durchflusszelle

Austausch einer Durchflusszelle

Wann

Wenn für die Analysenanwendung ein anderer Durchflusszellentyp benötigt wird oder wenn die Durchflusszelle repariert werden muss.

Benötigte Tools

Zwei 1/4"-Gabelschlüssel für die Kapillaranschlüsse

Benötigte Teile

- G1314-60086 10 mm, 14 µl, 40 bar,
- Mikro-Durchflusszelle, 5 mm, 1 μ l, 40 bar, G1314-60081
- Semi-Mikro-Durchflusszelle, 6 mm, 5 µl, 40 bar, G1314-60083
- + Hochdruck-Durchflusszelle, 10 mm, 14 $\mu l,$ 400 bar, G1314-60082

Benötigte Vorbereitungen

Schalten Sie die Lampe aus.





Austausch einer Durchflusszelle

Nächste Schritte:

- **6** Prüfen Sie auf Leckagen. Pumpen Sie Flüssigkeit durch den Detektor und beobachten Sie die Durchflusszelle (außerhalb des Durchflusszellenraums) und alle Kapillaranschlüsse.
- 7 Setzen Sie die gewünschte Durchflusszelle ein.
- 8 Führen Sie eine "Überprüfung/Kalibrierung der Wellenlänge" auf Seite 106 durch, um die korrekte Positionierung der Durchflusszelle zu überprüfen.
- **9** Setzen Sie die Frontplatte wieder ein.

Wartung Reparatur der Durchflusszellen

8

Reparatur der Durchflusszellen



Abbildung 30 Standard-Durchflusszelle

Wann

Wenn die Durchflusszelle wegen einer Leckage oder aufgrund von Verschmutzungen repariert werden muss.

Benötigte Tools

Gabelschlüssel 1/4" für Kapillaranschlüsse

Inbusschlüssel, 4 mm

Zahnstocher

Benötigte Teile

Siehe "Standard-Durchflusszelle" auf Seite 113. Siehe "Mikro-Durchflusszelle" auf Seite 114. Siehe "Semi-Mikro-Durchflusszelle" auf Seite 116. Siehe "Hochdruck-Durchflusszelle" auf Seite 118.

Reparatur der Durchflusszellen

Benötigte Vorbereitungen

- Schalten Sie den Lösungsmittelfluss ab.
- Nehmen Sie die Frontplatte ab.
- Bauen Sie die Durchflusszelle aus, siehe "Austausch einer Durchflusszelle" auf Seite 88.

HINWEIS Die abgebildeten Zellenteile sind je nach Durchflusszellentyp verschieden. Detaillierte Schemata der Teile finden Sie auf den oben angegebenen Seiten.

- 1 Drehen Sie die Zellenschraube mit einem 4-mm-Inbusschlüssel heraus.
- 2 Entfernen Sie die Ringscheiben aus Edelstahl mit Hilfe einer Pinzette.

VORSICHT

Zerkratzte Fenster durch Verwendung von Pinzetten

Wenn die Fenster mit Hilfe einer Pinzette abgenommen werden, kann dadurch die Oberfläche der Fenster zerkratzt werden.

- Verwenden Sie daher zum Abnehmen der Fenster keine Pinzette.
- 3 Entfernen Sie den PEEK-Ring, das Fenster und die Dichtung.
- **4** Wiederholen Sie die Schritte 1 bis 3 für das andere Fenster (bewahren Sie die Teile getrennt auf, damit sie nicht vertauscht werden können).
- **5** Gießen Sie Isopropanol in die Zellenöffnung und wischen Sie diese mit einem fusselfreien Tuch sauber.
- **6** Reinigen Sie die Fenster mit Ethanol oder Methanol. Trocknen Sie die Fenster mit einem fusselfreien Tuch.

HINWEIS Benutzen Sie immer neue Dichtungen.

7 Halten Sie den Flusszellenblock horizontal und setzen Sie die Dichtung ein. Vergewissern Sie sich, dass beide Zellenöffnungen sichtbar sind.

HINWEIS Die Dichtungen Semi-Mikro 1 und 2 (Teile 6 und 7, Abbildung 38 auf Seite 117) sehen sehr ähnlich aus. Verwechseln Sie diese nicht miteinander.

- 8 Legen Sie das Fenster auf die Dichtung.
- 9 Legen Sie den PEEK-Ring auf das Fenster.
- **10** Setzen Sie die Kegelfedern ein. Achten Sie darauf, dass die Kegelfedern zum Fenster weisen. Ansonsten kann beim Anziehen der Zellenschraube das Quarzfenster zerbrechen.
- **11** Drehen Sie die Zellenschraube in die Durchflusszelle und ziehen Sie die Schraube an.
- 12 Wiederholen Sie den Vorgang für die andere Seite der Zelle.
- 13 Schließen Sie die Kapillaren an, siehe "Austausch einer Durchflusszelle" auf Seite 88.
- **14** Führen Sie einen Leckagetest durch. Falls dieser OK ist, können Sie die Durchflusszelle einsetzen.
- **15** Führen Sie eine "Überprüfung/Kalibrierung der Wellenlänge" auf Seite 106 durch, um die korrekte Positionierung der Durchflusszelle zu überprüfen.
- 16 Setzen Sie die Frontplatte wieder ein.

Verwenden des Küvettenhalters

Der Küvettenhalter kann anstelle einer Durchflusszelle im variablen Wellenlängendetektor eingebaut werden. Standardküvetten, die z. B. eine Holmiumoxidprobe (National Institute of Standards & Technology, NIST) enthalten, können darin befestigt werden.

Dies kann für Wellenlängenüberprüfungen benutzt werden.



Wann

Wenn Ihr eigener Standard für die Überprüfung des Geräts verwendet werden soll.

Benötigte Tools

Keine

Benötigte Teile

- Küvettenhalter G1314-60200
- Küvette mit "Standard", z. B. NIST-zertifizierte Holmiumoxidprobe.

Benötigte Vorbereitungen

Entfernen Sie die normale Durchflusszelle.

Stellen Sie eine Küvette mit Standard bereit.



Verwenden des Küvettenhalters

Nächste Schritte:

- **5** Stellen Sie den Betriebsstundenzähler für die Lampe zurück, wie in der Dokumentation zur Benutzeroberfläche beschrieben.
- **6** Schalten Sie die Lampe ein.
- 7 Lassen Sie die Lampe mindestens 10 Minuten aufwärmen.
- 8 Führen Sie eine "Überprüfung/Kalibrierung der Wellenlänge" auf Seite 106 durch, um die korrekte Positionierung der Lampe zu überprüfen.
- 9 Installieren Sie den Küvettenhalter im Gerät.

Beseitigen von Leckagen

Wann

Bei einer Leckage im Bereich der Durchflusszelle oder an einer Kapillarverschraubung.

Benötigte Tools

Zellstofftuch

Zwei 1/4"-Gabelschlüssel für die Kapillaranschlüsse

Benötigte Teile

Keine

- 1 Nehmen Sie die Frontplatte ab.
- 2 Trocknen Sie den Leckagesensorbereich mit einem Zellstofftuch.
- **3** Achten Sie bei den Kapillaranschlüssen und im Bereich der Durchflusszelle auf Leckagen und beheben Sie diese gegebenenfalls.
- 4 Setzen Sie die Frontplatte wieder ein.



Abbildung 31 Trocknen des Leckagesensors

Austausch der Teile des Leckagesystems

Austausch der Teile des Leckagesystems

Wann

Wenn die Teile korrodiert oder gebrochen sind.

Benötigte Tools

Keine

Benötigte Teile

Leckagetrichter 5061-3356

Leckagetrichterhalterung 5041-8389

Leckageleitung (120 mm) 0890-1711

- 1 Nehmen Sie die Frontplatte ab, um an das Leckagesystem zu gelangen.
- 2 Ziehen Sie den Leckagetrichter aus seiner Halterung.
- **3** Nehmen Sie den Leckagetrichter mit der Leitung ab.
- 4 Ersetzen Sie den Leckagetrichter und/oder die Leitung.
- 5 Setzen Sie den Leckagetrichter mit der Leitung in seine Position.
- 6 Befestigen Sie den Leckagetrichter an seiner Halterung.
- 7 Setzen Sie die Frontplatte wieder ein.





Austausch der Schnittstellenplatine

Austausch der Schnittstellenplatine

Wann

Bei einem Defekt, zur Installation der Karte oder bei allen Reparaturen im Inneren des Detektors.

Benötigte Tools

Keine

Benötigte Teile

Schnittstellenplatine (BCD) G1351-68701 mit externen Kontakten und BCD-Ausgang.

LAN-Kommunikationsschnittstellenkarte G1369A oder G1369-60001.



Nächste Schritte:

- **3** Setzen Sie ggf. die Schnittstellenkarte ein und ziehen Sie die Schrauben an.
- **4** Entfernen Sie das antistatische Armband.
- **5** Setzen Sie das Modul wieder in den Geräteturm ein.

Aktualisierung der Detektor-Firmware

Aktualisierung der Detektor-Firmware

Die Installation von älterer Firmware kann notwendig sein:

- um auf allen Systemen dieselbe (validierte) Version zu nutzen oder
- falls die Steuerungssoftware anderer Hersteller nur mit bestimmten Versionen kompatibel ist.

Um die Firmware des Detektors zu ändern, müssen folgende Schritte ausgeführt werden:

Wann

Wenn eine neue Version Probleme der aktuell installierten Version behebt oder wenn nach einem Austausch der Hauptplatine (VWM) die Version darauf älter ist als die zuvor installierte Version.

Benötigte Tools

LAN/RS-232 Update-Tool für die Firmware, Instant Pilot G4208A oder Steuermodul G1323B

Benötigte Teile

Firmware, Werkzeuge und Dokumentationen auf der Agilent-Website

Benötigte Vorbereitungen

Weitere Informationen finden Sie in der im Lieferumfang des Update-Tools für die Firmware enthaltenen Dokumentation.

1 Laden Sie die Firmware für das Modul, das LAN/RS-232 FW Update-Tool ab Version 2.00 und die Dokumentation von der Agilent-Website herunter:

http://www.chem.agilent.com/scripts/cag_firmware.asp.

2 Laden Sie die Firmware in den Detektor, wie in der Dokumentation beschrieben.

HINWEIS

Der G1314C VWD SL benötigt Firmware ab Version A.06.02 (Hauptsystem und residentes System).

Tests und Kalibrierungen

Nach einer Wartung der Lampen und Durchflusszellen müssen folgende Tests durchgeführt werden:

- "Intensitätstest" auf Seite 104.
- "Überprüfung/Kalibrierung der Wellenlänge" auf Seite 106.
- "Holmiumoxidtest" auf Seite 107.

Intensitätstest

Beim Intensitätstest wird die Intensität der Deuteriumlampe über den gesamten VWD-Wellenlängenbereich (190–600 nm) gemessen. Der Test dient dazu, die Leistung der Lampe zu bestimmen und auf verschmutzte oder kontaminierte Durchflusszellenfenster zu prüfen. Beim Start des Tests wird die Verstärkung auf Null gesetzt. Um Einflüsse durch absorbierende Lösungsmittel auszuschalten, sollte die Durchflusszelle während des Tests mit Wasser gefüllt sein. Das Aussehen des Intensitätsspektrums hängt hauptsächlich von den Charakteristika der Lampe, des Gitters und der Dioden ab. Deswegen werden die Intensitätsspektren verschiedener Geräte auch leicht differieren. In Abbildung 33 auf Seite 105 ist ein typisches Spektrum eines Intensitätstests abgebildet.

Auswertung des Intensitätstests (nur Agilent ChemStation)

Die Agilent ChemStation wertet automatisch drei Werte aus und zeigt für jeden Wert die Grenzwerte sowie den Mittelwert, das Minimum und das Maximum aller Datenpunkte an. Außerdem wird für jeden Wert angegeben, ob der Test erfolgreich war (*passed*) oder nicht (*failed*).

Negatives Testergebnis

Mögliche Ursachen

- Absorbierendes Lösungsmittel in der Durchflusszelle.
 - Verschmutzte oder kontaminierte Durchflusszelle.
 - Verschmutzte oder kontaminierte Komponenten des optischen Systems (Linse an der Lichtquelle, Spiegel, Gitter).
 - Alte Lampe oder Lampe eines Drittherstellers

Empfohlene Vorgehensweise

- ✓ Vergewissern Sie sich, dass die Durchflusszelle mit Wasser gefüllt ist.
- ✓ Wiederholen Sie den Test mit ausgebauter Durchflusszelle. Tauschen Sie die Durchflusszellenfenster aus, wenn der Test erfolgreich war.
- ✓ Reinigen/ersetzen Sie Komponenten des optischen Systems.
- ✓ Ersetzen Sie die Lampe.

```
Instrument: G1314B
Serial Number: JP33324886
Operator: Wolfgang
Date: 03.01.2006
Time: 15:07:09
File: C:\CHEM32\2\DIAGNOSE\VWD_INT.DGR
```

```
VWD Intensity Spectrum
```



| VWD Intensity Test Results | | |
|----------------------------|---------------|---------------------|
| - | Specificatio: | n Measured Result |
| | | |
| Accumulated lamp on time | | 94.35 h |
| Highest intensity | > 10000 ct | s 222615 cts Passed |
| Average intensity | > 5000 ct | s 29734 cts Passed |
| Lowest intensity | > 200 ct | s 1137 cts Passed |

Abbildung 33 Intensitätstest (Bericht)

Überprüfung/Kalibrierung der Wellenlänge

Die Wellenlängenkalibrierung des Detektors erfolgt mit der Position nullter Ordnung und der Emissionslinie bei 656 nm der Deuteriumlampe. Der Kalibriervorgang besteht aus zwei Schritten. Zuerst wird das Gitter in der Position nullter Ordnung kalibriert. Die genaue Position des Schrittmotors, in der das Maximum nullter Ordnung auftritt, wird geräteintern gespeichert. Anschließend wird das Gitter mit Hilfe der Emissionslinie des Deuteriums bei 656 nm kalibriert und die Motorposition, bei der das Intensitätsmaximum auftritt, wird ebenfalls im Detektor gespeichert.

Zusätzlich zur Kalibrierung nullter Ordnung und bei 656 nm (alpha-Emissionslinie) werden die beta-Emissionslinie bei 486 nm und die drei Holmiumlinien für die Kalibrierung über den gesamten Wellenlängenbereich benutzt. Die Holmiumlinien liegen bei 360,8 nm, 418,5 nm und 536,4 nm.



Abbildung 34 Überprüfung/Kalibrierung der Wellenlänge

HINWEIS Die Überprüfung/Kalibrierung der Wellenlänge dauert ungefähr 2,5 Minuten. Sie kann in den ersten 10 Minuten nach dem Einschalten der Lampe nicht durchgeführt werden, da Wellenlängenverschiebungen beim Aufheizen die Messungen stören.

Beim Einschalten der Lampe wird die Position der 656-nm-Emissionslinie der Deuteriumlampe automatisch überprüft.

Holmiumoxidtest

Dieser Test überprüft die Wellenlängenkalibrierung des Detektors anhand von drei charakteristischen Extinktionsmaxima des eingebauten Holmiumoxidfilters. Der Test zeigt die Differenz zwischen den erwarteten und den gemessenen Werten für die Wellenlängen der Extinktionsmaxima an. In Abbildung 35 auf Seite 108 ist ein Spektrum eines Holmiumtests abgebildet.

Der Test verwendet die folgenden Extinktionsmaxima von Holmiumoxid:

- 360,8 nm
- 418,5 nm
- 536,4 nm

Siehe auch "Konformitätserklärung für Filter aus HOX2" auf Seite 131.

Wann ist der Test durchzuführen?

- Nach einer Rekalibrierung
- Als Teil der Betriebsprüfung und Leistungsüberprüfung
- Nach Wartung oder Reparatur der Durchflusszelle

Auswertung der Testergebnisse

Der Test ist erfolgreich, wenn alle drei Wellenlängen innerhalb eines Bereiches von ± 1 nm um den erwarteten Wert liegen. Dies zeigt an, dass der Detektor korrekt kalibriert ist.

HINWEIS

HINWEIS

Die Testergebnisse sind gegenwärtig ausschließlich in der Agilent ChemStation verfügbar.

ChemStation-Versionen unter B.01.xx zeigen einen Grenzwert von ± 2 nm an. Dieser Grenzwert sollte bei ± 1 nm liegen. Wenn der aus dem Test resultierende Wert größer als ± 1 nm ist, führen Sie eine Rekalibrierung durch.

Holmiumoxidtest

| Instrument: | G1314B |
|----------------|-----------------------------------|
| Serial Number: | JP33324886 |
| Operator: | Wolfgang |
| Date: | 03.01.2006 |
| Time: | 15:26:41 |
| File: | C:\CHEM32\2\DIAGNOSE\VWD_HOLM.DGR |

VWD Holmium Spectrum



VWD Holmium Test Results

| | | | | | | Specification | Measured | Result |
|-----------|------|------------|----|-------|----|---------------|----------|--------|
| | | | | | | | | |
| Deviation | from | wavelength | 1: | 360.8 | nm | -11 nm | 0.0 nm | Passed |
| Deviation | from | wavelength | 2: | 418.5 | nm | -11 nm | 0.1 nm | Passed |
| Deviation | from | wavelength | 3: | 536.4 | nm | -11 nm | 0.0 nm | Passed |

Abbildung 35 Holmiumtest (Bericht)

Negatives Testergebnis

Mögliche Ursachen

- Detektor ist nicht kalibriert.
- Verschmutzte oder defekte Durchflusszelle.
- Verschmutzter oder defekter Holmiumoxidfilter.
- Fehlerhafte Ausrichtung der optischen Komponenten.

Empfohlene Vorgehensweise ✓ Kalibrieren Sie den Detektor neu.
- ✓ Wiederholen Sie den Test mit ausgebauter Durchflusszelle. Wenn das Testergebnis jetzt OK ist, tauschen Sie die Komponenten der Durchflusszelle aus.
- ✓ Führen Sie den Holmiumoxidfiltertest durch. Tauschen Sie bei einem negativen Testergebnis die Filtereinheit aus.
- ✓ Richten Sie die optischen Komponenten neu aus.

8 Wartung

Holmiumoxidtest



9 Ersatzteile

| Überblick über die Ersatzteile 112 |
|------------------------------------|
| Standard-Durchflusszelle 113 |
| Mikro-Durchflusszelle 114 |
| Semi-Mikro-Durchflusszelle 116 |
| Hochdruck-Durchflusszelle 118 |
| Küvettenhalter 120 |
| Teile des Leckagesystems 121 |
| Zubehör-Kit 122 |

Dieses Kapitel enthält Informationen zu Ersatzteilen.



Überblick über die Ersatzteile

Überblick über die Ersatzteile

| Teil | Beschreibung | Bestellnummer |
|------|---|--|
| | CAN-Kabel, 0,5 m | 5181-1516 |
| | CAN-Kabel, 1 m | 5181-1519 |
| | Schnittstellenkarte BCD/Externe Anschlüsse | G1351-68701 |
| | LAN-Kommunikationsschnittstellenkarte | G1369A oder G1369-60001 |
| | Steuermodul G1323B (Hinweis: Der G1314C VWD SL kann mit einem G1323B Steuermodul nur im Standardmodus als G1314B betrieben werden (es ist nicht möglich, eine höhere Datenrate auszuwählen). Mit Instant Pilot G4208A ist ein Betrieb als G1314C VWD SL möglich. | G1323-67001 G4208-67001 |
| | Deuteriumlampe | G1314-60100 |
| | Standard-Durchflusszelle, 10 mm 14 µl, weitere Teile siehe "Standard-Durchflusszelle" auf Seite 113 | G1314-60086 |
| | Mikro-Durchflusszelle, 5 mm 1 μ l, weitere Teile siehe "Mikro-Durchflusszelle" auf Seite 114 | G1314-60081 |
| | Hochdruck-Durchflusszelle, 10 mm 14 µl, weitere Teile siehe "Hochdruck-Durchflusszelle" auf Seite 118 | G1314-60082 |
| | Semi-Mikro-Durchflusszelle, 6 mm 5 µl, weitere Teile siehe "Semi-Mikro-Durchflusszelle" auf Seite 116 | G1314-60083 |
| | Küvettenhalter | G1314-60200 |
| | Frontplatte | 5065-9982 |
| | Leckagesystemteile | siehe "Teile des Leckagesystems" auf Seite 121 |

Tabelle 15 Ersatzteile

9

Standard-Durchflusszelle

| Teil | Beschreibung | Bestellnummer |
|------|---|---------------|
| | Standard-Durchflusszelle, 10 mm, 14 µl, 40 bar | G1314-60086 |
| 1 | Zellenschrauben-Kit, 2 St./Packung | G1314-65062 |
| 2 | Kit mit Kegelfedern, 10 St./Packung | 79853-29100 |
| 3 | Ringscheiben-Kit Nr. 1, PEEK, 2 St./Packung | G1314-65065 |
| 4 | Dichtung Nr. 1 (kleine Öffnung), KAPTON, 10 St./Packung | G1314-65063 |
| 5 | Quarzfenster-Kit, 2 St./Packung | 79853-68742 |
| 6 | Dichtung Nr. 2 (große Öffnung), KAPTON, 10 St./Packung | G1314-65064 |
| 7 | Ringscheiben-Kit Nr. 2, PEEK, 2 St./Packung | G1314-65066 |

Tabelle 16 Standard-Durchflusszelleneinheit



Abbildung 36 Standard-Durchflusszelle

9 Ersatzteile

Mikro-Durchflusszelle

Mikro-Durchflusszelle

| Teil | Beschreibung | Bestellnummer |
|------|---|---------------|
| | Mikro-Durchflusszelle, 5 mm, 1 µl, 40 bar | G1314-60081 |
| | Kapillarsäule - Detektor, Edelstahl, 400 mm Länge, Ø innen 0,12 mm | 5021-1823 |
| 1 | Zellenschraube | 79853-27200 |
| | Mikro-Durchflusszellen-Kit, bestehend aus: zwei Fenster, zwei Dichtungen Nr. 1 und zwei Dichtungen Nr. 2 | G1314-65052 |
| 2 | Kit mit Kegelfedern, 10 St./Packung | 79853-29100 |
| 3 | Ringscheiben-Kit, Edelstahl, 2 St./Packung | 79853-22500 |
| 4 | Quarzfenster-Kit, 2 St./Packung | 79853-68742 |
| 5 | Dichtung Nr. 1, PTFE, 10 St./Packung | 79853-68743 |
| 6 | Dichtung Nr. 2, PTFE, 10 St./Packung | G1314-65053 |

Tabelle 17 Mikro-Durchflusszelle



Abbildung 37 Mikro-Durchflusszelle

Semi-Mikro-Durchflusszelle

Semi-Mikro-Durchflusszelle

| Teil | Beschreibung | Bestellnummer |
|------|--|---------------|
| | Semi-Mikro-Durchflusszelle, 6 mm, 5 µl, 40 bar | G1314-60083 |
| 1 | Zellenschraube | 79853-27200 |
| | Semi-Mikro-Zellenkit, bestehend aus: Zwei Fenstern, zwei Standard-Dichtungen Nr.1, eine Semi-Mikro-Dichtscheibe Nr. 1 und eine Semi-Mikro-Dichtscheibe Nr. 2. | G1314-65056 |
| 2 | Kegelfedern, (10 St./Packung) | 79853-29100 |
| 3 | Ringscheibe, (2 St./Packung) | 79853-22500 |
| 4 | Standard-Dichtung Nr. 1, PTFE, (10 St./Packung) | 79853-68743 |
| 5 | Quarzfenster, (2 St./Packung) | 79853-68742 |
| 6 | Semi-Mikro-Dichtung Nr. 1, PTFE, (10 St./Packung) | G1314-65057 |
| 7 | Semi-Mikro-Dichtung Nr. 2, PTFE, (10 St./Packung) | G1314-65058 |
| | Einlasskapillare, 400 mm Länge, Ø innen 0,12 mm | 5021-1823 |

Tabelle 18 Semi-Mikro-Durchflusszelle

HINWEIS

Die Dichtungen Semi-Mikro 1 und 2 (Teile 6 und 7) sehen sehr ähnlich aus. Verwechseln Sie diese nicht miteinander.

9



Abbildung 38 Semi-Mikro-Durchflusszelle

Hochdruck-Durchflusszelle

Hochdruck-Durchflusszelle

| Teil | Beschreibung | Bestellnummer |
|------|--|---------------|
| | Hochdruck-Durchflusszelle, 10 mm, 14 µl, 400 bar | G1314-60082 |
| | Kapillarsäule - Detektor SST 380 mm Länge, Ø innen 0,17 mm (eine Seite nicht angeschlossen) | G1315-87311 |
| 1 | Zellenschraube | 79853-27200 |
| | Hochdruck-Durchflusszellen-Kit, enthält: zwei Fenster, zwei Kapton-Dichtungen und zwei PEEK-Ringscheiben | G1314-65054 |
| 2 | Ringscheiben-Kit, PEEK, 2 St./Packung | 79853-68739 |
| 3 | Quarzfenster-Kit, 2 St./Packung | 79853-68734 |
| 4 | Dichtungs-Kit, KAPTON, 10 St./Packung | G1314-65055 |

Tabelle 19 Hochdruck-Durchflusszelle

Ersatzteile 9

1

Hochdruck-Durchflusszelle





Küvettenhalter

Tabelle 20 Küvettenhalter

| Teil | Beschreibung | Bestellnummer |
|------|----------------|---------------|
| | Küvettenhalter | G1314-60200 |

Informationen zur Verwendung des Küvettenhalters finden Sie in "Verwenden des Küvettenhalters" auf Seite 94.



Abbildung 40 Küvettenhalter

9

Teile des Leckagesystems

| Teil | Beschreibung | Bestellnummer |
|------|---|---------------|
| 3 | Leckagetrichter | 5041-8388 |
| 4 | Leckagetrichterhalterung | 5041-8389 |
| 5 | Schelle für Schlauchleitung | 5041-8387 |
| 6 | Gewellter Schlauch, 120 mm Länge, bei Nachbestellung 5 m | 5062-2463 |
| 7 | Gewellter Schlauch, 1200 mm Länge, bei Nachbestellung 5 m | 5062-2463 |

Tabelle 21 Teile des Leckagesystems



Abbildung 41 Teile des Leckagesystems

9 Ersatzteile Zubehör-Kit

Zubehör-Kit

Dieses Kit enthält einige Zubehörteile und Werkzeuge, die für die Installation und Reparatur des Detektors benötigt werden.

Tabelle 22 Zubehör-Kit

| Beschreibung | Bestellnummer |
|---|---------------|
| Zubehör-Kit | G1314-68705 |
| Gewellter Schlauch (zu Abfluss), bei Nachbestellung 5 m | 5062-2463 |
| Installations-Kit für Auslasskapillare aus PEEK, Ø innen 0,25 mm (PEEK) | 5062-8535 |
| Kapillarverschraubung, männlich, PEEK, 1 Stück | 0100-1516 |
| Inbusschlüssel 1,5 mm | 8710-2393 |
| Inbusschlüssel 4 mm | 8710-2392 |
| Gabelschlüssel offen, 1/4–5/16"l | 8710-0510 |
| Gabelschlüssel offen, 4 mm | 8710-1534 |



• • • 10 Anhang

| Allgemeine Sicherheitsinformation | 124 |
|--|----------|
| Lithiumbatterien 127 | |
| Funkstörungen 127 | |
| Schallemission 128 | |
| UV-Strahlung 128 | |
| Informationen zu Lösungsmitteln 1 | 29 |
| Konformitätserklärung für Filter aus H | IOX2 131 |
| Agilent Technologies im Internet | 32 |

Dieses Kapitel enthält Zusatzinformationen zur Sicherheit und zum Internet sowie rechtliche Hinweise.



Allgemeine Sicherheitsinformation

Allgemeine Sicherheitsinformation

Die folgenden allgemeinen Sicherheitshinweise müssen in allen Betriebsphasen sowie bei der Wartung und Reparatur des Geräts beachtet werden. Die Nichtbeachtung dieser Vorsichtsmaßnahmen bzw. der speziellen Warnungen innerhalb dieses Handbuchs verletzt die Sicherheitsstandards der Entwicklung, Herstellung und vorgesehenen Nutzung des Geräts. Agilent Technologies übernimmt keine Haftung, wenn der Kunde diese Vorschriften nicht beachtet.

Allgemeine Informationen

Dies ist ein Gerät der Sicherheitsklasse I (mit Erdungsanschluss).

Dieses Gerät wurde als allgemeines Laborinstrument nur für Forschungs- und Routineanwendungen konzipiert und zertifiziert. Es ist nicht für in-vitro oder medizinische Anwendungen zertifiziert.

Betrieb

Beachten Sie vor dem Anlegen der Netzspannung die Installationsanweisungen. Darüber hinaus sind folgende Punkte zu beachten.

Während des Betriebs darf das Gerätegehäuse nicht geöffnet werden. Vor dem Einschalten des Geräts müssen sämtliche Massekontakte, Verlängerungskabel, Spartransformatoren und angeschlossenen Geräte über eine geerdete Netzsteckdose angeschlossen werden. Bei einer Unterbrechung des Erdungsanschlusses besteht die Gefahr eines Stromschlags, der zu ernsthaften Personenschäden führen kann. Das Gerät muss außer Betrieb genommen und gegen jede Nutzung gesichert werden, sofern der Verdacht besteht, dass die Erdung beschädigt ist. Stellen Sie sicher, dass nur Sicherungen für entsprechenden Stromfluss und des angegebenen Typs (normal, träge usw.) als Ersatz verwendet werden. Die Verwendung reparierter Sicherungen und das Kurzschließen von Sicherungshaltern sind nicht zulässig.

Stellen Sie die ordnungsgemäße Verwendung der Geräte sicher.

Der vom Gerät bereitgestellte Schutz kann beeinträchtigt sein.

VORSICHT

 Der Bediener sollte dieses Gerät so verwenden, wie in diesem Handbuch beschrieben.

Einige in diesem Handbuch beschriebene Einstellarbeiten werden bei an das Stromnetz angeschlossenem Gerät und abgenommener Gehäuseabdeckung durchgeführt. Dabei liegen im Gerät an vielen Punkten sehr hohe Spannungen an, die im Falle eines Kontaktschlusses zu Personenschäden führen können.

Sämtliche Einstell-, Wartungs- und Reparaturarbeiten am geöffneten Gerät bei angeschlossener Stromversorgung sind nach Möglichkeit zu vermeiden. Solche Arbeiten dürfen nur von erfahrenen Personen durchgeführt werden, die über die Gefahren ausreichend informiert sind. Wartungs- und Einstellarbeiten an internen Gerätekomponenten dürfen nur im Beisein einer zweiten Person durchgeführt werden, die im Notfall erste Hilfe leisten kann. Tauschen Sie keine Komponenten aus, solange das Netzkabel angeschlossen ist.

Das Gerät darf nicht in Gegenwart von brennbaren Gasen oder Dämpfen betrieben werden. Ein Betrieb von elektrischen Geräten unter diesen Bedingungen stellt eine große Sicherheitsgefahr dar.

Bauen Sie keine Austauschteile ein und nehmen Sie keine nicht autorisierten Veränderungen am Gerät vor.

Kondensatoren innerhalb des Geräts können noch geladen sein, obwohl das Gerät von der Netzversorgung getrennt worden ist. In diesem Gerät treten gefährliche Spannungen auf, die zu ernsthaften Personenschäden führen können. Die Handhabung, Überprüfung und Einstellung des Geräts ist mit äußerster Vorsicht auszuführen.

Beachten Sie bitte beim Arbeiten mit Lösungsmitteln sämtliche Sicherheitsmaßnahmen (beispielsweise Tragen von Schutzbrille, Arbeitshandschuhen und Sicherheitskleidung), die vom Lieferanten des Lösungsmittels in den Sicherheitsdatenblättern aufgeführt sind, besonders bei Verwendung von toxischen oder gefährdenden Lösungsmitteln. Allgemeine Sicherheitsinformation

Sicherheitssymbole

Tabelle 23 auf Seite 126 gibt Ihnen einen Überblick über die auf den Geräten und in den Handbüchern verwendeten Sicherheitssymbole.

| Symbol | Beschreibung |
|----------|--|
| \wedge | Das Gerät ist mit diesem Symbol markiert, wenn der Anwender das Handbuch heranziehen sollte, um eine Beschädigung zu vermeiden. |
| 4 | Hochspannung |
| Ð | Erdungsanschluss |
| × | Augenschäden können eintreten, falls das von der Deuteriumlampe im Detektor erzeugte Licht direkt in das Auge fällt. |

Tabelle 23 Sicherheitssymbole

WARNUNG

Eine WARNUNG

weist Sie auf Situationen hin, die zu Personenschäden, u. U. mit Todesfolge führen können.

 Wenn eine Anweisung mit dem Hinweis WARNUNG gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

VORSICHT

ACHTUNG

weist Sie auf Situationen hin, die zu einem möglichen Datenverlust oder zu einer Beschädigung des Geräts führen können.

• Fahren Sie bei einem Achtungs-Hinweis erst dann fort, wenn Sie ihn vollständig verstanden und entsprechende Maßnahmen getroffen haben.

Lithiumbatterien

WARNUNG



Bei Verwendung falscher Batterien besteht Explosionsgefahr.

Lithiumbatterien dürfen nicht im Hausmüll entsorgt werden. Der Transport von entladenen Lithiumbatterien durch Transportunternehmen, die den Vorschriften der IATA/ICAO, ADR, RID oder IMDG unterliegen, ist nicht zulässig. Beachten Sie bei der Entsorgung von gebrauchten Batterien die gesetzlichen Regelungen.

• Nur durch die gleichen oder vom Gerätehersteller empfohlene gleichartige Batterien ersetzen.

Funkstörungen

Benutzen Sie immer nur Originalkabel von Agilent Technologies, um eine einwandfreie Funktion und die Einhaltung von Sicherheitsvorschriften zu gewährleisten.

Prüfung und Messung

Bei Verwendung von Prüf- und Messgeräten mit nicht-abgeschirmten Kabeln und/oder bei Messungen an geöffneten Geräten muss sichergestellt werden, dass unter den Betriebsbedingungen die zulässigen Grenzwerte für Funkstörungen weiterhin eingehalten werden.

Schallemission

Herstellerbescheinigung

Diese Erklärung wird in Übereinstimmung mit den deutschen Vorschriften zur Geräuschentwicklung vom 18. Januar 1991 abgegeben.

Dieses Gerät hat einen Schallpegel von weniger als 70 dB (Bedienerposition).

- Schallpegel Lp < 70 dB (A)
- Bedienerposition
- Normaler Betrieb
- Nach ISO 7779:1988/EN 27779/1991 (Typprüfung)

UV-Strahlung

Die Abstrahlung von ultravioletter Strahlung (200-315 nm) durch dieses Gerät ist begrenzt, so dass die Strahlenbelastung für die ungeschützte Haut oder die Augen des Bedienungs- oder Servicepersonals geringer als die folgenden zulässigen Grenzwerte ist:

 Tabelle 24
 Grenzwerte f
 ür UV-Strahlung

| Exposition/Tag | Sicherheitshinweise |
|----------------|------------------------|
| 8 Stunden | 0,1 μW/cm ² |
| 10 Minuten | 5,0 μW/cm ² |

Typischerweise sind die Strahlungswerte erheblich geringer als diese Grenzwerte:

Tabelle 25 Typische Werte für UV-Strahlung

| Position | Sicherheitshinweise |
|----------|--|
| Hinweise | durchschnittlich 0,016 μ W/cm ² |
| Hinweise | maximal 0,14 μW/cm² |

Informationen zu Lösungsmitteln

Beachten Sie die folgenden Empfehlungen bei der Wahl der Lösungsmittel.

Durchflusszelle

Vermeiden Sie den Gebrauch von alkalischen Lösungen (pH > 9,5), die Quartz und damit die optischen Eigenschaften der Durchflusszelle verändern können.

Vermeiden Sie ein Auskristallisieren von Pufferlösungen. Dies kann zu einem Verschluss oder zu einer Beschädigung der Durchflusszelle führen.

Wenn die Durchflusszelle bei Temperaturen unter 5 °C transportiert wird, muss sichergestellt sein, dass die Zelle mit Alkohol gefüllt ist.

Wässrige Lösungen in der Durchflusszelle können zu Algenwachstum führen. Lassen Sie deshalb keine wässrigen Lösungsmittel in der Durchflusszelle stehen. Fügen Sie einen geringen Prozentsatz organischer Lösungsmittel zu (z. B. Acetonitril oder Methanol $\sim 5\%$).

Lösungsmittel

Braune Gläser können das Algenwachstum verhindern.

Filtrieren Sie alle Lösungsmittel, da kleine Partikel die Kapillarleitungen und Ventile dauerhaft verstopfen können. Vermeiden Sie die Verwendung der folgenden edelstahlkorrodierenden Lösungsmittel:

• Lösungen von Alkalihalogeniden und ihren entsprechenden Säuren (zum Beispiel Lithiumjodid, Kaliumchlorid usw.).

10 Anhang

Informationen zu Lösungsmitteln

- Hohe Konzentrationen von anorganischen Säuren wie Schwefelsäure und Salpetersäure sollten (falls es Ihre chromatographische Methode zulässt) speziell bei höheren Temperaturen vermieden werden. Stattdessen sollten Phosphorsäure- oder Phosphatpufferlösungen eingesetzt werden, die weniger korrosiv auf Edelstahl wirken).
- Halogenierte Lösungsmittel oder Gemische, die Radikale und/oder Säuren bilden, wie beispielsweise:

2CHCl₃ + O₂ \not \not 2COCl₂ + 2HCl

Diese Reaktion, die wahrscheinlich durch Edelstahl katalysiert wird, läuft in getrocknetem Chloroform schnell ab, wenn der Trocknungsprozess den als Stabilisator fungierenden Alkohol entfernt.

- Chromatographiereine Ether, die Peroxide enthalten können (zum Beispiel THF, Dioxan, Diisopropylether). Filtrieren Sie solche Ether über trockenem Aluminiumoxid, an dem die Peroxide adsorbiert werden.
- Lösungen von organischen Säuren (Essigsäure, Ameisensäure usw.) in organischen Lösungsmitteln. Beispielsweise wird Stahl von einer einprozentigen Essigsäurelösung in Methanol angegriffen.
- Lösungen, die stark komplexierende Substanzen enthalten (zum Beispiel EDTA, Ethylendiamintetraessigsäure);
- Mischungen von Tetrachlorkohlenstoff mit Isopropanol oder THF.

Anhang 10

Konformitätserklärung für Filter aus HOX2

Konformitätserklärung für Filter aus HOX2

| We herewith info | ann you that the | | | |
|--|---|---|---|---|
| Holmium Oxide Glass Filter (Type Hoya HY-1) (Part No. 79880-22711) neets the following specification of absorbance maxima positions: | | | | |
| Product | Secies | Measured | Wavelength | Optical |
| Number | | Wavelength * | Αισπαιον | Bandwidth |
| 79883A | 1090 | 361.0 mm | +/- 1 mm | 2 mm |
| 70854.0 | 1050 | 418.9 mm | | |
| G1206.0 | 1050 | 453 7 mm | | |
| G12150 | 1000 | - 536 7 mm | | |
| GISIDA | 1100 | | | |
| G1315B/C | 1100 / 1200 | 4 | | |
| G1600 | | | | |
| 79853C | 1050 | 360.8mm 418.5mm 536.4mm | +/- 2 mm | 6 mm |
| G1314A/B/C | 1100 / 1200 | 360.8nm 418.5nm 536.4nm | +/- 1 nm | 6 mm |
| | | • | | |
| ") The variation Agilent Technolo tandards & Tech The wavelength naterial and mee rithin the specifi | in Measured Wave ogies guarantees th twology (NIST) H calibration filter bu is these specific ati- ied wavelength acco | e trace ability of the spec ohmium Oxide Solution ili into the Agilent Tech ons. It is, therefore, suit uracy of the respective of January 13, 20 | ifferent Optical Bandw iffied absorb ance maxin Standard with a lot-to- mologies UV-VIS dete able for wavelength cal lete clor over its wavele 106 | idth. na to a National Instituts lottolerance of ± 0.3 nm itors is made of this ibration of these detector ngth range. |
|) The variation (gilent Technolo tandards & Tech The wavelength of naterial and meet orithin the specific Those | in Measured Wave ogies guarantees th hanology (NIST) Hi calibration filter bu ts these specificati ied wavelength acco | length depends on the d e traceability of the spec ohnium Oxide Solution iit into the Agilent Tech ons. It is ,therefore, suit uracy of the respective of January 13, 20 (Date) | ifferent Optical Bandw. iffed absorb ance maxin Randard with a lot-to- nologies UV-VIS dete able for wavelength cal lete ctor over its wavele 106 | idth. na to a National Institute lot tolerance of ± 0.3 nm tors is made of this ibration of these detector ngth range. |

10 Anhang

Agilent Technologies im Internet

Agilent Technologies im Internet

Die neuesten Informationen über Produkte und Dienstleistungen erhalten Sie über unsere Internetadresse:

http://www.agilent.com

Wählen Sie Products/Chemical Analysis.

Auf gleichem Wege können Sie die aktuellste Firmware der Module der Agilent-Serie 1200 herunterladen.

Index

A

Abmessungen 23 Agilent im Internet 132 Analog Ausgabebereich 59 Einstellungen für die Ausgabe 59 Analyse der Probe 54 Anordnung Gerät 30 ASTM Referenz und Bedingungen 25 Umgebungsbedingungen 22 Aufwärmen 47 Ausgangslinseneinheit 11 Auslieferungs-Checkliste 28 Auspacken 28 Austauschen Firmware 102 Austausch Schnittstellenkarte 100

B

Bandbreite 6,5 nm 24 Batterien Sicherheitsinformationen 127 Benutzeroberflächen ChemStation, Steuermodul, Instant Pilot 75 Betriebstemperatur 23

C

CAN Schnittstelle 34 Chromatogramm 43

D

Detektortyp 24 Diagnose Signale 72 Drift 52 Anfänglich Durchflusszelle Hochdruck (Teile) 118 68 Korrekturfaktoren Küvettenhalter (Teile) 120 Mikro (Teile) 114 Semi-Mikro (Teile) 116 Standard (Teile) 113 Typen und Daten 24

Ε

Einführung 8 **Optisches System** 9 Einrichten einer Analyse 40 Einrichtung des Detektors 48 Einstellungen Einstellungen für die Analogausgabe 59 Peakbreite 61 Eintrittsspalteinheit 11 Elektrische Anschlüsse Beschreibung 14 EMF (Early Maintenance Feedback, Frühe Wartungsanzeige) 17 Ersatzteile Hochdruck-Durchflusszelle 118 Küvettenhalter 120 Leckage 121 Mikro-Durchflusszelle 114 Semi-Mikro-Durchflusszelle 116 Standard-Durchflusszelle 113 Überblick über die Ersatzteile 112

Zubehör-Kit 122 Extinktion Lambert-Beer 67

F

Fehlerbehebung Benutzeroberflächen 75 Diagnosesignale 72 Fehlermeldungen 72 73, 72 Statusanzeigen Testfunktionen 72 Übersicht 72 Fehlermeldungen 72 Firmware Aktualisierungen 102 Funktionen Geräteaufbau 16 GLP 25 Sicherheit und Wartung 25

G

Geräteanordnung 30 Geräteaufbau 16 Geräuschemission 128 Gewicht 23 Gitter Einheit 12

Η

Hinweise zu Algen 129 Hinweise zum Aufstellort 20, 20 Netzkabel 21 Stromversorgung 20 Umgebungsbedingungen 22 Holmiumoxid Filter 11

Index

Informationen zu Lösungsmitteln 129 Informationen Batterien 127 Geräuschemission 128 Lösungsmittel 129 127 Störstrahlung zum Küvettenhalter 94 Zur UV-Strahlung 128 Installation Flüssigkeitsanschlüsse 36 Modul 33 Instant Pilot 75 Internet 132

K

Kabel An Netzspannung anschließen 34 Analogkabel anschließen 34 APG-Remote-Kabel anschließen 34 CAN-Kabel anschließen 34 LAN anschließen 34 Konformitätserklärung 131 Korrekturfaktoren für Durchflusszellen 68 Küvettenhalter 94

L

Lambert-Beer Gesetz 67 Lampe 52 Anfangsdrift Intensitätstest 104 24 Tvp Leckage Frsatzteile 121 Korrektur 97 Leistung Optimierung 66 24 Spezifikationen Linearität 25. 24

Μ

Methode Laden 47

Ν

Netzspannung und -frequenz 23 Netz Stromverbrauch 23

0

Onlinediagramm 52 Online-Spektren 56 Optikeinheit Ausgangslinseneinheit 11 Durchflusszelle 10 Eintrittsspalteinheit 11 Filtereinheit 11 Filter 11 Gittereinheit 12 Lampe 11 12 Photodioden Platinen für Photodioden 13 Spiegel 12 Strahlteiler 12 Optimieruna Detektorleistung 66 System 44

P

Parameter Detektor 48 Peakbreite Einstellungen 61 Photodiode Einheiten 12 Platinen 13 photometrischen Richtigkeit 68 Platinen A/D-Wandlerplatinen für Photodioden 13 Platzbedarf 22 Probeninfo 52

R

Rauschen, Kurzzeit 24 Referenzbedingungen 25 Rekalibrierung der Wellenlänge 72 Reparatur Einfache Reparatur, siehe 'Wartung' 83 Einfache Wartung 78 Reparaturen Einführung 77 Reparatur Interner Teile 78 80 Reinigen des Geräts Überblick über einfache Reparaturen 84

S

Scannen 57 Sicherheit Allgemeine Informationen 124. 124 Gerät der Klasse L 124 Sicherheitsinformationen Lithiumbatterien 127 Sicherheit Symbole 126 Signal 51 Diagramm Diagnose 72 Spektren 56 Online Sperrfilter 11 Spezielle Einstellungen 55 Spezielle Sollwerte 60

Index

Spezifikationen 8 Leistung 24 Technische Daten 23 Spiegel Einheiten 12 Stabile Basislinie 47 Standards 23 Statusanzeigen 72 Steuermodul G1323B 75. 8 Stop-Flow-Bedingungen 56 Störstrahlung 127 Strahlteiler 12 Strom Kabel 21 Verbrauch 23 20 Versorauna

T

Technische Daten Betriebstemperatur 23 Gewicht und Abmessungen 23 Luftfeuchtigkeit 23 Netzspannung und -frequenz 23 Sicherheitshinweise 23 Stromverbrauch 23 Teile Ersatzteile 111 Testfunktionen 72 Tests Holmiumoxid, Holmiumoxidtest 107 Intensität der Lampe 104 Kalibrierung der Wellenlänge 106

Ü

Überblick

Optisches System 9 Strahlengang 9 Systemüberblick 9

U

Umgebungsanforderungen Platzbedarf 22 UV-Strahlung 128

V

Verwendung 54 Analyse der Probe Anforderungen und Bedingungen 42 Aufwärmen 47 Detektor 39 Detektorparameter 48 Drift 47 Einrichten einer Analyse 40 Einrichtung des Detektors 48 Einschalten 45 Einstellungen für die Analogausgabe 59 Einstellungen für die Peakbreite 61 EMF 17 Initialisierung und Spülen des Systems 40 Küvettenhalter 94 Methode laden 47 Onlinediagramm 52 **Online-Spektren** 56 Probeninfo 52 Signaldiagramm 51 Spezielle Einstellungen 55 Spezielle Sollwerte 60 Stabile Basislinie 47 Stop-Flow 56 Typisches Chromatogramm 43 Überprüfen 57 Vorbereitung des HPLC-Systems 45 Vorbereitung des HPLC-Systems 45

W

Warnungen 79, 79 Wartung Austausch der Firmware 102

Austausch der Schnittstellenkarte 100 Austausch des Leckagesystems 98 Beseitigen von Leckagen 97 Durchflusszelle austauschen 88 Einfache Reparaturen 78 77 Einführuna 111 Ersatzteile Lampen austauschen 85 80 Reinigen des Geräts Standard-Durchflusszelle 91 Übersicht 84 Verwenden des Küvettenhalters 94 Wellenlänge Bereich 190-600 nm 24 Genauigkeit 24 Kalibrierung 106 Rekalibrierung 72

Ζ

Zubehör-Kit (Teile) 122

www.agilent.com

In diesem Handbuch

Dieses Handbuch enthält technische Referenzinformationen zum variablen Wellenlängendetektor der Agilent-Serie 1200.

Das Handbuch beschreibt Folgendes:

- Einführung und Spezifikationen
- Installation
- Verwendung und Optimierung
- Überblick über die Fehlerbehebung
- Wartung
- Teilebezeichnung
- Sicherheit und weitere Informationen

© Agilent Technologies 2006

Gedruckt in Deutschland 02/06



G1314-92010

