

Steuermodul der Agilent 1100 Serie

Bedienungshandbuch



Agilent Technologies

© Copyright Agilent
Technologies 2000

Änderungen
vorbehalten. Die
Reproduktion,
Anpassung oder
Übersetzung in eine
andere Sprache ist ohne
vorherige schriftliche
Genehmigung unzulässig
und strafbar, es sei denn,
diese erfolgen innerhalb
der Grenzen des
Urheberrechtsgesetzes.

Part No. G1323-92006

Ausgabe 01/00

Gedruckt in
Deutschland

Garantie

Die Information, die in
diesem Dokument
enthalten ist, kann ohne
Ankündigung geändert
werden.

*Agilent Technologies
gibt keine Garantie
irgendwelcher Art in
bezug auf dieses
Material,
einschließlich, aber
nicht begrenzt auf, der
mitenthaltenen
Garantien oder der
Verkaufsfähigkeit und
des Geeignetseins für
einen besonderen
Zweck.*

Agilent Technologies ist
nicht haftbar für Fehler,
die in diesem Dokument
enthalten sind, oder für
zufällige Schäden oder
Folgeschäden im
Zusammenhang mit der
Ausrüstung,
Leistungsfähigkeit oder
der Anwendung dieses
Materials.

WARNING

Für Sicherheitsdetails,
siehe
Sicherheitsinformationen
auf Seite 184

Symbole



Am Gerät ist dieses
Zeichen angebracht,
wenn Informationen aus
dem Handbuch beachtet
werden müssen.

Bedienungshandbuch

In diesem Buch

In diesem Handbuch wird die Bedienung der LC-Module und -Systeme der Agilent 1100 Serie mit dem Steuermodul (siehe gegenüber) beschrieben. Das Steuermodul ermöglicht eine vollständige lokale Steuerung und Überwachung eines Moduls oder eines kompletten Systems der Agilent 1100 Serie. Im Steuermodul ist keine Datenauswertung möglich. Es ermöglicht die Durchführung von HPLC-Analysen, einschließlich der automatischen Probenvorbereitung, Injektion, isokratischen- und Gradientenläufen und Analysen mit unterschiedlichen Methoden.

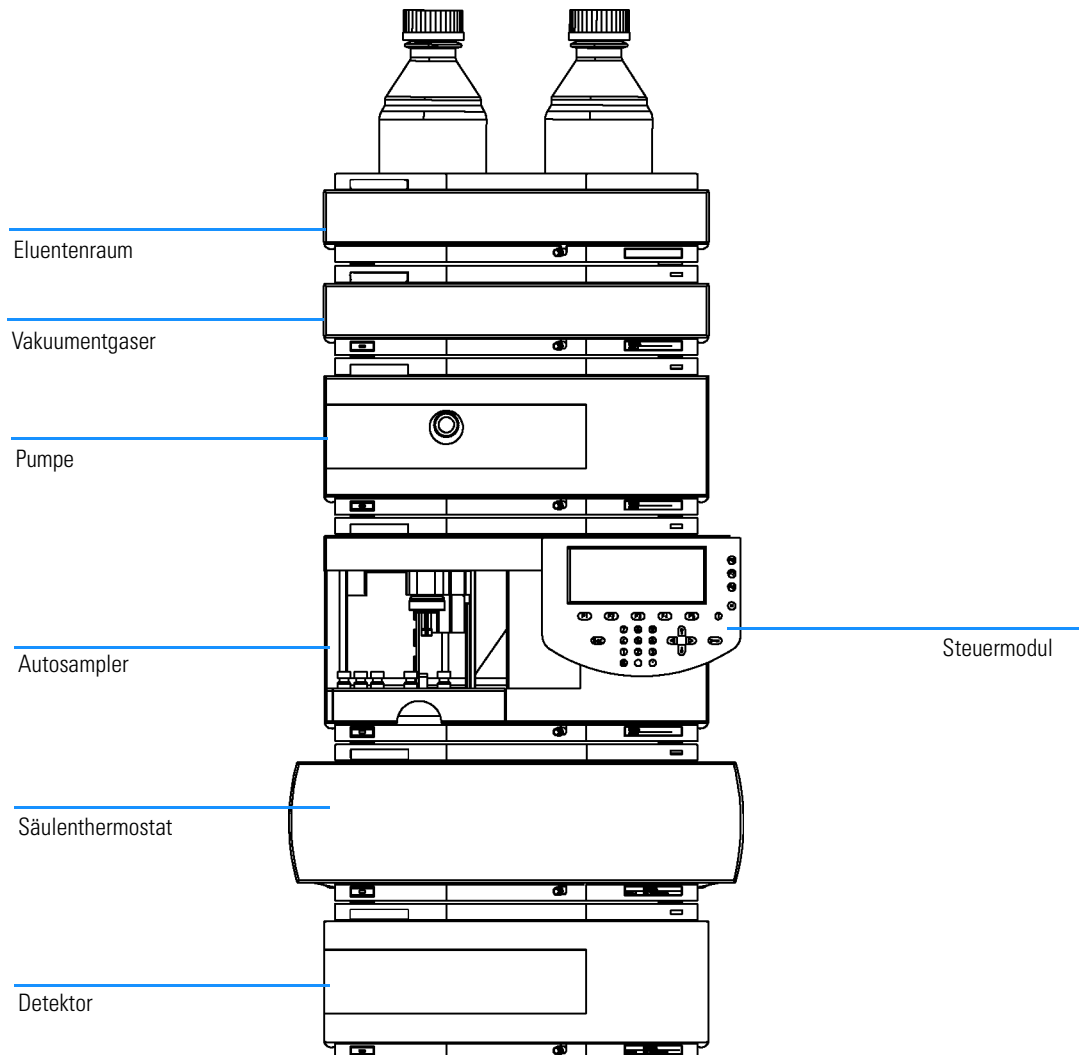
Weitere verfügbare Handbücher:

Alle LC-Module werden mit einem *Bedienungshandbuch* ausgeliefert, das die Installation, Fehlerbehebung, Reparatur, Ersatzteile und Funktionsweisen erläutert.

Das Steuermodul wird mit folgenden Handbüchern ausgeliefert:

- *Vorliegendes Bedienungshandbuch*
- *Quick Reference Guide*
- *Performance Verification Manual*
- Online-Hilfesystem

Über dieses Handbuch



Teil 1 “Anwendung des Agilent 1100 Steuermoduls” beschreibt das Steuermodul mit allen Eigenschaften und Funktionen.

Teil 2 “Einsatz der Module der Serie Agilent 1100” beschreibt, wie man die individuellen LC-Module einsetzt, um isokratische und Gradientenanalysen sowie Analysen aus mehreren Probenfläschchen durchzuführen und dabei eine oder mehrere Methoden anwendet.

Teil 3 “Bedienung des LC-Systems der Serie Agilent 1100 mit dem Steuermodul” beschreibt die Durchführung von isokratischen und Gradientenanalysen sowie Analysen aus mehreren Probenfläschchen mit einer oder mehr als einer Methode.

Teil 1 Bedienung des Steuermoduls der Serie Agilent 1100

1 Das Agilent 1100 Serie Steuermodul

Überblick über das Agilent 1100 Serie Steuermodul 15

Eigenschaften des Steuermoduls 16

Tasten des Steuermoduls 18

Die Software des Steuermoduls 24

Versionen des Steuermoduls 33

2 Arbeiten mit dem Steuermodul

Wie setzt man das Agilent 1100 Serie Steuermodul ein? 35

Anschließen des Steuermoduls 36

Allgemeine Funktionen 37

Fehlersuche 39

Einsetzen und Entnehmen der PC Cards 40

Arbeiten mit Methoden 41

Zeitprogrammierung 47

Automatisieren von Analysen 49

Grafische Darstellung der Daten 51

Logbücher 54

Druck-(Printing)-Bildschirme 56

Anschluß externer Geräte 58

Firmware 61

Aktualisierung der Firmware im Steuermodul 62

Aktualisierung der Firmware bei den LC Modulen 63

Gemeinsame Durchführung (Koexekution) mit der Agilent

ChemStation 68

Teil 2 Einsatz der Module der Serie Agilent 1100

3 Arbeiten mit der Pumpe

Detaillierte Betriebshinweise zum Pumpensystem der Serie Agilent 1100 73

Ein- und Ausschalten der Pumpe 74

Eingabe der Einstellungen (Settings) 75

Spülen der Pumpe 76

Durchführung des Spülens 77

Einstellen der Kompressibilität 78

Einstellen des Hubvolumens 80

Automatisches Herunterfahren (Shut-Down) 81

Fehlersuche bei der Pumpe 82

Nutzungsprotokoll der Pumpe (Pump History) / Grenzwerte für die Pumpen-EMF 83

Zurücksetzen der Pumpe 84

Zurücksetzen der Pumpen-Einstellungen (Pump Settings) 85

4 Arbeiten mit dem Degasser

Betriebshinweise zum Vakuumentgaser der Serie Agilent 1100 87

Starten des Degasers 88

Entfernen von Gasblasen 89

Wechseln der Lösungsmittel 90

5 Arbeiten mit dem Autosampler

Detaillierte Betriebshinweise für den Autosampler der Serie Agilent 1100 91

Konfigurieren des Autosamplers 92

Eingabe der Einstellungen (Settings) 93

Ausrichten des Transportarms/Greifers 96

Nutzungsprotokoll des Autosamplers (Vorgeschichte) / EMF

Grenzwerte 97

Den Autosampler zurücksetzen 98

Fehlersuche beim Autosampler 99

6 Arbeiten mit dem manuellen Injektionsventil (Manual Injection Valve)

Detaillierte Betriebshinweise zum manuellen Injektionsventil der Serie Agilent 1100 101

Wissenswertes über das Injektionsventil 102

Ausführen einer Injektion 103

Vollständiges Befüllen der Probenschleife 104

Partielles Befüllen der Probenschleife 105

Wieviel Probe ist in Wirklichkeit aufgegeben? 106

Wieviel Probe benötige ich? 107

Ein alternativer Weg zum Befüllen der Probenschleife 108

7 Arbeiten mit den Detektoren

Betriebsweise für die folgenden Detektoren der Agilent 1100 Serie: Variabler Wellenlängendetektor, Multipler Wellenlängendetektor, Brechungsindexdetektor, Fluoreszenzdetektor und Dioden-Array-Detektor 109

Die Lampe Ein und Aus schalten	110
Eingabe von Einstellungen (Entering Settings)	111
Zurücksetzen der Basislinie	113
Konfigurieren des Detektors	114
Fehlersuche bei den Detektoren	115
Nutzungsprotokoll des Detektors (Tracking Detector History)	116
Den Detektor zurücksetzen (Resetting the Detector)	117
Lampenzündungsroutine (Lamp Ignition Routine) (nur beim VWD)	118
Konfigurieren des Analogausgang (Analog Channel Output)	119

8 Einsatz des Säulenthmostats (Column Compartment)

Betriebshinweise für den thermostatisierbaren Säulenraum der Serie Agilent 1100 121

Das Säulenthmostat ein- und ausschalten	122
Eingabe der Einstellungen (Entering Settings)	122
Konfigurieren des Säulenthmostats	123
Konfigurieren der Säulenidentifizierung (Column ID Module)	124
Auswahl der Thermoelemente	125
Anwahl des Säulenschaltventils (Column Switching Valve) (optional)	125
Fehlersuche beim Säulenthmostat	126
Nutzungsprotokoll des Säulenthmostats (Column Compartment History)	126
Protokollieren der Säulen-Identifizierung (Column ID History)	127
Das Säulenthmostat zurücksetzen	127

Teil 3 Bedienung des LC-Systems der Serie Agilent 1100 mit dem Steuermodul

9 Durchführen einer isokratischen Analyse

Die Analyse der isokratischen Standardprobe von Agilent Technologies als Einzelinjektion 131

Voraussetzungen und Geräteausstattung 132

Das LC System vorbereiten 133

Eingabe der Geräteparameter 134

Abspeichern der Einstellungen in einer Methode 136

Betrachten des Chromatogramms 137

Die Analyse starten 139

10 Durchführen einer Gradientenanalyse

Analyse der isokratischen Standardprobe von Agilent Technologies in einem Gradientenlauf 141

Voraussetzungen und Geräteausstattung 142

Einrichten des LC-Systems 143

Eingabe der Geräteparameter 144

Abspeichern der Einstellungen in einer Methode 147

Betrachten des Chromatogramms 148

Starten einer Analyse 150

11 Analysenserien mit mehreren Proben

Erstellen von Analysenläufen aus mehreren Probenfläschchen mit einer oder mehreren Methoden. 151

Die Analyse mehrerer Probenfläschchen mit einer Methode	152
Die Analyse mehrerer Proben mit verschiedenen Methoden	153
Einstufige (Single-Level) Kalibrier-Sequenzen	155
Sequenzen mit Rekalibrierung für Mehrpunktkalibrierungen	157
Rekalibrierung mit einer Gruppe von Standards	158
Rekalibrierung mit mehreren Gruppen von Standards	160
Synchronisieren der Analysen mit externen Geräten	164

12 Durchführen eines Injektorprogramms

<i>Erstellung von Injektorprogrammen</i>	169
Ein Injektorprogramm aufbauen	170
Die Einstellungen für das Injektorprogramm eingeben	171
Speichern der Methode	173
<i>Sicherheitsinformationen</i>	184
<i>Funktstörungen</i>	187
<i>Agilent Technologies im Internet</i>	188

Teil 1

- 1 Das Agilent 1100 Serie Steuermodul 15
- 2 Arbeiten mit dem Steuermodul 35

Bedienung des Steuermoduls der Serie Agilent 1100

Bedienung des Steuermoduls der Serie Agilent 1100

Bedienung des Steuermoduls der Serie Agilent 1100

Das Agilent 1100 Serie Steuermodul

Überblick über das Agilent 1100 Serie Steuermodul

Eigenschaften des Steuermoduls

Das Steuermodul ermöglicht eine vollständige lokale Steuerung und Überwachung eines Moduls oder eines kompletten Systems der Agilent 1100 Serie. Dadurch erhalten Sie einen schnellen Zugriff auf jede unterstützte Funktion, können alle Parameter und Einstellungen einfach steuern sowie verschiedene Kommunikationskanäle zu anderen Geräten konfigurieren, um die erzeugten Daten zu analysieren.

- Sie können jede gewünschte Konfiguration der Agilent 1100 Serie Module installieren. Die Software des Steuermoduls erkennt, welche Module im LC-System vorhanden sind, und stellt die Bildschirmdarstellungen entsprechend ein.
- Nachdem Sie die Parametereinstellungen für jedes Modul eingegeben haben, können Sie sowohl die Reset- und On/Off-Funktionen als auch die Kalibrier- und Konfigurationseinstellungen über das selbsterklärende und intuitive Leitsystem durchführen.
- Definieren Sie mit Hilfe des Steuermoduls automatisierte Analysen einschließlich Methoden, Zeittabellen, Injektorprogramme, Methodensequenzen und automatisierte Kalibriereinstellungen.
- Schützen Sie Ihre Methode vor unabsichtlichen Eingaben über das Tastenfeld, indem Sie den Methodenschutz (Method Protection) aktivieren.
- Setzen Sie PC Cards ein, um Methoden und Sequenzen abzuspeichern und sie zwischen Agilent 1100 Systemen zu transferieren.
- Überwachen Sie alle Operationen und auftretende Fehler (Error Events) mit Hilfe des sich selbst aktualisierenden Logbooks.
- Setzen Sie das dem jeweiligen Kontext (Kontext-sensitive) entsprechende Online Informations-System ein, um weitere Informationen über alle Themen zu erhalten.
- Über die Kontext-sensitive Menüfunktion haben Sie den schnellsten Zugang zu den verwandten Funktionen.
- Um eine Hilfe bei der Einhaltung der Bestimmungen der Good Laboratory Practice (GLP) zu erhalten, können Sie eine Vielzahl von Modul-Tests auswählen, die die Leistungsfähigkeit (Performance) des LC Systems überprüfen.

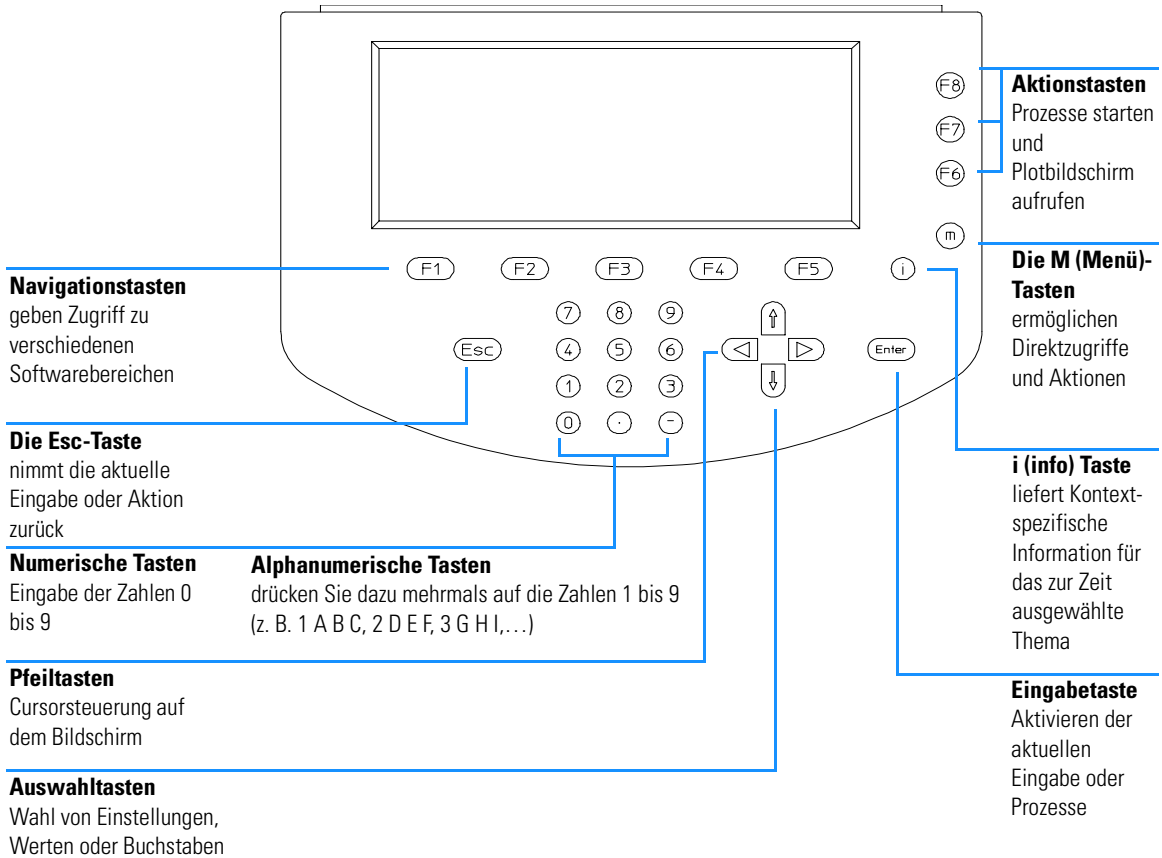
Eigenschaften des Steuermoduls

- Die EMF Grenzwerte (Early Maintenance Feedback, Wartungshinweise) können eingesetzt werden, um einen Zeitplan für Wartungsaufgaben aufzustellen.
- Sie können die Daten grafisch darstellen, indem Sie den Plot-Bildschirm einsetzen, wo Sie bis zu drei verschiedene Signale zur selben Zeit anzeigen lassen können.
- Druckinformationen an einen PCL3 kompatiblen Drucker, der an die serielle RS232-Schnittstelle eines Agilent 1100 Moduls angeschlossen ist.

Tasten des Steuermoduls

Abbildung 1

Das Agilent 1100 Serie Steuermodul



HINWEIS

Auf der Rückseite des Steuermoduls befindet sich eine kurze Beschreibung der Haupttasten und der Produkt- und Serien-Nummer.

Die Bildschirmansicht zeigt Ihnen eine Vielzahl von Menü-Schaltflächen [F1-F5] (im unteren Abschnitt) oder Funktions-Schaltflächen [F6-F8] (im rechten Abschnitt), die mit den entsprechenden Navigations- (für die Menüs) und Aktions- (für die Funktionen) Tasten zugänglich sind.

HINWEIS

In diesem Zusammenhang bezieht sich der Ausdruck "Schaltfläche = Button" immer auf ein Menü oder eine Funktion, die sich auf dem Bildschirm befindet, wohingegen "Taste = Key" auf die aktuellen Tasten des Tastenfelds hinweist. Die Taste, die einer bestimmten Schaltfläche entspricht, wird in eckigen Klammern [F1-F8] angezeigt.

Die I (Info)-Taste - Online Informations-System

Das Online Informations-System liefert einen schnellen und einfachen Weg, um Informationen über die gerade ausgeführte Aufgabe abzufragen, oder um Wissenswertes über eine Eigenschaft oder eine Bildschirmansicht zu erfahren. Das Online Informations-System ist kontext-sensitiv und liefert Informationen, die sich auf das aktuelle Thema beziehen.

Sie erhalten Zugang zum Online Informations-System, indem Sie die I (Info)-Taste auf dem Tastenfeld des Steuermoduls eingeben.

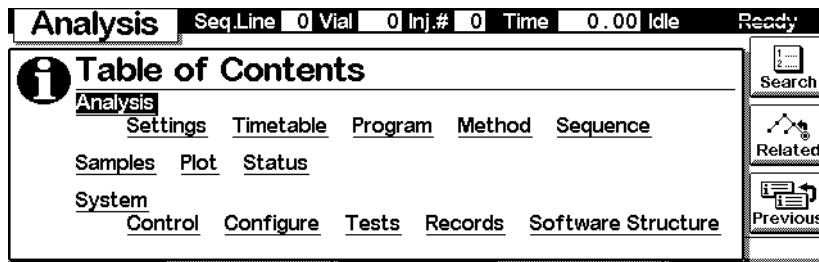
Einige Worte sind unterstrichen, was darauf hinweist, daß weitere Informationen verfügbar sind. Durch Eingabe der Enter-Taste können Sie die Bildschirmdarstellungen aufrufen, die spezifischere Informationen über das unterstrichene Wort bringen.

Einige Worte sind gepunktet unterstrichen, was anzeigt, daß eine Definition des Wortes vorhanden ist. Nach Drücken von Enter (Eingabetaste) erscheint ein kleines Fenster mit diesen Informationen. Nach Drücken von Enter verschwindet dieses Fenster wieder vom Bildschirm.

- Sie können das Online-Hilfesystem durch Drücken von Esc verlassen.
- Um Herauszufinden, welche weiteren Informationsthemen verfügbar sind, wählen Sie die Search (Suche) -Schaltfläche [F8] an. Daraufhin können Sie zwischen Inhalten (Contents) und Index wählen.

Abbildung 2

Online Informations-System - Inhaltsverzeichnis



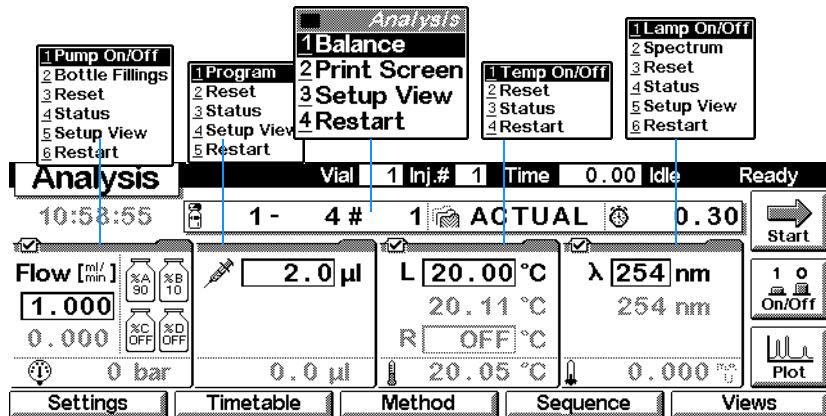
- Um zu weiteren Bildschirmen zu kommen und die damit zusammenhängende Informationen enthalten, wählen Sie die Related (Im Zusammenhang stehende) Schaltfläche [F7] an.
- Zur Rückkehr zum vorangehenden Informationsbildschirm wählen Sie die Previous (Vorhergehende) Schaltfläche [F6] an.

Die M (Menü)-Taste

Sie können die M (Menü)-Taste auf dem Tastenfeld des Steuermoduls einsetzen, um die ausgewählte Funktionalität schnell zu erreichen, egal, wo Sie gerade in der Software sind. So besteht, zum Beispiel, aus dem Inhaltsverzeichnis ein schneller Zugang zu der Print-Funktion. Aus den anderen Bildschirmdarstellungen können Sie die Restart- oder Default-Funktionen oder ein schematisches Diagramm zur genaueren Erklärung aufrufen. Geben Sie die Esc-Taste ein, um das Menü zu verlassen. Im Quick Reference Guide können Sie erfahren, ob Kontext-sensitive Menüs vorhanden sind. In der Abbildung 3 werden die Analysis Screen Kontext-Menüs gezeigt. Je nach dem aktiven Eingabefeld für die Parameter bieten de sensitiven Menüs verschiedene Optionen an.

Abbildung 3

Menüs auf dem Analysis-Bildschirm



Die Esc-Taste

Die Esc (Escape) Taste gibt Ihnen die Möglichkeit, das aktuelle Fenster oder die Bildschirmansicht zu verlassen und zum letzten Fenster oder Bildschirm, mit dem Sie gearbeitet haben, zurückzukehren.

Wenn Sie in einem der Hauptbildschirme sind, können Sie die Esc-Taste dazu einsetzen, um zwischen dem aktuellen und dem vorhergehenden Bildschirm hin- und herzuschalten.

In einem Bearbeitungsfeld kann der vorhergehende Wert durch Eingabe der ESC-Taste wiederhergestellt werden.

Die Enter-Taste

Durch Drücken der Enter-Taste akzeptieren Sie eine aktuelle Eingabe oder Aktion. Beim Eingeben eines Parameters in ein bestimmtes Feld führt die Enter-Taste Sie zum nächsten Eingabefeld. In diesem Fall hat sie die gleiche Funktion wie die Taste mit dem Pfeil nach rechts.

Navigations-Taste

Diese 5 Tasten [F1 - F5] geben Ihnen die Möglichkeit, zwischen den Menüs hin- und herzuschalten. Innerhalb dieser Menüs können die relevanten Parameter eingestellt und gewisse Funktionen angesprochen werden. Die Navigations-Tasten entsprechen immer einer Schaltfläche, die oben auf dem Bildschirm dargestellt ist. Die Menüs, die über die Schaltflächen angesprochen werden, hängen von dem Bildschirm ab, mit dem Sie gerade

Tasten des Steuermoduls

arbeiten. In manchen Fällen erscheint nach Aktivieren der Schaltfläche ein Listenfeld. Aus diesem können Sie dann auswählen, wie weiter vorgegangen werden soll.

Aktions (Action)-Tasten

Die 3 Action-Tasten [F6-F8] können eine Vielfalt von Aktionen ein- und ausschalten. Die verfügbaren Funktionen hängen vom Bildschirm ab, mit dem Sie gerade arbeiten.

Auswahl-(Selection)-Tasten

Mit den Auswahl-Tasten (Pfeil nach oben/unten) können Sie Einstellungen aus verschiedenen Listenfeldern auswählen. Sie können damit auch Werte in gewissen Parameter-Eingabefeldern ändern oder alphanumerische Zeichen eingeben.

Richtungs-(Pfeil)-Tasten

Mit den Richtungstasten (Pfeil nach links/rechts) können Sie sich in den Eingabefeldern hin- und herbewegen.

Numerische/Alphanumerische Tasten

Mit Hilfe dieser Tasten können Sie numerische Werte in Parameter-Eingabefelder eingeben. In gewissen Feldern, wo alphabetische Zeichen eingegeben werden können, können Sie dazu die Numerischen/Alphanumerischen Tasten einsetzen. Durch mehrfaches Drücken ändert sich der aktuelle Wert entsprechend der Abbildung 4.

Abbildung 4

Das Tastenfeld des Steuermoduls

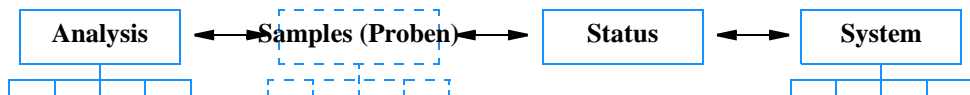
⑦	⑧	⑨
STU	VWX	YZ_
④	⑤	⑥
JKL	MNO	PQR
①	②	③
ABC	DEF	GHI
①	②	③
! ? ~	, ; :	+ * /

Die Software des Steuermoduls

Die Symbolleiste des Steuermoduls

In der Basiskonfiguration der Module gibt es mindestens drei Haupt-Bildschirme, den Analysis-, den Status- und den System-Bildschirm. Sie können sich zwischen diesen Bildschirmen bewegen, indem Sie das Ansichten/Fenster (Views) Schaltfeld [F5] einsetzen. Wenn ein Autosampler Teil Ihres Systems ist, wird ein vierter Bildschirm, genannt Samples (Proben), zugänglich. Ein weiterer wichtiger Bildschirm ist der Plot-Bildschirm, den man über ein Action-Schaltfeld [F6-F8] erreicht, abhängig vom aktiven Bildschirm.

Abbildung 5 Haupt-Bildschirme des Steuermoduls



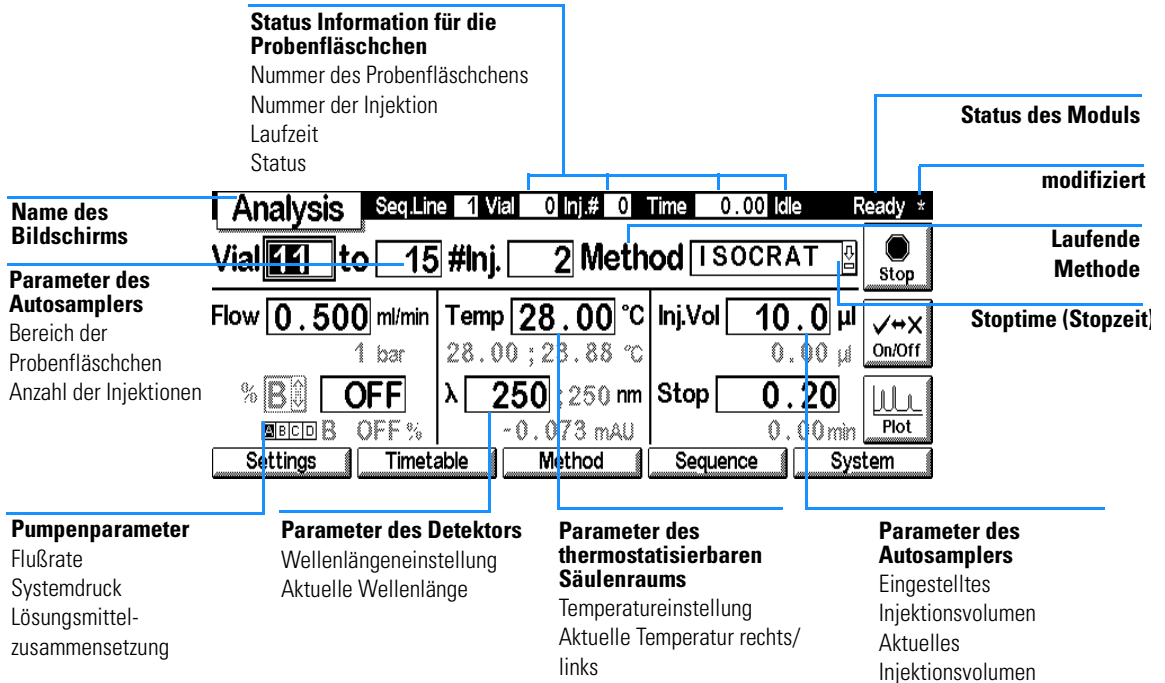
Aus diesen Bildschirmen können andere Menüs erreicht werden. Wenn ein bestimmtes Menü mit Hilfe einer Navigations-Taste angewählt wird, dann werden Sie in manchen Fällen über ein Pop-up Menü zu einer Eingabe auf gefordert. Geben Sie dann entweder die "Pfeil nach oben/unten"-Auswahltasten oder die entsprechende Zahl bei den Numerischen/Alphanumerischen Tasten ein. In den meisten Fällen gibt das Letztere den schnelleren Zugang. Diese Pop-up Menüs unterscheiden zwischen den verschiedenen Modulen in Ihrem System, oder im Falle der Views-Schaltfläche [F5], zwischen den Bildschirmen.

Analysis-Bildschirm

Der Analysis-Bildschirm gewährt Zugang zu allen analytischen Einstellungen für den LC. Die gebräuchlichsten Einstellungen werden zusammen mit den eingestellten und gemessenen Werten dargestellt. Da der Platz im Bildschirm begrenzt ist, sehen Sie nur eine Auswahl der wichtigsten Parameter. Das Layout des Bildschirms hängt von den Modulen ab, die sich im System befinden, und von der Modulauswahl, die der Anwender im Setup View-Dialog über die M-Taste vorgenommen hat (der Maximalwert an sichtbaren Modulen in diesem Fenster ist 4). Die anderen weniger oft verwendeten

Einstellungen der aktuellen Methode erscheinen in weiteren Bildschirmen, die man über die Settings-(Einstellungen)-Schaltfläche [F1] erreicht. Die aktuellen Werte werden fortlaufend aktualisiert.

Abbildung 6 Informationen des Analysis-Bildschirms



Dieser Bildschirm erlaubt die Steuerung folgender Werte:

- Einstellungen — alle Einstellungen des HPLC-Systems und der Module,
- Timetable (Zeittabelle) — Zeitprogrammierbare Einstellungen,
- Method (Methode) — Funktionen des Methodenmanagements (load/laden, save/speichern, delete/löschen),
- Sequence (Sequenz) — Multimethoden-Analysen und
- Ansichten — andere Bildschirme: Samples (bequemes Erreichen der Probenflächchen), Status (der wichtigsten Parameter während der Analyse) und System (Steuerung, Konfiguration, Tests und

Aufzeichnungen)

Die Start/Stop-Schaltfläche [F8] startet oder beendet eine Einzelinjektions- oder eine Mehrfach-Injektions-Analyse.

Die On/Off-Schaltfläche [F7] schaltet die Pumpe, die Detektorlampe und den Säulethermostat an oder aus.

Die Plot-Schaltfläche [F6] gibt einen direkten Zugang zum Plot -Bildschirm, auf dem alle wichtigen Parameter grafisch dargestellt werden können. Es ist möglich, mehrere Parameter gleichzeitig anzuzeigen.

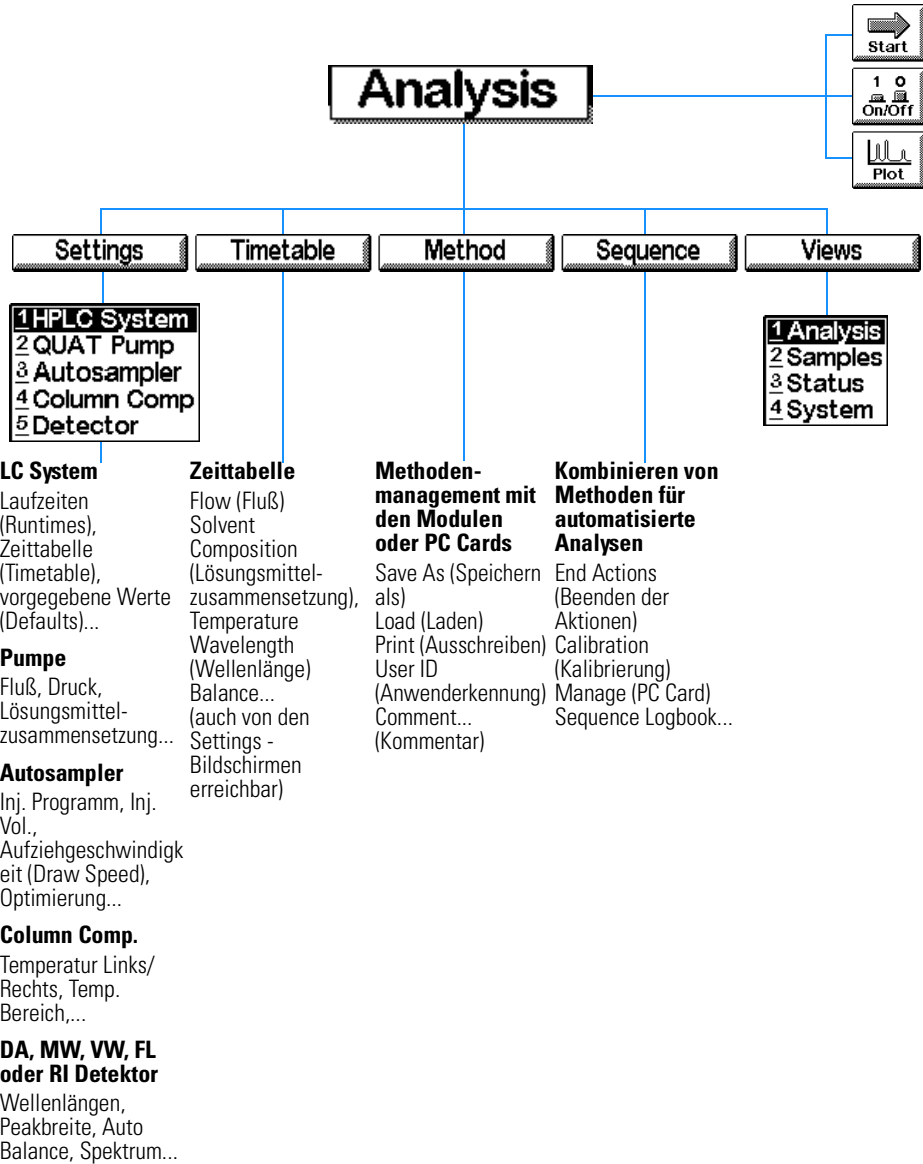
Der Einsatz der M (Menü)-Taste im Analysis-Bildschirm liefert die kontextsensitiven Menüs, abhängig vom aktiven Parameter-Eingabefeld (siehe Abbildung 3 auf page 21).

Der Modul-Status oben rechts auf dem Bildschirm und über den individuellen Module zeigt an, ob das System/Modul bereit ist oder nicht. **Ready** zeigt an, daß das System bereit ist, **Ready** zeigt an, das das System/Modul nicht bereit ist, **ERROR** zeigt an, daß ein Fehler im Modul aufgetreten ist.

Das folgende Diagramm zeigt die Funktionalität, die auf dem Analysis-Bildschirm für ein LC System verfügbar ist, das eine Pumpe, einen Autosampler, einen thermostatisierten Säulenraum und einen Detektor (z.B. Variablen Wellenlängen Detektor, Dioden Array Detektor, Multiplen Wellenlängen Detektor) enthält.

Abbildung 7

Menüstruktur des Bildschirms Analysis



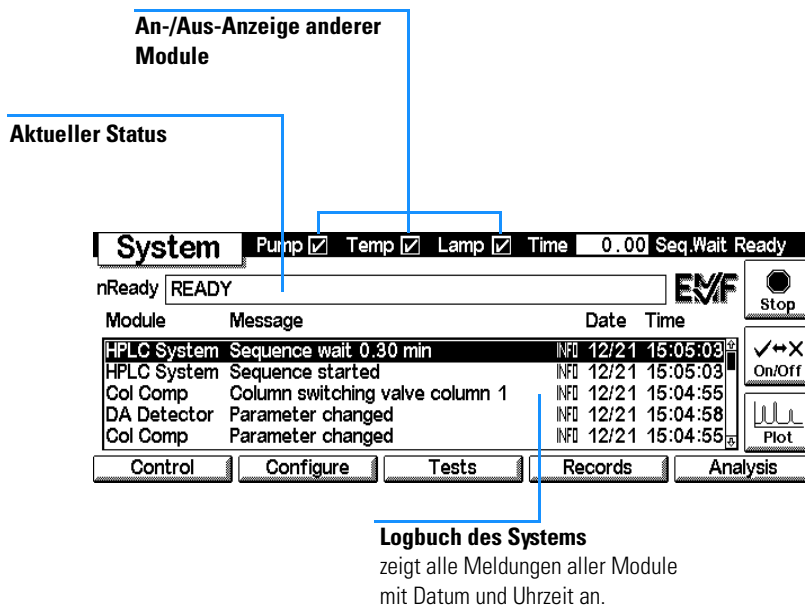
Der System-Bildschirm

Der System-Bildschirm ermöglicht den Zugang für Nicht-Routine-Einstellungen und liefert die Funktionen zur Fehlerüberprüfung und Steuerung, zum Testen und Verfolgen der Analysen für das LC-System und die Module.

Dieser Bildschirm zeigt das Logbook zusammen mit dem Status des LC Systems und der Module an. Das EMF- (Wartungshinweise = Early Maintenance Feedback) - blinkt, wenn der EMF-Grenzwert überschritten ist.

Abbildung 8

System-Bildschirm-Informationen



Dieser Bildschirm erlaubt die Steuerung folgender Werte:

- Steuert das LC System und die Module, zum Beispiel, Pump on/Off, Lamp On/Off, Heater On/Off und Injector Reset,
- Konfigurationsmöglichkeiten des LC-Systems und der Module,
- die Tests der Module und
- die Aufzeichnungen des Systems und der Module.

Die Software des Steuermoduls

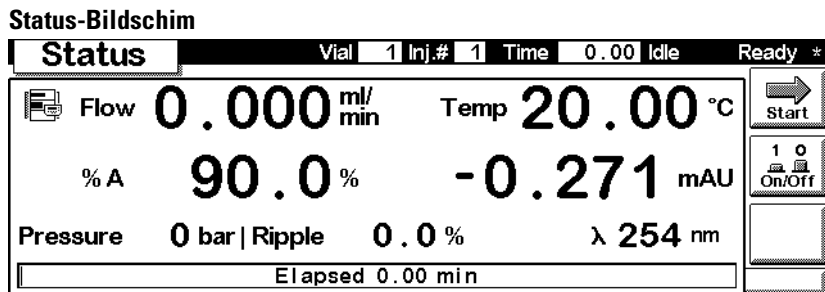
Das unten gezeigte Diagramm zeigt, welche Funktionen auf dem Systembildschirm für ein LC-System, bestehend aus Pumpe, Autosampler, Diodenarray-Detektor, variablem Wellenlängendetektor und thermostatisierbaren Säulenraum, zur Verfügung stehen.

Status-Bildschirm

Diese Bildschirmansicht zeigt die wichtigsten Parameter des Systems in einer leicht zu erkennenden Darstellung. Diese Parameter sind Fluß, Druck, Säulentemperatur, Absorptionseinheiten, Detektorwellenlänge, verstrichene Zeit usw., abhängig von der LC Systemkonfiguration. Der Inhalt des Bildschirms wird in kurzen Intervallen von etwa einer Sekunde aktualisiert.

Sie können das LC System und den Modul-Status auch mit Hilfe der Status-Leiste oben auf jedem Bildschirm überwachen. Der Inhalt der Status-Leiste hängt vom Bildschirm ab und ist sehr begrenzt. Man kann auch den Status für jedes Modul anzeigen lassen. Drücken Sie dafür in dem entsprechenden Setting-Bildschirm die M (Menü)-Taste. Wählen Sie im dann erscheinenden Kontext-Menü Status an.

Abbildung 10

**Proben-Bildschirm (Samples)**

Ausgehend von diesem Bildschirm haben Sie leichten Zugang zum Probensteller. Mit Hilfe der Vial Range-Funktion können Sie die Probenfläschchen spezifizieren, die Sie analysieren wollen, sowie die gewünschte Methode. Eine grafische Darstellung des Probenstellers zeigt die ausgewählten Probenfläschchen an. Die Sequence-Option ermöglicht Ihnen die Ausführung zuvor spezifizierter Schritte einer Analysesequenz. Während die Analyse läuft, können Sie die bearbeiteten Proben auf der Probenstellerdarstellung beobachten.

Abbildung 9 **Menüstruktur des Bildschirms System**

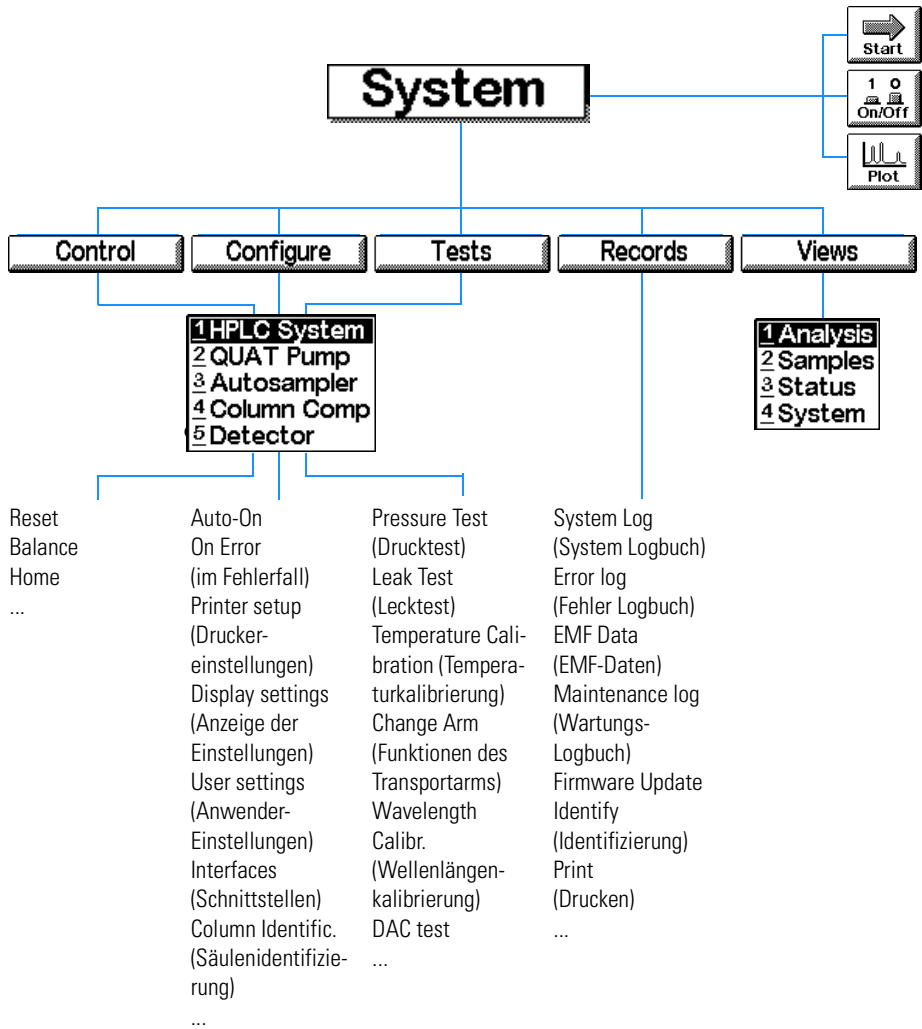
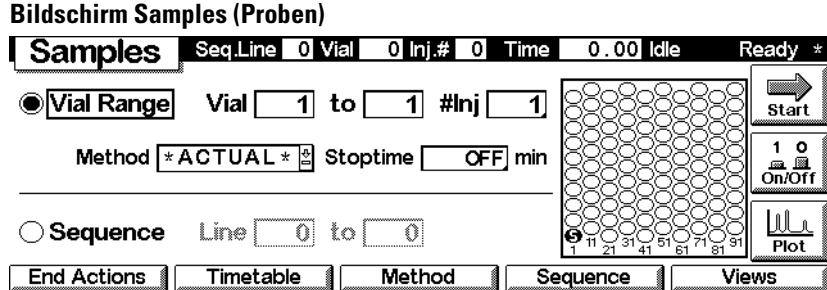


Abbildung 11

**HINWEIS**

Dieser Bildschirm ist nur vorhanden, wenn ein Autosampler Teil Ihres Systems ist.

Plot-Bildschirm

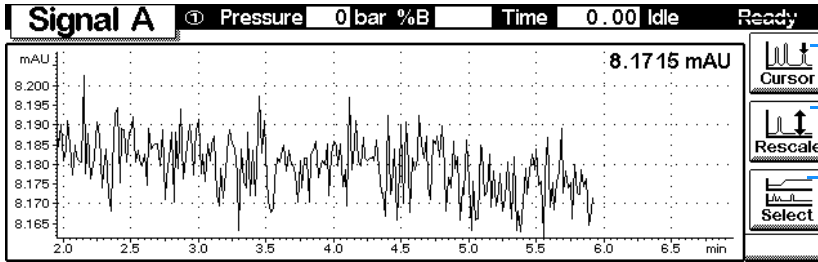
Der Plot-Bildschirm ermöglicht Ihnen eine Online-Darstellung. Sie können verschiedene Signale anschauen, abhängig von den Modulen in Ihrem System, z.B. ein Chromatogramm, ein Druck- oder Temperatur-Signal.

Direkt vom Plot-Bildschirm können Sie mit Hilfe eines Cursors Informationen erhalten und Sie können dabei Informationen wie die Laufzeit, den Status, das Druckprofil oder die Zusammensetzung abfragen.

Mit Hilfe der Pfeil- und Auswahl-Tasten des Steuermoduls können Sie die Skala des Plot-Fensters verändern. Mit der Rescale Schaltfläche [F7] können Sie die Bildschirmdarstellung entsprechend der ausgewählten Signal- und Parameter-Bereiche optimieren.

Abbildung 12

Plot-Bildschirm



Cursor für genaue Werte

Rescale Neuskalieren im Vollformat

Select Auswahl
Signalquelle
Zeitbereich
Skalierung

Versionen des Steuermoduls

Mit der Einführung des Agilent 1100 Multiwellenlängendetektors und des Brechungsindexdetektors wurde eine neue Version des Steuermoduls, G1323B, eingeführt.

Um Herauszufinden, welche Version Sie besitzen, überprüfen Sie den Aufkleber mit der Teile-Nr. auf der Rückseite des Steuermoduls. Die G1323A Version erlaubt die Steuerung der folgenden Agilent 1100 Module: Agilent 1100 Dioden-Array-Detektor, Agilent 1100 Fluoreszenzdetektor, Agilent 1100 Variabler Wellenlängendetektor, Agilent 1100 Quaternäre, Binäre und Isokratische Pumpe, Agilent 1100 Thermostatisierten Säulenraum, Agilent 1100 Probengeber und Thermostatisierter Automatischer Probengeber.

Die G1323B Version steuert zusätzlich die Module Agilent 1100 Brechungsindexdetektor und Agilent 1100 Multiwellenlängendetektor.

Bei den Symbolleisten und den anderen Funktionen besteht kein Unterschied.

Das Agilent 1100 Serie Steuermodul

Versionen des Steuermoduls

Arbeiten mit dem Steuermodul

Wie setzt man das Agilent 1100 Serie Steuermodul ein?

Anschließen des Steuermoduls

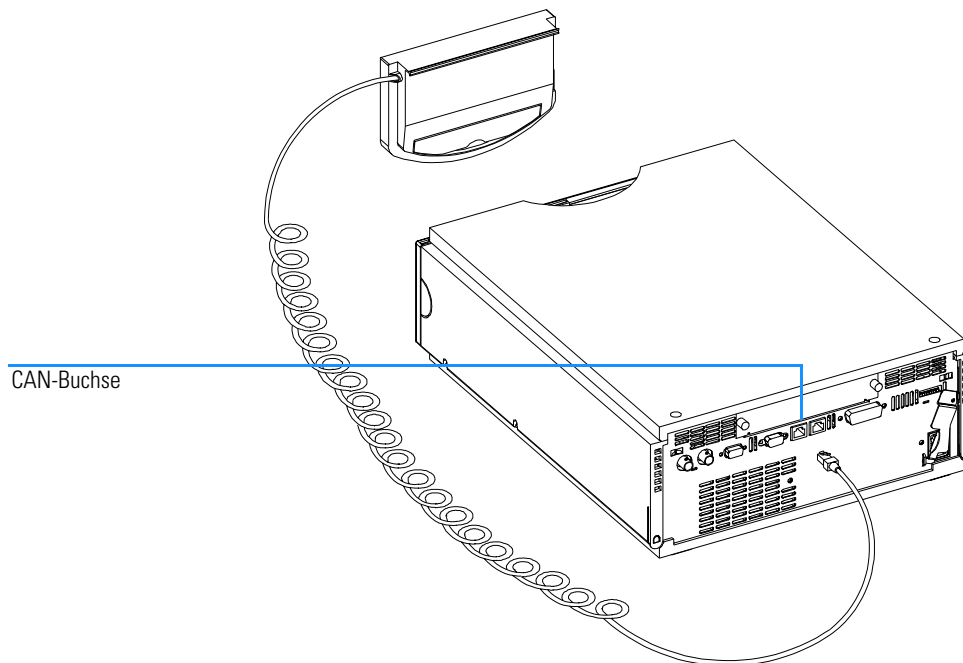
WARNUNG

Die CAN-Stecker ähneln den LAN-Steckern. Verbinden Sie jedoch keinen LAN-Stecker mit CAN-Anschlüssen, weil CAN mit 24 V arbeitet und daher die LAN-Karten zerstören kann.

Verbinden Sie den CAN-(Controller Area Network)-Stecker des Steuermodulkabels mit einem der beiden CAN-Anschlüsse auf einem der Agilent 1100 Serie Module.

Abbildung 13

Anschließen des CAN-Steckers auf der Rückseite



Allgemeine Funktionen

Ein- und Ausschalten der Module und des LC-Systems

Mit Hilfe der On/Off-Schaltfläche [F7] auf dem Analysis-Bildschirm können Sie entweder das gesamte System oder jedes der Module individuell ein- oder ausschalten.

Einstellen von Datum und Uhrzeit

Sie können das Datum und die Zeit mit Hilfe des Kontext-Menüs (M-Taste) einstellen, wenn der System-Bildschirm aktiviert ist. Wählen Sie dazu die Date & Time Option und drücken Sie dann die Enter-Taste. Drücken Sie auf die Setup-Schaltfläche [F6], um die Einstellungen zu ändern. Drücken Sie auf die Done-Schaltfläche [F6], um die neuen Einträge zu bestätigen. Alternativ können Sie Configure anwählen und dann das LC System auswählen. Geben Sie die Date & Time Schaltfläche [F4] ein. Wenn das Datum und die Zeit in dem Steuermodul geändert sind, dann werden diese Einstellungen automatisch in allen angeschlossenen Modulen gespeichert. Die Datums- und Uhrzeiteinstellung werden in jedem Modul über eine Batterie gesichert. Das Steuermodul besitzt keine eigene Uhr.

HINWEIS

Beim Starten synchronisieren die Module ihre internen Uhren. Die Uhren können auch über ein externes chromatographisches Datensystem synchronisiert werden.

Einstellen des Bildschirmkontrasts

Gehen Sie im System-Bildschirm zu Configure und wählen Sie das LC System aus. Wählen Sie Display und setzen Sie dann die Auswahl-Tasten ein, um Werte zwischen 0 und 31 für den Bildschirmkontrast einzugeben. Dann geben Sie Done ein.

Einstellen der Bildschirmdarstellung

Drücken Sie auf die M-Taste im Analysis-Bildschirm und wählen Sie Setup View, um die Module auszuwählen, die auf dem Analysis-Bildschirm angezeigt werden sollen. Durch Eingabe der Remove/Add Schaltflächen [F7, F8] können Sie die Module aus der Liste der Selected Modules (Ausgewählte

Module) in die Liste der Available Modules (Verfügbare Module) verschieben und umgekehrt, abhängig davon, welches Modul aktiviert ist.

Konfigurieren des LC Systems

Das LC System konfiguriert sich weitestgehend selbst. Es erkennt automatisch, welche Module installiert sind. Das Layout des Analysis-Bildschirms ändert sich entsprechend der vorhandenen Module. Sie können die Configure Schaltfläche [F2] im System-Bildschirm einsetzen, um die verschiedenen Funktionen wie z.B. das Auto-On für das System oder Loading (einer Methode) und After Error Condition zu konfigurieren.

Sie können das LC System beim Auftreten eines Fehlers so konfigurieren, daß es eine spezifische Methode lädt oder das LC System ausschaltet, indem Sie eine entsprechende After Error Condition-Einstellung vornehmen.

Fehlersuche

Interne Diagnoseverfahren überwachen kontinuierlich den Zustand des Moduls und zeichnen alle ungewöhnlichen Events in einem elektronischen Logbuch auf. So wird, zum Beispiel, bei fehlenden Probenfläschchen oder Lösungsmittleckagen eine Fehlermeldung herausgegeben, die als Error im Logbuch zusammen mit der Zeit und dem Datum, wann der Fehler aufgetreten ist, eingetragen wurde. Das Logbuch wird zyklisch aktualisiert, so daß der neueste Eintrag den ältesten löscht. Wenn ein Drucker angeschlossen ist, können Sie das Logbuch bequem ausdrucken lassen.

Fehlersuche bei dem Steuermodul

Falls Ihr Steuermodul nicht korrekt arbeitet, trennen Sie es vom CAN-Anschluß des Moduls und schließen Sie es erneut an.

Falls das Problem hierdurch nicht behoben ist, können Sie

- bei allen angeschlossenen Geräten und Computern den Strom ausschalten und nach einer Minute wieder einschalten, oder
- nur ein einziges Modul der Serie Agilent 1100 anschließen.

Wenn das Problem damit nicht behoben werden kann, wenden Sie sich an den Kundendienst von Agilent Technologies.

Einsetzen und Entnehmen der PC Cards

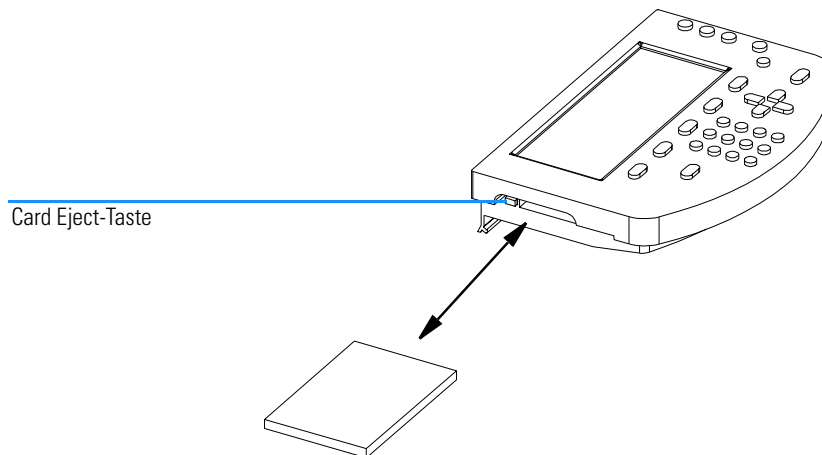
- 1 Setzen Sie die PC Card mit der Kontaktseite voran in den Steckplatz ein, bis Sie einen deutlichen Anschlag spüren.
- 2 Gehen Sie zum Analysis-, System- oder Sample-Bildschirm, drücken Sie dann auf die M-Taste und wählen Sie Restart an, um das Steuermodul neu zu starten.
- 3 Zum Entnehmen der PC Card drücken Sie auf die Card Eject-Taste auf der linken Seite des Moduls.

HINWEIS

Verwenden Sie nur Agilent Technologies oder SunDisk Corporation ATA Flashdisks, wie die Agilent Technologies F1215C, F1013C oder F1014C.

Abbildung 14

Einsetzen und Entfernen der PC Card



Arbeiten mit Methoden

Eine Methode enthält einen kompletten Satz von Injektions-, Trenn- und Detektions-Parametern, einschließlich einer Zeittabelle und einem Injektor-Programm. Informationen über den Probefläschchenbereich sind nicht Teil der Methode.

Es gibt zwei Typen von Methoden:

- Die Modul-Methode. Die Parameter einer solchen Methode werden in den einzelnen LC-Modulen und nicht in dem Steuermodul gespeichert. Eine solche Methode kann mit dem Steuermodul geladen, modifiziert, gespeichert und ausgeführt werden.
- Die PC Card-Methode. Die Methodenparameter werden auf einer PC Card gespeichert. Eine solche Methode kann in die Module geladen oder an ein anderes LC-System übertragen werden. Methoden können nicht direkt von der PC Card laufen. Die Methode muß zuerst von der PC Card geladen werden. Wenn die PC Card-Methode geladen ist, wird sie zu einer Modul-Methode.

Wenn nicht anders festgestellt, beziehen sich die folgenden Abschnitte auf die Modul-Methoden.

Laden einer Methode

Eine Methode kann mit Hilfe der Method-Schaltfläche [F3] im Analysis- oder Samples-Bildschirm geladen werden:

- 1 Gehen Sie zum Analysis- oder Samples-Bildschirm.
- 2 Wählen Sie Method; die aktuellen Parameter werden angezeigt.
- 3 Drücken Sie auf die Module-Schaltfläche [F1].
- 4 Wählen Sie eine Methode aus der Liste aus.
- 5 Drücken Sie die Eingabetaste.

Sie können auch eine Methode direkt vom Analysis-Bildschirm laden, indem Sie die Selection-Tasten einsetzen und die Methode in der Methodenliste ändern.

Die Method/Module-Bildschirme listen alle Methoden auf, die in den Modulen gespeichert sind. Bei jeder Methode steht ein Datum, wann diese Methode

zum letzten Male geändert wurde, und eine kurze Beschreibung für den Anwender. Nach dem Laden wird eine Methode zur aktuellen Methode.

Eine Methode kann als partielle Methode gekennzeichnet sein. Das bedeutet, daß ein Unterschied zwischen dem aktuellen und dem ursprünglichen System besteht, zum Beispiel, wenn ein Modul zum System hinzugefügt oder entfernt worden ist. Eine partielle Methode kann nicht als aktuelle Methode geladen werden.

Modifizieren einer Methode

Eine Methode kann durch Ändern der Einstellungen auf den Analysis- oder Setting-Bildschirmen modifiziert werden.

Viele der gewöhnlich verwendeten Methodeneinstellungen (Fluß, Injektionsvolumen, Säulentemperatur, Wellenlänge und Endezeit) können im Analysis-Bildschirm geändert werden. Andere, weniger häufig verwendete Methodeneinstellungen, wie die Ejektionszeit, können mit Hilfe der Settings-Schaltfläche [F1] modifiziert werden. Diese Schaltfläche bringt das Settings-Menü zur Anzeige, von dem alle LC System- und Modul-Einstellungen erreicht werden können.

Wenn Sie eine Methodeneinstellung verändern, dann wird der neue Wert sofort in das LC-Modul übertragen. Ein Stern (*) erscheint dann auf der rechten Seite der Statuszeile, um anzuzeigen, daß die aktuelle Methode verändert worden ist.

Die Zeit-programmierbaren Einstellungen können im Timetable-Bildschirm modifiziert werden.

Einstellungen des Injektorprogramms werden im Bildschirm Injector Program, der im Bildschirm Autosampler aufgerufen wird, eingegeben.

Spezifizieren einer Methodenbezeichnung (Method Name)

- 1 Wählen Sie die Method-Schaltfläche [F3] im Analysis- oder Samples-Bildschirm an.
- 2 Wählen Sie dann die Save As-Schaltfläche [F8] an.
- 3 Geben Sie die Auswahl-Taste (Pfeil nach oben) ein, um zum Buchstabeneingabe-Modus (Letter Input Mode) zu kommen.
- 4 Wählen Sie den erforderlichen Buchstaben oder die Zahl im Method Name Entry-Feld mit Hilfe der Auswahltasten aus. Das Minuszeichen (-) und Zahlen können direkt eingegeben werden.

HINWEIS

Alphanumerische Zeichen können auch durch mehrmaliges Drücken der Tasten 1 bis 9 eingegeben werden (z.B. 1 A B C, 2 D E F, 3 G H I,...). Siehe auch Abbildung 4.

- 5 Gehen Sie mit dem Cursor zur nächsten Eingabeposition, indem Sie die rechte Richtungstaste einsetzen, und wiederholen Sie Schritt 4.
- 6 Wiederholen Sie Schritt 4 und 5, bis Sie Ihre Methodenbezeichnung eingegeben haben.
- 7 Geben Sie dann die Done-Schaltfläche [F6] ein, um den Methodennamen zu übernehmen.

HINWEIS

Die Pfeil-nach-links-Taste kann für einen Schritt zurück eingesetzt werden, die Pfeil-nach-rechts-Taste wird verwendet, um zur Position des nächsten Zeichens zu kommen.

Schützen einer Methode

So schützen Sie die aktuelle Methode:

- 1 Wählen Sie die Method-Schaltfläche [F3] im Analysis-Bildschirm an.
- 2 Wählen Sie aus dem Menü Module aus.
- 3 Wählen Sie dann die Save As-Schaltfläche [F8] an.
- 4 Und danach das Protected-Kontrollkästchen.
- 5 Nun geben Sie die Done-Schaltfläche [F6] ein.

Die Methode ist jetzt gegenüber unbeabsichtigten Änderungen geschützt. Jede Änderung der Methode ist solange unmöglich, bis der Schutz zurückgenommen wird, indem die Methode ohne Schutz gespeichert wird. Als weiteren Schutz kann man das Steuermodul vom Gerät trennen und an einem sicheren Platz aufbewahren.

Im System-Logbuch kann man alle unauthorisierten Änderungen der Methode oder des Gerätes verfolgen.

Abspeichern einer Methode

Obwohl es so aussieht, als ob die Methoden im Steuermodul gespeichert sind, sind sie in Wirklichkeit in den Modulen selbst gespeichert. Das

Steuermodul erstellt eine Liste aller verfügbaren Methoden, die geladen werden können.

Die Anzahl der Methoden, die gespeichert werden können, hängt von der Anzahl der Zeittabellen und der Zeilen der Injektorprogramme ab. Im Allgemeinen können ungefähr 15 Methoden gespeichert werden, die jeweils ungefähr 50 Zeittabellen-Zeilen pro Modul enthalten. Bei unterschiedlichen Methodeninhalten kann die mögliche Zahl der zu speichernden Methoden beträchtlich schwanken.

Setzen Sie PC Cards ein, um eine unbegrenzte Anzahl von Methoden für zukünftige Anwendungen oder für den Austausch zwischen verschiedenen LC Geräten zu speichern (siehe "Transferieren von Methoden zwischen LC Systemen" auf Seite 46).

Zum Abspeichern der aktuellen Methode:

- 1 Wählen Sie die Method-Schaltfläche [F3] im Analysis-Bildschirm an.
- 2 Wählen Sie Save As mit Hilfe der Action-Tasten an.
- 3 Geben Sie einen Namen, wie in "Spezifizieren einer Methodenbezeichnung (Method Name)" auf Seite 42 beschrieben, ein oder fahren Sie einfach mit dem nächsten Schritt fort, wenn die aktuelle Methodenbezeichnung beibehalten werden soll.
- 4 Drücken Sie die Enter-Taste.

HINWEIS

Sie können, wenn erwünscht, weitere Daten eingeben. Aktivieren Sie das Protected-Kontrollkästchen, um die Methode zu schützen. Durch Eingabe einer Anwenderkennung (User ID) können Sie Ihre persönlichen Module schneller identifizieren. Sie können auch einen persönlichen Kommentar eingeben.

- 5 Wählen Sie dann die Done-Schaltfläche [F6] an, um die Methode in den Modulen zu speichern. Wählen Sie Yes an, um die Speicherung zu bestätigen, wenn Sie eine existierende Methode überschreiben.

Die gespeicherte Methode enthält alle aktuellen Einstellungen des LC-Systems und der einzelnen Module. Die Methodeneinstellungen werden in individuellen Modulen gespeichert, z.B. werden alle Pumpen-Einstellungen im Pumpen- und nicht im Steuermodul gespeichert.

Wenn das Steuermodul von einem LC-System getrennt und an ein anderes angeschlossen wird, werden sofort die aktuellen Einstellungen des zweiten

Systems angezeigt. Zur Übertragung von Methoden zwischen LC-Systemen können Sie PC Cards verwenden.

Löschen einer Methode

- 1 Wählen Sie die Method-Schaltfläche [F3] im Analysis-Bildschirm an.
- 2 Wählen Sie aus dem Menü Module an.
- 3 Wählen Sie in der Methodliste eine Methode.
- 4 Geben Sie die Delete-Schaltfläche [F6] ein.
- 5 Suchen Sie nun Selected Method aus dem Pop up-Menü aus. Wenn Sie alle Methoden löschen wollen, dann wählen Sie All Methods aus.
- 6 Drücken Sie die Eingabetaste.
- 7 Wählen Sie dann die Yes-Schaltfläche an, und bestätigen Sie die Löschung durch Eingabe der Enter-Taste.

Austausch von Methoden mit der PC Card

Zum Speichern und wieder Auffinden von Methoden auf einer PC Card können Sie einen komfortablen Bildschirm benutzen, der ein bequemes Kopieren auf und von PC Cards erlaubt.

- 1 Führen Sie die PC Card in das Steuermodul gemäß der Anweisungen in "Einsetzen und Entnehmen der PC Cards" auf Seite 40 ein.

HINWEIS

Methoden von einer neu eingelegten PC Card sind nicht aufrufbar. Starten Sie das Steuermodul erneut über die Restart-Funktion mit Hilfe der M-(Menü)-Taste aus einem der Hauptbildschirme.

- 2 Wählen Sie die Method-Schaltfläche [F3] im Analysis- oder Samples-Bildschirm an.
- 3 Wählen Sie die PC Card-Schaltfläche [F2] an.

HINWEIS

Setzen Sie die Initialize-Schaltfläche [F1] ein, die auf diesem Bildschirm verfügbar ist, um eine vor-formatierte PC Card für den Einsatz mit dem Steuermodul zu initialisieren. Dies muß vor dem ersten Einsatz in dem Steuermodul erfolgen. Denken Sie aber daran, daß dadurch alle Daten auf der PC Card verloren gehen.

- 4 Setzen Sie die Auswahl- und Richtungs-Tasten ein, um innerhalb der Methoden-Listenfelder und von einem zur anderen zu navigieren.
- 5 Setzen Sie die "Copy >>" und "Copy <<"-Schaltflächen [F7, F8] ein, um Methoden von der und zu der PC Card zu kopieren.

Wenn Sie die aktuelle Methode auf eine PC Card speichern wollen, dann müssen Sie die Save As-Funktion (siehe "Abspeichern einer Methode" auf Seite 43) verwenden, um sie zuerst in den Modulen zu speichern. Von dort können Sie sie zu einer PC Card kopieren, wie in diesem Abschnitt beschrieben.

Transferieren von Methoden zwischen LC Systemen

Methoden können zwischen verschiedenen LC-Systemen mit PC Cards übertragen werden.

- 1 Speichern Sie die Methode, die Sie transferieren wollen, auf eine PC Card. Siehe Abschnitt "Austausch von Methoden mit der PC Card" auf Seite 45.
- 2 Entnehmen Sie die PC Card aus dem Steuermodul.
- 3 Setzen Sie die PC Card in das Steuermodul eines anderen LC-Systems ein.

HINWEIS

Wenn dieses System nicht an ein Steuermodul angeschlossen ist, dann verwenden Sie irgendein verfügbares Steuermodul.

- 4 Starten Sie das Steuermodul erneut mit Hilfe der Restart-Funktion über die M-(Menü)-Taste (verfügbar auf den Haupt-Bildschirmen).
- 5 Laden Sie Methode von der PC Card. Siehe Abschnitt "Austausch von Methoden mit der PC Card" auf Seite 45.

Zeitprogrammierung

Zur Zeitprogrammierung ausgewählter Einstellungen während der Analyse können Sie eine Zeittabelle erstellen. Auf dem Bildschirm Timetable (Zeittabelle) können Sie ein Programm mit einem Zeitablauf erstellen, das automatisch die Pumpe, den Detektor, die Säulenthemostatisierung und die externen Kontakte steuert.

In einigen Fällen ändern sich die Einstellungen sofort vom Anfangswert auf den angegebenen Wert, der für einen bestimmten Zeitpunkt in der Zeittabelle festgelegt wurde (z.B. die Wellenlänge). In anderen Fällen (Lösungsmittelzusammensetzung) werden diese Änderungen dynamisch durchgeführt, wobei der gesetzte Wert schrittweise und linear angenähert wird.

HINWEIS

Die Zeittabelle wird Teil der aktuellen Methode, wenn die Methode abgespeichert wird.

Die Zeittabelle erreicht man durch Anwahl der Timetable-Schaltfläche [F2] im Analysis-Bildschirm.

Man kann eine Zeile durch Eingabe der Insert-Schaltfläche [F7] in einer Zeittabelle einfügen. Sie besteht aus dem Folgenden:

- Time (Zeit)
Setzt die Zeitspanne zwischen dem Augenblick der Injektion und der gewünschten Änderung des Parameters.
- Module
Wählt das Modul aus, das den Parameter, den Sie ändern wollen, steuert.
- Setting (Einstellung)
Wählt den Parameter aus, der geändert werden soll.
- Value (Wert)
Gibt den gewünschten Parameterwert ein.

Sie können eine bestehende Zeittabellenzeile bearbeiten, indem Sie die Enter-Taste eingeben. Setzen Sie die Delete-Schaltfläche [F6] ein und treffen Sie eine Auswahl aus dem Pop-up Menü, um entweder nur die ausgewählte Zeile oder die gesamte Zeittabelle zu löschen.

Sie können die Zeilen der Zeittabelle kopieren und einfügen (Paste), indem Sie die entsprechende Auswahl treffen, die im Kontext-Menü (M-Taste) verfügbar ist.

Automatisieren von Analysen

Sie können den Sequence-Bildschirm dazu einsetzen, um automatisierte, unbeaufsichtigte Analysen von der Probenvorbereitung bis zur Injektion aufzubauen. Zum Sequence-Bildschirm gelangt man, indem man die Sequence-Schaltfläche [F4] im Analysis- oder Samples-Bildschirm eingibt.

Über den Sequence-Bildschirm können Sie mehrere Methoden miteinander verbinden. So kann z. B. eine Methode mit einem Injektorprogramm zur Probenvorbereitung mit einer analytischen Methode zur Vermessung mehrerer Proben kombiniert werden. Sie können dann eine zweite Methode laufen lassen, um weitere Proben mit unterschiedlichen analytischen Bedingungen zu bestimmen. In die Sequenzzeile kann man auch eine Verzögerungszeit einsetzen. Wenn z. B. eine zweite Methode geladen wird, wird die angegebene Zeit abgewartet, bevor die Analyse gestartet wird, so daß die Säule unter neuen Bedingungen equilibrieren kann. Alle Sequenz-Events können im Sequence Logbook nachverfolgt werden, das über die Logbook-Schaltfläche [F5] im Sequence-Bildschirm aufgerufen werden kann.

Am Ende einer Sequenz können Sie entweder festlegen, daß eine Methode geladen wird, (um z.B. das LC System zu spülen und so alle Puffersalze zu entfernen, die zu Kristallisation führen könnten, oder um eine Methode zum weichen Herunterfahren einzusetzen) oder daß das LC System mit Hilfe der End Actions-Schaltfläche [F1] ausgeschaltet wird. Wenn beide Optionen angewählt sind, dann wird die Shut-down-Methode geladen, um für den nächsten Anwender verfügbar zu sein. Sie wird jedoch nicht vor dem Ausschalten ausgeführt.

Sie können automatische Rekalibrierungen aufstellen, indem Sie den Calibration Settings-Bildschirm verwenden. Dieser Bildschirm gibt Ihnen die Möglichkeit, Kalibriereinstellungen (Calibration Settings) einer Sequenzzeile hinzuzufügen. Den Calibration Settings-Bildschirm erreicht man, indem man die Calibration-Schaltfläche im Sequence-Bildschirm anwählt.

Sie können eine Rekalibrierung mit einem oder mehreren Standards durchführen und haben dazu die Flexibilität, verschiedene Kalibrier-Intervalle und -Muster auszuwählen. Sie können in einer Sequenzzeile die Rekalibrierfrequenz und die Reihenfolge der Probenfläschchen mit den Analysenstandards definieren, indem Sie die "Alter und Multi"-Einstellungen verwenden. Alter analysiert die Kalibrierprobenfläschchen alternativ. Multi analysiert das oder die Kalibrierprobenfläschchen in geschlossenen Gruppen, entsprechend dem Kalibrier-Intervall.

Eine Sequenzzeile enthält das Folgende:

- **Line Number (Zeilenzahl)**
Startend bei 1 werden die Sequenzzeilen automatisch hochgezählt.
- **Vial Range Information**
Genau wie auf dem Analysis-Bildschirm können Sie hier einen Bereich von Probenfläschchen zusammen mit der Anzahl von Injektionen pro Probenfläschchen vorgeben.
- **Injection Volume**
Obwohl das Injektionsvolumen als Methodenparameter abgespeichert wird, hat eine Sequenz ihren eigenen Wert für das Injektionsvolumen (der die Methoden-Information überspielt). Wenn hier DEF angegeben ist, dann wird das Volumen aus der Methode eingesetzt.
- **Method Name (Methodenbezeichnung)**
Wählt eine Methode, die in den Moduln gespeichert ist, aus dem Listenfeld für die Methoden aus (siehe "Arbeiten mit Methoden" auf Seite 41). Die Methode muß alle relevanten Parameter enthalten, einschließlich der Zeittabelle oder den Einstellungen des Injektor-Programms.

HINWEIS

Im Sequence-Bildschirm können Sie ein Programm von mehreren Methoden erstellen, das in einer bestimmten Reihenfolge ausgeführt werden soll. Eine Bearbeitung (Editing) der Methoden oder ihrer Komponenten (Zeittabellen, Injektor-Programme etc.) ist nicht möglich.

- **Wait Time (Wartezeit)**
Bestimmen Sie eine Wartezeit, die eine Zeitspanne zwischen dem Laden der Methode und ihrer Ausführung vorschreibt. Das ermöglicht eine Stabilisierung von gewissen Modul-Parametern, bevor die nächste Analyse durchgeführt wird.
- **Calibration Settings**
Für jede Sequenzzeile können Sie Kalibriereinstellungen definieren, indem Sie die Calibration-Schaltfläche [F1] eingeben und Edit/Delete aus dem Pop up-Menü auswählen.
Sie können einen Bereich für die Probenfläschchen, Anzahl von Injektionen, Injektionsvolumen, Kalibrier-Methode und eine Wartezeit nach dem Laden der Methode eingeben. Sie können auch spezifische Recalibration-Parameter eingeben, etwa ein Recalibration-Intervall und ein -Muster.

Das Online Information System liefert genaue Informationen über die Recalibration-Optionen.

Grafische Darstellung der Daten

Mit Hilfe des Plot-Bildschirms haben Sie viele Möglichkeiten, eine große Vielfalt von Signalen noch während des Analysenlaufs grafisch darzustellen.

Auswahl von Signalen

Von allen verfügbaren Signalen können bis zu 3 für die grafische Darstellung ausgewählt werden.

- 1** Drücken Sie vom Plot-Bildschirm die Select-Schaltfläche [F6], um das Plot Selection-Menü anzuzeigen.
- 2** Setzen Sie die Richtungs- und Auswahl-Tasten ein, um innerhalb und zwischen den Listenfeldern Available Signals und Selected Signals zu navigieren.
- 3** Tauschen Sie Signale zwischen den Listenfeldern aus, indem Sie auf die Move-Schaltfläche [F8] oder die Enter-Taste drücken.

Rechts neben dem Selected Signals-Listenfeld können Sie die Legende zu den Signalen sehen.

Sie können auch einen Zeitbereich (X-Achse) für den Plot in diesem Bildschirm eingeben.

Die verschiedenen Signale können durch Drücken der Setup-Schaltfläche [F7] aufgestellt werden. Abhängig davon, welches Signal aktiviert ist, können Sie auch einen individuellen Y-Bereich hier eingeben.

- 4** Wenn die Signale und ihre X (Zeit) und Y (Signaleinheit) Bereiche angegeben worden sind, dann drücken Sie auf die Done-Schaltfläche [F6], um zur grafischen Ansicht umzuschalten.

Den Plot-Bildschirm neu skalieren

X-(Zeit)-Achse

Es gibt mehrere Möglichkeiten, die X-(Zeit)-Achse neu zu skalieren:

- Geben Sie eine Zeit in die Plot Selection-Fenster, (verfügbar vom Plot-Bildschirm über die Select-Schaltfläche [F6])
- Führen Sie eine Neuskalierung direkt auf dem Plot-Bildschirm durch, indem Sie die Richtungs-Tasten (nach links/rechts) drücken. Die Taste

Grafische Darstellung der Daten

nach rechts verkürzt den Zeitbereich um einen Faktor von 2. Die Taste nach links vergrößert den Bereich um den selben Faktor. Drücken Sie die Tasten mehrere Male, um den richtigen Zeitrahmen zu finden.

Der Zeitbereich wird am Boden des Plot-Bildschirms angezeigt. Diese Einstellung ist unabhängig vom aktiven Signal.

Y-(Signaleinheit)-Achse

Um die Y-(Signaleinheit)-Achse neu zu skalieren, gibt es verschiedene Möglichkeiten:

- Aus den Plot Selection-Fenstern (verfügbar aus dem Plot-Bildschirm über die Select-Schaltfläche [F6]) wählen Sie ein Signal von einem der Listenfelder und drücken dann auf die Setup-Schaltfläche [F7]. Sie können für jedes Signal getrennt einen Y-Bereich angeben. Diese Einstellung kann auch für Signale gemacht werden, die nicht Teil des Selected Signals-Listenfeldes sind. Eine Neuskalierung (Rescaling) direkt vom Plot-Bildschirm hat Vorrang vor diesen Einstellungen.
- Setzen Sie die Rescale-Schaltfläche [F7] im Plot-Bildschirm ein, um die Y-Achse entsprechend dem Minimum- und Maximum-Signal innerhalb des eingestellten Zeitbereichs zu optimieren. Der Einsatz dieser Funktion bringt die beste Signalanzeige. Sie bezieht sich nur auf das aktive Signal, das oben auf dem Bildschirm angegeben ist.
- Setzen Sie die Auswahltasten ein, um die Skalierung der Y-Achse um einen Faktor von 2 beziehungsweise von 1/2 zu ändern.

HINWEIS

Nach Eingabe der M-(Menü)-Taste und Anwahl von Maximize können Sie das Diagramm bis zur vollen Anzeigegröße erweitern. Drücken Sie auf die Restore-Schaltfläche [F6], um zur regulären Ansicht zurückzukehren.

Signale hin- und herschalten

Sie können bis zu drei verschiedene Signale von verschiedenen Modulen in Echtzeit (wird jede Sekunde aktualisiert) auf dem Plot-Bildschirm anzeigen lassen. Obwohl alle 3 Signale auf der Anzeige erscheinen, bezieht sich die Rescal-Schaltfläche [F7] nur auf das aktive Signal. Das aktive Signal wird im Titel des Plot-Bildschirms angezeigt und kann durch Eingabe der Tasten 1, 2 oder 3 auf dem numerischen Tastenfeld hin- und hergeschaltet werden.

Darstellung exakter Signalwerte

Die Eingabe der Cursor-Schaltfläche [F8] im Plot-Bildschirm zeigt die X- und Y-Werte der aktuellen Cursor-Position für das aktive Signal an. In diesem Modus skaliert der Einsatz der Auswahl-Tasten die Y -Achse neu. Mit Hilfe der Richtungstasten nach links/rechts können Sie den Cursor längs der Grafik in der X-Richtung verschieben, um die gewünschte Position zu finden.

Eine Grafik ausdrucken

Wenn ein Drucker an Ihrem System angeschlossen ist, dann können Sie die Inhalte des Plot-Bildschirms ausdrucken, indem Sie zuerst die M-(Menü)-Taste drücken und dann Print Plot auswählen Das geht auch bei der maximierten Ansicht.

Logbücher

Das Steuermodul verfolgt alle Arten von System-Parameteränderungen, Fehlermeldungen und Wartungsdaten. Sie können diese Logbücher einsehen, indem Sie auf die Records-Schaltfläche [F4] im System-Bildschirm drücken. Die Information auf diesem Bildschirm schließt auch die Produkt- und Serien-Nr. des Moduls, die Versions-Nr. der Firmware und die Betriebszeit vom Einschalten bis zum jetzigen Zeitpunkt ein. Zusätzlich zeigt ein EMF (Wartungshinweise = Early Maintenance Feedback) Indikator an, wann eine Wartung erforderlich ist.

HINWEIS

Sie können die individuellen Module identifizieren, indem Sie sie im Records-Bildschirm aktivieren und auf die Identify-Schaltfläche [F8] drücken. Dann blinkt mehrere Sekunden lang die LED des Moduls.

Logbucheinstellungen können eingegeben werden, indem man die M-(Menü)-Taste im System-Bildschirm eingibt und die Setup Logbook-Option auswählt. In dem darauf erscheinenden Logbook Settings-Menü können Sie auswählen, welche Events in den Logbüchern angezeigt werden sollen.

Wählen Sie ein Modul aus dem Listenfeld und drücken Sie auf eine der Schaltflächen [F1-F4], entsprechend dem Logbuch, das Sie öffnen wollen.

Wartungs-(Maintenance)-Logbuch

Auf dem Bildschirm sehen Sie die zuletzt ausgeführte Wartungsarbeit, zusammen mit dem Datum und der Uhrzeit. Setzen Sie die Add-Schaltfläche [F7] ein, um die Wartungsarbeit aufzunehmen und das Logbuch zu aktualisieren. Die Inhalte dieses Logbuchs werden in den betreffenden Modulen permanent gespeichert. Wenn die Speicherkapazität erschöpft ist, dann ersetzt der neueste Eintrag den ältesten.

Fehler-(Error)-Logbuch

Dieses Logbuch zeigt die neuesten Fehlermeldungen mit Datum und Uhrzeit an. Es wird automatisch aktualisiert, wenn vom betreffenden Modul eine Fehlermeldung erstellt wird. Dieses Logbuch wird dauerhaft im Modul gespeichert. Wenn die Speicherkapazität erschöpft ist, dann ersetzt der neueste Eintrag den ältesten.

System-Logbuch

Hier werden alle relevanten System- oder Event-Meldungen gespeichert, bis das Modul neu gestartet oder ausgeschaltet wird.

EMF (Früher Wartungs-Feedback = Early Maintenance Feedback)

Auf dem Records-Bildschirm zeigt der EMF-Indikator an, wenn eine reguläre Wartung erforderlich ist. Die EMF-Grenzwerte können verändert werden, indem man auf die EMF-Schaltfläche [F1] im Records-Bildschirm drückt und Setup Limits anwählt. Für das aktivierte Modul können Sie in ein Fenster eingeben, wie die Wartungsintervalle gesetzt werden sollen. Im Online Information System können Sie sich Ratschläge über das richtige Einstellen der EMF Limits holen.

Sie können sich auch die EMF-Events anzeigen lassen, wenn Sie die Show Events-Option anwählen. Dieses Fenster zeigt alle EMF-Einstellungen für die Module, die bis dahin eingesetzt worden sind. Dieses Fenster wird nur beim Starten aktualisiert.

EMF Grenzwerte (Early Maintenance Feedback, Wartungshinweise)

Druck-(Printing)-Bildschirme

Sie können einen Drucker mit einer RS-232-Schnittstelle an jedes Modul mit Hilfe des richtigen Kabels anschließen.

HINWEIS

Es gibt auch einen Converter vom seriellen (RS-232) zum parallelen (Centronics) Anschluß, der bei Agilent Technologies, Teile-Nr. 5181-1529, erhältlich ist.

Sie können den Drucker konfigurieren, indem Sie auf die Configure-Schaltfläche [F2] im System-Bildschirm drücken und dann das LC System anwählen. In dem nun erscheinenden Config-Bildschirm drücken Sie auf die Printer-Schaltfläche [F1], um den entsprechenden Dialog zu eröffnen. In diesem Dialog können Sie das Druckermodell und das Modul auswählen, an dem er angeschlossen ist. Definieren Sie ein Seitenlayout (Page Layout) (einschließlich der Papiergröße, einem Banner-Text und den Rändern), indem Sie die Page-Schaltfläche [F8] einsetzen. Verwenden Sie die Serial-Schaltfläche [F7], um die Einstellungen für den RS-232-Anschluß einzugeben, wie etwa Baudrate, Bits und Parity. Diese Einstellung kann individuell für jedes Modul in den entsprechenden Configuration Settings gemacht werden (siehe "Anschluß externer Geräte" auf Seite 58).

Wenn das Setup vollständig ist, dann können Sie eine Testseite mit Hilfe der entsprechenden Schaltfläche ausdrucken lassen.

HINWEIS

In vielen Fällen wird eine Druckfunktion über das Kontext -Menü angeboten, zu dem man mit Hilfe der M-(Menü)-Taste kommt, z.B. vom Vial Range-Eingabefeld im Analysis-Bildschirm, vom Samples-Bildschirm und vom Online Information System.

Print Plot

Vom Plot-Bildschirm aus können Sie eine Kopie des Bildschirms erstellen, indem Sie die M-(Menü)-Taste einsetzen und dann Print Plot aus dem Kontext-Menü anwählen. Der Ausdruck enthält auch eine Legende und Datum und Uhrzeit.

Druck-(Print)-Logbücher

Setzen Sie die M-(Menü)-Taste ein, um das Kontext-Menü im System-Bildschirm anzuzeigen. Damit können Sie die Print Logbook-Funktion auswählen. In dem nun erscheinenden Dialog können Sie auch den Drucker konfigurieren, indem Sie die Setup-Schaltfläche [F8] einsetzen. Die Spooler-Schaltfläche [F7] gibt Ihnen die Möglichkeit, Druckaufträge zu löschen, wenn mehrere Aufträge in der Warteschleife sind. Außerdem können Sie die Kopienanzahl bestimmen, die ausgedruckt werden sollen.

Im Records-Bildschirm können Sie die Print-Schaltfläche [F6] anwählen, um einen Configuration Report zu erstellen, einschließlich der Produkt-Nr. des Moduls, der Serien-Nr., der Versions-Nr. der Firmware und der Betriebszeit. Diese Schaltfläche ist auch aus den System Log-, Error Log-, Main Log- und EMF-Fenstern erreichbar.

Ausdrucken (Print) einer Methode

Die Werte der aktuellen Methode können mit Hilfe der Print -Schaltfläche [F6] auf dem Method -Bildschirm ausgeschrieben werden. Dazu erscheint der oben beschriebene Print-Dialog. Dabei werden alle Einstellungen der Methode ausgeschrieben, mit Ausnahme der Vial Range Information.

Ausdrucken der Zeittabelle (Print Timetable)

Durch Drücken der M-(Menü)-Taste im Timetable-Bildschirm können Sie die Anweisung Print Timetable auswählen. Das führt zum regulären Print-Dialog.

Druck-Sequenz (Print Sequence)

Gehen Sie zum Sequence-Bildschirm und drücken Sie die M-(Menü)-Taste, worauf die Print Sequence-Option erscheint.

Ausdrucken des Injektor-Programms (Print Injector Program)

Drücken Sie im Autosampler Settings-Bildschirm die Inj. Program-Schaltfläche [F3], um zum Program-Bildschirm zu gelangen. Über die M-(Menü)-Taste haben Sie die Option, das Programm auszudrucken.

Anschluß externer Geräte

Es gibt verschiedene Arten von Schnittstellen, die es den Agilent 1100 Serie-Modulen ermöglichen, mit anderen Ausgabegeräten zu kommunizieren. Für einige von ihnen muß zusätzliche Hardware installiert werden.

Die Konfiguration ausgewählter Interface-Parameter ist möglich mit Hilfe der Interface-Schaltfläche [F1], die man nach Eingabe der Configure-Schaltfläche [F2] im System-Bildschirm erreicht. Dies wird individuell für jedes Modul behandelt, da einige Schnittstellen nur von gewissen Modulen verfügbar sind (abhängig von der Installation).

Weitere Informationen über Schnittstellen finden Sie in den entsprechenden Abschnitten der Referenz-Handbücher der einzelnen Module.

APG Remote

Über einen 9-Pin APG Remote-Stecker (der allen Modulen beiliegt) kann das System mit externen Geräten kommunizieren, um die Analysen zu synchronisieren. Das ist notwendig, wenn ein externes Gerät Zeit braucht, um für eine neue Analyse bereit zu sein. Deshalb ist die Übermittlung einer Startaufforderung erforderlich (siehe auch "Synchronisieren der Analysen mit externen Geräten" auf Seite 164, wo Sie Details über Sequenz-Modi finden). Detaillierte Beschreibungen über APG Remote-Stecker finden Sie in den entsprechenden Abschnitten der Referenz-Handbücher der einzelnen Module.

Zu den verfügbaren Signalen gehören:

Strom einschalten (Power On)

Dieses Signal ist zu dem Zeitpunkt aktiv, wenn alle Module, die mit dem System verbunden sind, eingeschaltet sind.

Herunterfahren (Shut Down)

Wenn das System ein ernsthaftes Problem hat (z.B. wenn eine Leckage auftritt), dann werden alle Module aufgefordert, die entsprechende Operation zu beenden, um die Sicherheitsrisiken zu vermindern.

Anschluß externer Geräte

Stop

Dieses Signal fordert, daß alle Module ihren Ready-Zustand so schnell wie möglich erreichen. Das geschieht nur während eines Analysenlaufs (gesteuert durch die Festsetzung der Stoptime) und bewirkt, daß das System damit anfängt, die Postrun Time herunterzuzählen.

Ready

Wenn dann alle Agilent 1100 Serie Module für die nächste Analyse bereit sind, dann geht das Signal auf On. Andere Module oder externe Geräte können nun reagieren (z.B. indem sie eine Startanforderung herausgeben).

Vorbereiten (Prepare)

Dies bewirkt, daß die Module bereit werden für die nächste Analyse (d.h. der Detektor führt z.B. eine Balance durch).

Startanforderung (Start Request)

Dieses Signal bewirkt, daß die Module bereit werden für die nächste Analyse (z.B. beginnt der Autosampler mit dem Injektionszyklus). Sobald alle Bedingungen für den Start einer Analyse (die Injektionsnadel befindet sich in ihrem Sitz und das Ventil ist in der richtigen Position) erfüllt sind, wird ein Startsignal ausgesandt, um die anderen Module zu informieren, daß jetzt der Analysenlauf gestartet wird.

Start

Im Standard-Modus erstellt nur der Autosampler dieses Signal. Dadurch wird ein Befehl ausgesandt, Laufzeit-gesteuerte Aktivitäten in allen Modulen, die mit dem APG Remote Bus verbunden sind, zu starten. Von diesem Augenblick an (dem Moment der Injektion) wird die Laufzeit hochgezählt.

GPIB

Mit dem GPIB Interface (in allen Modulen eingeschlossen) kann Ihr System mit einem Personal Computer, der als Agilent ChemStation konfiguriert ist, kommunizieren. Verbinden Sie alle Module mit CAN-Kabeln und verwenden Sie eines von ihnen, um die Agilent ChemStation via GPIB-Kabel anzuschließen. Siehe "Gemeinsame Durchführung (Koexekution) mit der Agilent ChemStation" auf Seite 68, wo Sie weitere Details darüber finden, wie Sie ein System unter Einsatz eines GPIB Interface betreiben können.

Serial / RS-232

Verwenden Sie ein Standard RS-232-Kabel, um einen Drucker an die serielle Schnittstelle (in allen Modulen vorhanden) anzuschließen. Die Kommunikation zwischen den Modulen wird durch CAN-Kabel ermöglicht. Wählen Sie ein Modul aus, um den Drucker daran anzuschließen.

MIO

Diese Schnittstelle gibt den Modulen der Agilent 1100 Serie die Möglichkeit, mit PCs, die als Agilent ChemStations konfiguriert sind, über ein lokales Netzwerk (LAN) zu kommunizieren. Sie können auch das MIO-Interface einsetzen, wenn das entsprechende Extension Board in einem der Module installiert und Ihr System in ein LAN integriert ist.

BCD

Wenn das entsprechende Extension Board Teil Ihres Systems ist, können Sie diesen Ausgang verwenden, um externe Geräte über die Nummer des gerade bearbeiteten Probefläschchens zu informieren.

Externe Kontakte

Mit einem optionalen External Contacts Board haben Sie verschiedene Möglichkeiten, die LC-Aktivitäten mit externen Geräten zu synchronisieren.

Firmware

HINWEIS

Wenn Sie die Firmware mit Hilfe einer PC Card aktualisieren, dann stellen Sie sicher, daß das GPIB-Kabel aus dem System herausgezogen ist, und daß nur ein Modul eingeschaltet ist (dasjenige, bei dem die Firmware aktualisiert werden soll).

Die Aktualisierungen der Firmware können mit Hilfe eines Steuermoduls und einer PC Card durchgeführt werden. Die Firmware wird von einer PC Card entweder in das Steuermodul selbst oder in die Module des Systems geladen. Sie können die Firmware auch über einen Personal Computer, der als Agilent ChemStation konfiguriert und über das GPIB-Kabel oder den LAN-Anschluß verbunden ist, aktualisieren. Alle Agilent 1100 LC Module können über einen Personal Computer und dem G1323B Steuermodul aktualisiert werden.

HINWEIS

Das G1323A Steuermodul kann nicht mit Hilfe eines Personal Computers aktualisiert werden.

Aktualisierung der Firmware im Steuermodul

- 1** Fahren Sie die Agilent ChemStation herunter und lösen Sie das GPIB-Kabel vom System.
- 2** Schalten Sie alle Module aus.
- 3** Stecken Sie die PC Card in das Steuermodul wie in Abbildung 14 auf Seite 40 beschrieben.
- 4** Schalten Sie das Gerät ein, an dem das Steuermodul eingesteckt ist.
- 5** Geben Sie im System-Bildschirm Records ein.
- 6** Wählen Sie die Steuerung (Controller) aus der Liste. Wenn die Versions-Nr. auf der Anzeige kleiner ist als die aktuelle Nr. dann starten Sie die Aktualisierung durch Drücken auf FW Update.
- 7** Wählen Sie die Datei mit der letzten Firmware Version. Für die LC Module lauten die File Names 1323A###.BIN, wobei ### die Firmware Version-Nr. ist. Für das G1323B Steuermodul lautet der Datei-Name LCB###*.BIN, wobei ** der Sprachcode ist, zum Beispiel EN für Englisch. Nach Auswahl der Datei drücken Sie auf Enter. Dann drücken Sie auf die Execute-Schaltfläche [F8] und bestätigen mit Yes, um das Update durchzuführen.

Das Steuermodul startet erneut und kopiert die neue Firmware in seinen Speicher. Das Laden der Firmware wird durch eine Serie von Punkten angezeigt, die auf dem Bildschirm erscheinen. Nach dem Rebooten erscheint wieder der reguläre (Analysis) Bildschirm.

In einigen Fällen muß der Anzeige-Kontrast nachgestellt werden (siehe "Einstellen des Bildschirmkontrasts" auf Seite 37).

Die richtige Installation der Firmware kann im System/Records-Bildschirm validiert werden. Die G1323A/B-Zeile sollte die neue Versions-Nr. zeigen.

HINWEIS

Lösen Sie nicht das Kabel oder den Stromkreislauf vom Modul, während die Firmware-Aktualisierung durchgeführt wird.

Aktualisierung der Firmware bei den LC Modulen

Innerhalb des LC Moduls gibt es zwei Firmware-Teile, den residenten Teil (das minimale Betriebssystem und den Boot-Lader) und den Betriebs-Teil. Die Transfer-Schaltfläche [F7] schaltet das Modul von dem Betriebs-Firmware- zum Resident-Firmware-Modus. Das ist in den meisten Fällen der erste Schritt beim Aktualisieren der Firmware. Nachdem die Firmware geladen ist, wird die Transfer-Anweisung benötigt, das Modul vom Resident-Firmware- zum Betriebs-Firmware-Modus zurückzubringen. Die Resident Firmware ist für alle LC Module identisch, während die Operation Firmware für jedes Modul verschieden ist.

HINWEIS

Ein Firmware-Update kann nur durchgeführt werden, wenn das Gerät im residenten Modus arbeitet.

Die Aktualisierung der Resident-Firmware kann nur im normalen (Operation) Modus erfolgen.

Aktualisierung der Firmware für LC Module über einen PC

HINWEIS

Die LC Module können auch über die Einrichtung "Aktualisierung der Firmware" (Firmware Upgrade Utility), die mit der Agilent ChemStation ausgeliefert wird, aktualisiert werden.

Aktualisieren der Funktionen für Agilent 1100 Serie Module

Select File (Datei wählen)

Hiermit können Sie eine Datei aus der PC Card für das Modul-Update wählen. Normalerweise werden binäre Dateien benötigt:

.BIN für das Steuermodul (siehe "Aktualisierung der Firmware im Steuermodul" auf Seite 62),

.DLB für den Betrieb des Moduls und des residenten Systems.

Transfer (Übertragen)

Die Schaltfläche Transfer (Übertragen) schaltet das Modul vom Betriebs-Firmware- zum Resident-Firmware- Modus. Dies ist der erste Schritt des Firmware-Updates. Der residente Modus wird durch das gelbe Blinken des LEDs des Moduls angezeigt. Nachdem die Firmware geladen ist, wird die Transfer-Anweisung benötigt, das Modul vom Resident-Firmware- zum Betriebs-Firmware-Modus zurückzubringen.

Execute (Ausführen)

Beginnt das Update der Firmware. Auf dem Bildschirm wird ein Fortschrittsbalken angezeigt. Wenn erfolgreich aktualisiert worden ist, wird die Meldung "Status: Complete" angezeigt.

HINWEIS

Das Aktualisieren der Firmware der LC-Module setzt alle EMF Zähler zurück und löscht die zur Zeit gespeicherten Methoden.

Das Aktualisieren der Firmware des Steuermoduls setzt weder die EMF-Zähler zurück noch beeinflusst es die in den Modulen gespeicherten Methoden.

Vorbereiten der Aktualisierung der Firmware

- 1 Isolieren Sie das Modul, das ein Update erhalten soll, durch Ausschalten aller anderen Module oder Trennen aller CAN-Verbindungen. Entfernen Sie das GPIB-Kabel von der Rückseite des Moduls.
- 2 Schieben Sie die PC Card (wie in "Einsetzen und Entnehmen der PC Cards" auf Seite 40 beschrieben) in das Steuermodul und verbinden Sie das Steuermodul wieder mit dem ausgewählten Modul, um es erneut zu starten.

Schalten der Firmware-Modi

- 1 Bereiten Sie das System so vor, wie es in "Vorbereiten der Aktualisierung der Firmware" auf Seite 64 beschrieben ist.
- 2 Drücken Sie auf System — Records und wählen Sie das Modul aus, das Sie aktualisieren wollen.
- 3 Drücken Sie auf FW Update (Aktualisierung der Firmware).

- 4 Drücken Sie auf die Transfer-Schaltfläche [F7] (und bestätigen Sie mit OK), um das ausgewählte Modul in den entsprechenden Firmware-Modus zu bringen.

HINWEIS

Der residente Firmware-Modus wird durch eine gelb blinkende LED auf dem Modul angezeigt.

Nach jedem Transfer wird das Steuermodul neu gebootet. Wenn der Resident-Modus aktiv ist, dann wird das Modul als “unknown” registriert. Der Analysis-Bildschirm zeigt **Resident oder Unsupported Module** an.

Auf dem System — Records-Bildschirm können Sie die Firmware Versions-Nr. des individuellen Moduls ablesen. In dem normalen Operation-Modus sehen Sie dagegen die Operation Firmware Version. Im Resident-Modus sehen Sie die Resident Firmware Versions-Nr..

Aktualisierung der Resident Firmware

Die Resident-Firmware kann nur im normalen Operation-Modus aktualisiert werden. Verwenden Sie die Transfer-Schaltfläche [F7], wie in “Schalten der Firmware-Modi” auf Seite 64 beschrieben, um die Versions-Nr. zu überprüfen. Denken Sie jedoch daran, danach zum normalen Modus zurückzuschalten, wenn eine Aktualisierung notwendig ist.

- 1 Bereiten Sie das System so vor, wie in “Vorbereiten der Aktualisierung der Firmware” auf Seite 64 beschrieben.
- 2 Drücken Sie auf System — Records und wählen Sie das Modul aus, das Sie aktualisieren wollen.
- 3 Drücken Sie auf FW Update (Aktualisierung der Firmware).
- 4 Wählen Sie die Datei für das Update (RESXXX.DLB), drücken Sie dann auf die Execute-Schaltfläche [F8] und bestätigen Sie mit Yes.

Auf dem Bildschirm können Sie den Status des Update-Vorgangs verfolgen.

- 5 Wenn die Status-Leiste 100% erreicht hat, drücken Sie auf die Esc-Taste.

Dadurch ist die Aktualisierung der Resident-Firmware für das betreffende Modul beendet.

Aktualisierung der Operation-Firmware

- 1** Bereiten Sie das System so vor, wie in “Vorbereiten der Aktualisierung der Firmware” auf Seite 64 beschrieben.
- 2** Schalten Sie das Modul, das Sie aktualisieren wollen, in den Resident-Modus, wie in “Schalten der Firmware-Modi” auf Seite 64 beschrieben. Überprüfen Sie auch, ob eine Resident-Firmware Aktualisierung nötig ist.
- 3** Drücken Sie auf System — Records und wählen Sie das Modul aus, das Sie aktualisieren wollen.
- 4** Drücken Sie auf die FW Update-Schaltfläche [F5] (Aktualisierung der Firmware).
- 5** Wählen Sie die Firmware-Datei für die Aktualisierung (####-XXX.DLB), drücken Sie dann auf die Execute-Schaltfläche [F8] und bestätigen Sie mit Yes.

HINWEIS

Stellen Sie sicher, daß Sie die Firmware und das Modul richtig ausgewählt haben, und daß sich das Modul im Resident-Modus, wie oben beschrieben, befindet.

“Update started” wird nun auf dem Bildschirm angezeigt. Man sieht den Fortgang der Aktualisierung der Firmware in Form eines wachsenden Balkens und der %-Anzeige. Wenn eine “update failed, wrong address” Fehlermeldung auftritt, dann stellen Sie sicher, daß das Modul sich nicht im Resident-Modus befindet (angezeigt durch die blinkende LED).

- 6** Wenn die Operation Firmware-Aktualisierung beendet ist, können Sie auf die Esc-Taste drücken, um zum Records-Bildschirm zurückzukehren.
- 7** Drücken Sie auf Transfer im Firmware Update-Bildschirm, um zum normalen Operation-Modus zurückzukehren (siehe “Schalten der Firmware-Modi” auf Seite 64).

Das Steuermodul wird neu gebootet, die Statuslampe beendet das Blinken und der Analysis-Bildschirm zeigt sein normales Aussehen für dieses Modul.

- 8** Drücke Sie die Tastenkombination System — Records zur Überprüfung, ob die richtige Firmware in das Modul geladen wurde.
- 9** Schließen Sie die CAN-Stecker wieder an bzw. schalten Sie die anderen Module an.

Wenn Sie die Detector-Firmware aktualisieren, dann schließen Sie an den Aktualisierungsvorgang eine Detektor-Wellenlängen-Kalibrierung an.

Aktualisierung der Firmware bei den LC Modulen

Wenn Sie die Autosampler-Firmware aktualisieren, dann führen Sie anschließend eine Injektion aus, um sicherzustellen, daß die Sampler-Zuordnung korrekt ist. Wenn dies nicht der Fall ist, führen Sie eine Sampler-Zuordnung durch.

- 10** Wenn die Firmware von anderen Modulen aktualisiert werden muß, dann wiederholen Sie den Vorgang und starten erneut mit Schritt 1.

Aktualisierung der Boot Loader Firmware

Die Boot Loader Firmware (Dateiname BOOT_XXX.DLB) wird auf die selbe Art aktualisiert wie die Resident Firmware (siehe "Aktualisierung der Resident Firmware" auf Seite 65).

Gemeinsame Durchführung (Koexekution) mit der Agilent ChemStation

Merkmale

- Beide Benutzerschnittstellen, das Steuermodul und die Agilent ChemStation, können an ein Agilent 1100 Serie System gleichzeitig angeschlossen sein.
- Die Parametereingabe kann von beiden Benutzerschnittstellen aus erfolgen. Innerhalb weniger Augenblicke werden die Parameter auf der anderen Benutzerschnittstelle aktualisiert.
- Eine Agilent ChemStation Sequenz kann vom Steuermodul beendet oder abgebrochen werden und umgekehrt.
- Die Agilent ChemStation kann Datendateien von einer Steuermodul-Methode oder -Sequenz erstellen. In diesem Falle müssen die Pre-fix- und File Name-Zähler im Single Sample Info-Abschnitt der Agilent ChemStation eingeschaltet sein (nur Protocol-Modus).
- Wenn das Steuermodul eine Analyse startet, dann ist die Agilent ChemStation das Slave/Monitor-System.

Im Allgemeinen ist es jedoch nicht empfehlenswert, sowohl die Agilent ChemStation als auch das Steuermodul zur selben Zeit laufen zu lassen. Da die Agilent ChemStation eine größere Vielfalt von Steuermöglichkeiten für das LC Series-System anbietet und die Handhabung viel bequemer ist, sollte sie gegenüber dem Steuermodul vorgezogen werden. Da Probleme bei der Diagnose und der Verifikation in manchen Konfigurationen auftreten können, gelten die folgenden Restriktionen:

Restriktionen

- Wenn ein Parameter-Fenster für die Eingabe von Parametern auf der Agilent ChemStation geöffnet ist, dann ist dieses spezielle Eingabefeld auf dem Steuermodul deaktiviert.
- Wenn eine Analyse mit dem Steuermodul läuft, dann sollte die Agilent ChemStation nicht eingeschaltet oder neu gebootet werden.
- Wenn die Agilent ChemStation eine Analyse startet, dann ist das

Steuermodul das Slave/Monitor-System.

- Parameteränderungen bei einer Methode werden auf der anderen Benutzerschnittstelle als Modifikation identifiziert.
- Das Steuermodul und die Agilent ChemStation verfügen über ein unterschiedliches Methoden-Handling (eine Agilent ChemStation-Methode kann mehr Informationen enthalten als eine Methode auf dem Steuermodul, z.B. zusätzliche DAD-Parameter, die nur für die Agilent ChemStation verfügbar sind). Damit eine Methode auf beiden Steuersystemen zur Verfügung steht, führen Sie folgende Schritte aus:

Wenn sich die Methode auf der Agilent ChemStation befindet und auf dem Steuermodul oder einer PC Card gespeichert werden soll, dann laden Sie die Methode auf der Agilent ChemStation und speichern Sie sie dann auf dem Steuermodul (oder PC Card) mit Method — Save As.

Wenn sich die Methode auf dem Steuermodul oder einer PC Card befindet und auf der Agilent ChemStation gespeichert werden soll, dann laden Sie zuerst die Methode DEF_LC.M auf der Agilent ChemStation (um keine zusätzlichen Parameter in der Methode zu haben) und laden Sie dann die gewünschte Methode auf das Steuermodul. Dann speichern Sie die Methode auf der Agilent ChemStation unter derselben Bezeichnung ab.

WARNUNG

Eine Methode, die auf dem Steuermodul als geschützte Methode vorhanden ist, kann über die Agilent ChemStation modifiziert und dann auf dem Steuermodul ohne Warnmeldung abgespeichert werden.

Arbeiten mit dem Steuermodul

Gemeinsame Durchführung (Koexekution) mit der Agilent ChemStation

Teil 2

- 3 Arbeiten mit der Pumpe 73
- 4 Arbeiten mit dem Degasser 87
- 5 Arbeiten mit dem Autosampler 91
- 6 Arbeiten mit dem manuellen Injektionsventil (Manual Injection Valve) 101
- 6 Arbeiten mit dem manuellen Injektionsventil (Manual Injection Valve) 101
- 7 Arbeiten mit den Detektoren 109
- 8 Einsatz des Säulenthmostats (Column Compartment) 121

Einsatz der Module der Serie Agilent 1100

Arbeiten mit der Pumpe

Detaillierte Betriebshinweise zum Pumpensystem der
Serie Agilent 1100

Ein- und Ausschalten der Pumpe

Zum Ein- und Ausschalten der Pumpe können Sie die On/Off-Schaltfläche [F7] im Analysis- oder System-Bildschirm einsetzen:

- 1** Rufen Sie den Analysenbildschirm auf.
- 2** Drücken Sie auf die On/Off-Schaltfläche [F7].
- 3** Drücken Sie auf die Pump-Schaltfläche [F8].
- 4** Wählen Sie die gewünschten Funktionen entweder mit Hilfe der Action-Schaltflächen [F6-F8] oder durch Eingabe der On/Off-Schaltflächen im Pop-up-Fenster an. Löschen Sie die Markierung bei “to Standby mode only”, wenn Sie die Pumpe ein- oder ausschalten wollen, ohne über den Standby-Modus zu gehen.

Diese Funktion können Sie auch über die Settings-Schaltfläche [F1] erreichen, die im Analysis-Bildschirm verfügbar ist, oder mit der Control-Schaltfläche [F1] aus dem System-Bildschirm.

Eingabe der Einstellungen (Settings)

Alle Einstellungen der Pumpe können im Bildschirm Pump Settings (Pumpeneinstellungen) eingegeben werden. Sie können diesen Bildschirm erreichen, indem Sie die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm anwählen und dann die Pumpe auswählen. Häufig benötigte Einstellungen, wie die Flußrate oder die Lösungsmittelzusammensetzung können auf dem Analysenbildschirm direkt eingegeben werden. Die dort angezeigten Auswahlmöglichkeiten hängen davon ab, wie viele andere Module installiert sind.

Spülen der Pumpe

Durch Öffnen des Spülventils können Sie den Lösungsmittelstrom von der Pumpe zum Ausgangsventil umkehren, so daß er nicht mehr durch das Injektionsventil und die Säule geht. Durch diesen Spülvorgang werden Gas- und Lösungsmittelreste aus dem Pumpsystem ausgewaschen.

Durchführung des Spülens

- 1** Stellen Sie sicher, daß das Spülventil mit einer Ableitung in eine Abfallflasche versehen ist.
- 2** Öffnen Sie das Spülventil.
- 3** Rufen Sie den Analysis-Bildschirm auf.
- 4** Stellen Sie die Spülflußrate (Purge Flow Rate) im regulären Flußraten-Abschnitt des Analysis-Bildschirms ein, zum Beispiel, 5 mL/Min.

HINWEIS

Wenn eine Flußrate von von mehr als 5 mL/Min auf einer quaternären Pumpe eingesetzt wird, dann muß man die obere Druckgrenze auf 200 Bar einstellen. (Vom Analysis-Bildschirm aus drücken Sie auf die Settings-Schaltfläche [F1], wählen Sie dann Pump aus der Liste und drücken Sie auf die Enter-Taste. Danach wählen Sie More...)

- 5** Stellen Sie den ersten Kanal, der gespült werden soll, auf 100%. Es ist empfehlenswert, zuerst mit dem org. Lösungsmittel-Kanal zu beginnen. Der Channel A wird automatisch auf 100% gesetzt, wenn alle anderen Kanäle auf OFF gestellt werden.
- 6** Stellen Sie die Pumpe mit Hilfe der On/Off-Schaltfläche [F7] im Analysis-Bildschirm ein.
- 7** Warten Sie, bis ein ununterbrochener Lösungsmittelstrom aus dem Auslaß am Spülventil austritt.
- 8** Stellen Sie die Pumpe aus, indem Sie die On/Off-Schaltfläche [F7] im Analysis-Bildschirm eingeben und dann das Spülventil (Purge Valve) schließen.
- 9** Wiederholen Sie diesen Vorgang mit jedem Kanal, den Sie spülen möchten.

HINWEIS

Die Kanäle eines Pumpensystems sind mit A, B, C und D bezeichnet (abhängig vom Pumpentyp). Der Wert %A wird mit der Formel $100\% - (\%B + \%C + \%D)$ errechnet. Wenn keine Werte für %B, %C und %D eingegeben werden, ist %A immer 100%. Zum Spülen der Pumpe müssen Sie die Schritte 5 bis 8 individuell für jeden Kanal durchführen, wobei die Zusammensetzung auf 100% für den zu reinigenden Kanal eingestellt werden muß.

Einstellen der Kompressibilität

Lösungsmittel für die Flüssigchromatographie sind unter Druck kompressibel. Diese Kompressibilität führt bei unterschiedlichem Druck zu unterschiedlichen Flußraten. Zur Kompensation dieses Effektes können Sie die Kompressibilität so einstellen, daß unabhängig vom Druck eine exakte Flußrate eingehalten wird. Die Einstellung der Kompressibilität kann mit Hilfe der Pump Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm vorgenommen werden.

Tabelle 1 listet die Kompressibilitätswerte für übliche, in der LC verwendete Lösungsmittel auf.

Tabelle 1

Kompressibilitätswerte für verbreitete LC-Lösungsmittel

Lösungsmittel	Kompressibilität (10^{-6} bar)
Aceton	126
Acetonitril	115
Benzol	95
Tetrachlormethan	110
Chloroform	100
Cyclohexan	118
Ethanol	114
Ethylacetat	104
n-Heptan	120
n-Hexan	150
2-Butanol	100
2-Propanol	100
Methanol	120
1-Propanol	100
Toluol	87
Wasser	46

Wenn die Kompressibilität ausgeschaltet ist (Stellung OFF), wird keine Kompensation der Kompressibilität der mobilen Phase vorgenommen.

Für jeden Kompressibilitätswert wird der Kolbenhub (Distanz, über die sich der Kolben bewegt,) und die Kolbengeschwindigkeit so eingestellt, daß die Lösungsmittelkompressibilität kompensiert wird. Wir empfehlen beim Einsatz von Lösungsmittelmischungen, die Kompressibilität des Lösungsmittels zu wählen, das in den größten Mengen in der Mischung vorliegt.

Einstellen des Hubvolumens

Das Hubvolumen ist per Definition das Volumen an mobiler Phase, das von einem Hub des Kolbens 1 verdrängt wird. Sie können das Hubvolumen auf AUTO (automatisch) stellen oder einen Wert zwischen 20 und 100 µl eingeben. Die Einstellung AUTO bewirkt, daß bei großen Flußraten ein großer und bei kleinen Flußraten ein kleiner Kolbenhub verwendet wird. Damit wird die Durchmischung und die Linearität der Gradienten verbessert, da kleinere Lösungsmittelpakete miteinander vermischt werden.

Das Hubvolumen (Stroke Volume) kann verändert werden, indem man die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm eingibt, dann Pump anwählt und schließlich auf More... drückt.

Die Amplitude von Druckschwankungen ist dem Hubvolumen direkt proportional. Eine Reduzierung des Hubvolumens reduziert die Amplitude der Pulsationen und führt in flußempfindlichen Detektoren zu einem besseren Signal- zu Rauschverhältnis. Höhere Flußraten werden mit einer höheren Pumpfrequenz erreicht, die auch zu einer höheren Pulsationsfrequenz führen. Eine höhere Pumpfrequenz führt auch zu einer besseren Reproduzierbarkeit bei kleinen Flußraten.

Automatisches Herunterfahren (Shut-Down)

Am Ende einer Sequenz können Sie bestimmen, daß die Pumpe automatisch auf Off gestellt wird, indem Sie die Sequence End Actions-Schaltfläche [F1] im Sequence-Bildschirm einsetzen. Sie können die Pumpe entweder ganz ausschalten oder eine spezielle Ausschaltmethode wählen.

Fehlersuche bei der Pumpe

- 1** Wählen Sie die Tests-Schaltfläche [F3] im System-Bildschirm aus.
- 2** Wählen Sie Pump (Pumpe) aus dem Menü.

Sie können nun verschiedene Tests zur Überprüfung der Pumpe aufrufen. Weitere Informationen finden sie im *Reference Manual* der Pumpe der Agilent 1100 Serie.

Nutzungsprotokoll der Pumpe (Pump History) / Grenzwerte für die Pumpen-EMF

- 1 Geben Sie die Records-Schaltfläche [F4] im System-Bildschirm ein.
- 2 Wählen Sie den Punkt Pump aus der Liste.
- 3 Drücken Sie die Eingabetaste.

Jetzt können Sie die Lösungsmittelmenge, die die Pumpe gefördert hat (Liquimeter), und den Abnutzungszähler (Wear Count) überprüfen.

Die Angabe Liquimeter zeigt das geförderte Gesamtvolumen seit der letzten Rücksetzung (Reset) des Zählers an. Sie können die Angabe des Liquimeters zur Erstellung eines vorsorglichen Wartungsplans für die Pumpe verwenden. Notieren Sie sich zum Beispiel, wieviele Liter gepumpt worden sind, wenn Sie die Kolbendichtungen wechseln. Dieses Volumen kann als Richtwert dienen, wenn Sie die Lebensdauer der Dichtungen für Ihr Lösungsmittel und Ihre Anwendung abschätzen. Bei Überschreiten des voreingestellten Limits erscheint ein entsprechender Warnhinweis für die Kolbendichtungen. Der vorsorgliche Wechsel vermeidet fehlerhafte Analysen von Proben aufgrund undichter Kolbendichtungen.

Die Anzeige Wear Count zeigt einen berechneten Verschleißwert der Pumpendichtungen an. Sie können das Wear Limit (Verschleißgrenze) ebenfalls zur Durchführung vorsorglicher Dichtungswechsel in der Pumpe verwenden.

Zurücksetzen der Pumpe

- 1** Geben Sie die Control-Schaltfläche [F1] im System-Bildschirm ein.
- 2** Wählen Sie Pump (Pumpe) aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.
- 4** Wählen Sie die Reset-Schaltfläche [F7] an, um die Pumpe anzuhalten und eine Hardware-Initialisierung durchzuführen.

Zurücksetzen der Pumpen-Einstellungen (Pump Settings)

- 1** Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie Pump (Pumpe) aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.
- 4** Wählen Sie die Default-Schaltfläche [F7] an, um die Pumpeneinstellungen auf ihre vorgegebenen (default) Werte zurückzustellen.

Arbeiten mit der Pumpe

Zurücksetzen der Pumpen-Einstellungen (Pump Settings)

Arbeiten mit dem Degasser

Betriebshinweise zum Vakuumentgaser der Serie
Agilent 1100

Starten des Degasers

- 1** Schalten Sie den Netzschalter an der Vorderseite ein.
- 2** Schalten Sie die Pumpe mit Hilfe der On/Off-Schaltfläche [F8] im Analysis-Bildschirm ein.
- 3** Beachten Sie die Statuslampe des Entgases an der Vorderseite.

Die Statuslampe wird ausgeschaltet, wenn im Entgaser ein ausreichendes Vakuum anliegt.

Die Statuslampe kann im laufenden Betrieb für einige Sekunden gelb leuchten. Das bedeutet, daß nicht genügend Vakuum anliegt und die Pumpe zur Wiederherstellung des Vakuums angeschaltet wurde.

Entfernen von Gasblasen

Führen Sie folgende Schritte durch, wenn Sie Gasblasen im Lösungsmittelfilter oder in den Lösungsmittelschläuchen sehen:

- 1** Lösen Sie den Lösungsmittelschlauch des ersten Lösungsmittelkanals von der Pumpe.
- 2** Befestigen Sie den Spritzenadapter aus dem Zubehörset des Entgasers (Degasser Accessory Kit) an einer Spritze und am Lösungsmittelschlauch.
- 3** Bewegen Sie den Kolben der Spritze, um Lösungsmittel durch Schläuche und Entgaser zu saugen. Setzen Sie dieses Spülen solange fort, bis Sie keine Gasblasen mehr sehen.
- 4** Trennen Sie den Spritzenadapter vom Lösungsmittelschlauch.
- 5** Verbinden Sie den Lösungsmittelschlauch mit der Pumpe.

Wiederholen Sie Schritt 1 bis Schritt 5 für die anderen Lösungsmittelkanäle.

Wechseln der Lösungsmittel

Führen Sie folgende Schritte durch, wenn Sie ein Lösungsmittel durch ein mit diesem nicht mischbares Lösungsmittel ersetzen:

- 1** Ersetzen Sie das verwendete Lösungsmittel zuerst:
 - mit 2-Propanol (iso-Propanol), falls ein organisches Lösungsmittel verwendet wird,
 - mit Wasser, falls ein organischer Puffer oder eine Salzlösung verwendet werden.
- 2** Spülen Sie den Online-Entgaser und alle Lösungsmittelschläuche sorgfältig.
- 3** Ersetzen Sie das 2-Propanol oder das Wasser mit dem neuen Lösungsmittel.

Arbeiten mit dem Autosampler

Detaillierte Betriebshinweise für den Autosampler
der Serie Agilent 1100

Konfigurieren des Autosamplers

- 1** Wählen Sie die Configure-Schaltfläche [F2] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie den Punkt Autosampler aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.

Sie können das Spritzenvolumen (Syringe Volume), das Seat Capillary-Volumen, eine Aktion bei einem fehlenden Probenfläschchen (Action on Missing Vial), die Probensteller (Trays), die Schnittstellen (Interfaces) etc. konfigurieren.

Konfigurieren der Schnittstellen (Interfaces)

- 1** Wählen Sie die Configure-Schaltfläche [F2] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie den Punkt Autosampler aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.
- 4** Wählen Sie die Interfaces-Schaltfläche [F1] an.
- 5** Wählen Sie die Schnittstellen aus, mit denen Sie arbeiten wollen (siehe "Anschluß externer Geräte" auf Seite 58).
- 6** Geben Sie die Done-Schaltfläche [F6] ein.

Eingabe der Einstellungen (Settings)

Alle Einstellungen des Autosamplers werden im Bildschirm Autosampler Settings (Einstellungen des Autosamplers) eingegeben. Sie kommen zu diesem Bildschirm, indem Sie die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm anwählen. Von hier haben Sie Zugang zur Zeittabellen-(Timetable)-Funktion (nur zum Aufstellen einer Zeittabelle für den Autosampler), dem Laufzeiten (Runtimes)-Bildschirm und dem Injector Program-Bildschirm. Häufig verwendete Einstellungen wie Injektionsvolumen und Vial Number können direkt aus dem Analysis-Bildschirm eingegeben werden. Die spezifischeren Einstellungen (Aufziehggeschwindigkeit (Draw Speed), Ausstoßgeschwindigkeit (Eject Speed), Eintauchtiefe der Injektornadel im Probenfläschchen (Draw Position Offset)) können über die More...-Schaltfläche [F1] und Auswahl der Settings-Option verändert werden.

Einstellen des Injektions-Modus

Es können zwei Modi eingestellt werden:

- Standard

ohne vordefinierte Nadelwäsche,

mit vordefinierter Nadelwäsche (Nr. des Wasch-Probenfläschchens kann eingestellt werden).

Wenn die Funktion Pre-Defined Needle Wash aktiv ist, wird die Nadel vor der Injektion (mit Reagens in der Nadel) in ein Probenfläschchen bewegt, damit eventuell vorhandene Verunreinigungen auf der Außenseite entfernt werden. Damit wird verhindert, daß Probe in den Nadelsitz gelangt und zu Memory-Effekten führt.

- Injektorprogramm

Siehe "Durchführen eines Injektorprogramms" auf Seite 169.

Optimieren der Leistungsfähigkeit des Autosamplers

Es gibt für den Autosampler zwei Optimierungs-Modi (genannt Vortransport (Prefetch) und Überlappung (Overlap)). Beide Optionen erlauben eine

Eingabe der Einstellungen (Settings)

Verkürzung der Analysenzeit bei Aufgaben, die einen hohen Probendurchsatz erfordern.

Die Optimierungs-Modi kann man am Analysis-Bildschirm auswählen:

- 1 Geben Sie die Settings-Schaltfläche [F1] ein.
- 2 Wählen Sie Autosampler aus der Liste.
- 3 Wählen Sie die More...-Schaltfläche [F1].
- 4 Wählen Sie aus der Liste Optimization.
- 5 In dem nun erscheinenden Fenster können Sie sowohl den Optimization-Modus als auch eine Verzögerungszeit (Delay Time) aus dem Listenfeld auswählen.

Wenn Sie die Prefetch Sample Vial-Option auswählen, dann wird das nächste Probengefäß (bei mehrfachen Injektionen das selbe Probenfläschchen) in die Nähe des Injection Ports herangeschoben, nachdem die angegebene Laufzeit verstrichen ist. Der Injektionszyklus wird dabei noch nicht gestartet. Dieser Vorgang verkürzt die gesamte Injektionszeit, ohne den aktuellen Lauf zu beeinflussen.

Bei Anwahl der Overlap Injection Cycle-Option wird das nächste Probenfläschchen in den Injektionsport verschoben, nachdem die vorbestimmte Zeit abgelaufen ist. Beim Einsatz der Overlap-Option bestehen die folgenden Einschränkungen:

- Die Eingabe für die Elapsed Runtime, bevor die Probe bearbeitet ist, darf nicht mit der zur Zeit laufenden Analyse interferieren.
- Die Überlappung arbeitet nur mit einem gegebenen Probenfläschchen-Bereich (d.h. nur innerhalb einer Sequenz-Zeile).
- Der erste Lauf für einen neuen Probenfläschchen-Bereich wird ohne Überlappung durchgeführt.
- Injektorprogramme, die Anweisungen zum Ventilschalten enthalten, dürfen nicht ausgeführt werden, wenn die Überlappung ausgewählt ist. Sie werden mit einer Fehler-Meldung abgebrochen. Da alle Injektorprogramme, die mit der Agilent ChemStation erstellt werden, solche Anweisungen erfordern, um korrekt zu funktionieren, kann keine von ihnen mit dem Overlap-Modus zusammenarbeiten.

Der Bildschirm gibt Ihnen weiter die Möglichkeit, die Option 'der Transportarm soll immer in der Nähe des zuletzt eingesetzten Probenfläschchens verbleiben = always keep transport arm next to last used vial' zu aktivieren/deaktivieren.

Einen thermostatisierten Autosampler einstellen

Wenn ein thermostatisierter Autosampler Teil Ihres Systems ist, können Sie spezielle Einstellungen eingeben, die die Thermostat-Option im Settings-Bildschirm verwenden.

Mit Hilfe dieser Option können Sie die Temperatur der Zuluft in den Autosampler einstellen. Auch diese Einstellung ist im Analysis-Bildschirm verfügbar. Aktivieren Sie das Kontrollkästchen, damit die Temperatur von dem Zeitpunkt an gesteuert wird, wenn der gekühlte Autosampler eingeschaltet wird.

Setzen Sie die More...-Option im Settings-Bildschirm ein und wählen Sie Signale aus, die Sie aus mehreren Thermostat-Parameter aussuchen können (Umgebungstemperatur, Kühlung (Heat Sink), Kühlventilator (Heat Sink Fan) etc.), die unter der Bezeichnung "Autosampler: Auxiliary" im Plot - Signals-Bildschirm erscheinen. Dadurch haben Sie Zugang zu einer Vielfalt von Signalen für den thermostatisierten Autosampler, ohne das Available Signals-Listenfeld zu überladen (siehe "Plot-Bildschirm" auf Seite 31).

Ausrichten des Transportarms/Greifers

- 1** Drücken Sie auf die Tests- Tests-Schaltfläche [F3] im System-Bildschirm.
- 2** Wählen Sie Autosampler von der Liste.
- 3** Drücken Sie auf die Align-Schaltfläche [F1].

- 4** Wählen Sie Transport.

- 5** Geben Sie die gewünschten Werte in die entsprechenden Felder ein.

Das Feld X Correction stellt den vorgegebenen (default) Wert für die Achse parallel zur Vorderseite ein (links-rechts Bewegung).

Theta Correction beschreibt den vorgegebenen Winkel des Transportarms zur Achse Frontseite/Rückseite des Moduls (Rotation).

In Ihrem Autosampler Reference-Handbuch finden Sie eine detaillierte Information über die Achsen.

- 6** Geben Sie die Done-Schaltfläche [F6] ein, um die Einstellungen zu sichern.

Die neuen Werte werden nach Ausführung der nächsten Hardware-Initialisierung oder beim Reset wirksam.

Nutzungsprotokoll des Autosamplers (Vorgeschichte) / EMF Grenzwerte

- 1** Wählen Sie die Records-Schaltfläche [F4] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie den Punkt Autosampler aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.

Sie können die Anzahl der 'Needle into Seat' Injektionen (in eine Dichtung) überprüfen, die der Autosampler ausgeführt hat, und die Anzahl der Zyklen des Injektionsventils. Für jede Funktion kann ein Limit eingegeben werden, das Sie zur vorsorglichen Wartung nutzen können.

Den Autosampler zurücksetzen

- 1** Wählen Sie die Control-Schaltfläche [F1] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie den Punkt Autosampler aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.
- 4** Wählen Sie die Reset-Schaltfläche [F7] an, um die Autosampler-Hardware zurückzusetzen.

Hiermit wird das Injektionsventil, das Metering Device und die Sampling Unit zurückgesetzt.

Auf die Vorgabewerte (Default Settings) zurücksetzen

- 1** Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie den Punkt Autosampler aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.
- 4** Wählen Sie die Default-Schaltfläche [F7] an, um die Einstellungen des Autosamplers auf ihre Vorgabewerte zurückzusetzen.

Fehlersuche beim Autosampler

- 1** Wählen Sie die Tests-Schaltfläche [F3] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie den Punkt Autosampler aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.

Sie können aus einer Vielzahl von Injektorschritten auswählen, um individuelle Teile des Autosamplers zu bewegen.

Die Funktionen Injector Steps können zur Fehlerbehebung in den Einzelschritten des Injektionszyklus genutzt werden. Eine vollständige Beschreibung jedes Einzelschrittes finden Sie im *Reference Manual* des Autosamplers der Agilent 1100 Serie.

Wenn Sie einen thermostatisierten Autosampler besitzen, dann können Sie auch die Auxiliary Signale testen, indem Sie die Signal-Schaltfläche im Test-Bildschirm anwählen. Die Auxiliary Signale werden dann grafisch angezeigt (siehe "Einen thermostatisierten Autosampler einstellen" auf Seite 95).

Arbeiten mit dem Autosampler
Fehlersuche beim Autosampler

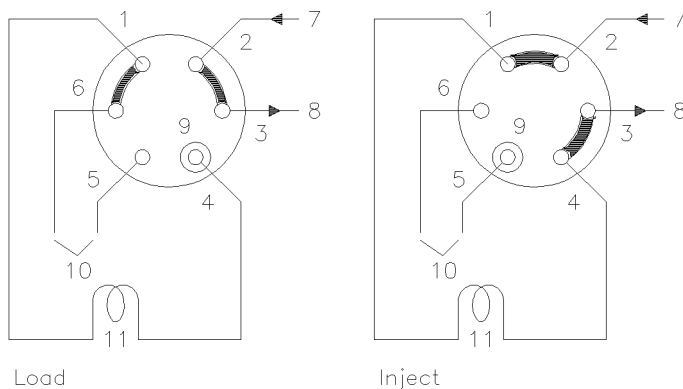
Arbeiten mit dem manuellen Injektionsventil (Manual Injection Valve)

Detaillierte Betriebshinweise zum manuellen
Injektionsventil der Serie Agilent 1100

Wissenswertes über das Injektionsventil

Das Injektionsventil besitzt sechs Eingänge und kann manuell zwischen zwei Positionen bewegt werden. In der Position LOAD (Laden) wird die mobile Phase von der Pumpe direkt zur Säule geleitet und die Probe kann in die Probenschleife gefüllt werden. In der Position INJECT (Injizieren) wird die mobile Phase durch die Probenschleife geleitet und befördert so deren Inhalt auf die Säule.

Stellungen des Injektionsventils



Stellungen des Injektionsventils:

- | | |
|----------------|------------------------|
| 1 bis 6 | Anschlüsse des Ventils |
| 7 | Einlaß (von Pumpe) |
| 8 | Auslaß (zur Säule) |
| 9 | Aufgabeport für Nadel |
| 10 | Abflüsse |
| 11 | Probenschleife |

Ausführen einer Injektion

Die Probenschleife kann entweder vollständig oder teilweise befüllt werden. Die Entscheidung hängt von der verfügbaren Probenmenge ab.

Vollständiges Befüllen der Probenschleife

Vollschleifenfüllung ist die konventionelle Methode, bei der die Probenschleife mit einem Überschuß von Probe vollständig gefüllt wird. Das Volumen der Schleife bestimmt das Injektionsvolumen.

- 1** Füllen Sie die Spritze mit Probenflüssigkeit.
- 2** Drehen Sie das Ventil in die LOAD-Position.
- 3** Führen Sie die Nadel der Spritze bis zum Anschlag in den Nadelport. Drücken Sie nicht zu fest.
- 4** Injizieren Sie die Probe langsam.
- 5** Belassen Sie die Spritze in dieser Position und drehen Sie das Ventil in die INJECT-Position.
- 6** Entnehmen Sie die Spritze.

Partielles Befüllen der Probenschleife

Nutzen Sie diese Methode, wenn nur kleine Probenmengen zur Verfügung stehen. In diesem Fall bestimmt das Spritzenvolumen das Injektionsvolumen.

- 1** Reinigen Sie den Aufgabeport in der Stellung INJECT des Ventils mit dem Reiniger für den Aufgabeport (Needle Port Cleaner) mit ca. 1 ml mobiler Phase. Hierdurch werden Reste der vorherigen Injektion entfernt.
- 2** Drehen Sie das Ventil in die LOAD-Position.
- 3** Befüllen Sie die Spritze mit dem erforderlichen Probenvolumen (nicht mehr, als das halbe Schleifenvolumen).
- 4** Führen Sie die Nadel der Spritze bis zum Anschlag in den Nadelport. Drücken Sie nicht zu fest.
- 5** Injizieren Sie die Probe langsam.
- 6** Belassen Sie die Spritze in dieser Position und drehen Sie das Ventil in die INJECT-Position.
- 7** Entnehmen Sie die Spritze.

Wieviel Probe ist in Wirklichkeit aufgegeben?

Bei vollständig befüllter Probenschleife ist das Aufgabevolumen gleich dem Volumen der Probenschleife plus der Volumina der Zuleitungen im Ventil (1 im Rotor, 2 im Stator). Das bedeutet, daß das effektive Aufgabevolumen vom nominalen Volumen der Schleife differiert. Da jedoch Probe und Standards mit derselben Schleife vermessen werden, ist die Kenntnis des exakten Absolutvolumens nur selten erforderlich.

Wenn Sie das exakte Probenvolumen einer Probenschleife messen wollen, empfehlen wir eine Kalibrierung am Ventil, damit die Wege im Ventil mit berücksichtigt werden.

Wieviel Probe benötige ich?

Wieviel Probe benötige ich?

Für eine Vollschleifenfüllung ist ein Probenüberschuß erforderlich. Dieser beträgt ca. 2 bis 3 Schleifenvolumina, um 95 % der Schleife zu füllen. Der Rest ist mobile Phase in der Probenschleife. Sie können das optimale Befüllvolumen für Ihre Applikation experimentell bestimmen.

Nutzen Sie bei Teilschleifenfüllung stets nur das halbe Schleifenvolumen, die Reste in der Schleife bestehen aus mobiler Phase. Beim Injizieren tritt in der Schleife Durchmischung ein und bei zu großen Aufgabevolumina kann Probe durch Port 6 verloren werden.

Ein alternativer Weg zum Befüllen der Probenschleife

Bei Vollschleifenfüllung können Sie die Probenflüssigkeit entweder in die Schleife injizieren, oder mit einer Spritze durch die Schleife ansaugen.

- 1** Drehen Sie das Ventil in die LOAD-Position.
- 2** Legen Sie den Ableitungsschlauch von Port 6 in das Probenfläschchen.
- 3** Führen Sie die Nadel der Spritze bis zum Anschlag in den Nadelport. Drücken Sie nicht zu fest.
- 4** Saugen Sie langsam die Probe an, ohne daß Luftblasen in die Probenschleife gesaugt werden.
- 5** Belassen Sie die Spritze in dieser Position und drehen Sie das Ventil in die INJECT-Position.
- 6** Entnehmen Sie die Spritze.

Spülen Sie bei Verwendung dieser Methode nach jeder Injektion die Zuleitungsschläuche (Ableitungsschlauch an Port 6), um eine Querverschleppung zwischen den Proben zu verhindern. — Beachten Sie, daß Port 6 nur in der Stellung LOAD gespült werden kann.

Arbeiten mit den Detektoren

Betriebsweise für die folgenden Detektoren der
Agilent 1100 Serie: Variabler Wellenlängendetektor,
Multipler Wellenlängendetektor,
Brechungsindexdetektor, Fluoreszenzdetektor und
Dioden-Array-Detektor

Die Lampe Ein und Aus schalten

Zum Ein- und Ausschalten der Lampe setzen Sie die On/Off-Schaltfläche [F7] im Analysis-Bildschirm ein :

- 1** Rufen Sie den Analysis-Bildschirm auf.
- 2** Wählen Sie die On/Off-Schaltfläche [F7].
- 3** Wählen Sie die Lamp-Schaltfläche [F6] an.

Die selbe Funktion erreicht man über die On/Off-Schaltfläche [F8] im Detector Settings- oder Control-Bildschirm, zu denen man über die Analysis- oder System-Bildschirme kommt.

HINWEIS

Zum Einschalten der Lampe wird eine Zündsequenz gestartet. Für weitere Informationen siehe „Lampenzündungsroutine (Lamp Ignition Routine) (nur beim VWD)“ auf Seite 118.

Eingabe von Einstellungen (Entering Settings)

Alle Detektoreinstellungen können über den Detector Settings-Bildschirm eingegeben werden. Diesen Bildschirm können Sie durch Anwahl der Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm und Auswahl des entsprechenden Detektors erreichen. Oft gebrauchte Einstellungen, wie etwa die Wellenlänge, können direkt in den Analysis-Bildschirm eingegeben werden.

Der Dioden Array-Detektor

Die Wellenlänge des Signals A kann im Analysis-Bildschirm eingegeben werden. Die Probenwellenlänge, Referenzwellenlänge, Bandbreite, Peakbreite und Spaltbreite (Sample Wavelength, Reference Wavelength, Bandwidth, Peakwidth, Slit Width) können im Bildschirm DA Detector Settings eingegeben werden. Diesen Bildschirm erreicht man durch Anwahl der Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm. Zusätzliche Eingaben (Autobalance etc.) und die Spektrum-Einstellungen (Range, Threshold = Schwelle) sind möglich nach Eingabe der More...-Schaltfläche [F1] bei den DA Detector Settings.

Der Variable Wellenlängen-Detektor

Einstellungen für diesen Detektor schließen die Wellenlänge, die Peakbreite und die Signalpolarität ein. Drücken Sie auf die More...-Schaltfläche [F1] und wählen Sie Settings aus. Nun können Sie die Einstellungen für Autobalance und den Bereich für negative Absorption eingeben. Die Option Spectrum gibt Ihnen die Möglichkeit, einen Wellenlängenbereich für ein Probenspektrum einzugeben.

Der Fluoreszenzdetektor (Fluorescence Detector)

Für den Fluoreszenzdetektor können die folgenden Eingaben gemacht werden: Einstellungen für Anregungs-Wellenlänge (Excitation Wavelength), Emissions-Wellenlänge (Emission Wavelength) und Multi Wavelength können im regulären Settings-Bildschirm eingegeben werden. Mit der More...-Schaltfläche [F1] können Sie weitere Detektoreinstellungen spezifizieren, z.B. Peakwidth und PMT-Gain (Basislinienverhalten, Referenz, Polarität,

Übereinstimmung des spektralen Bereichs = spectral range fit), Multi Wavelength-Einstellungen (Spektrum, Anregungsbereich = excitation range), Einstellungen für den 3D-Scan (Excitation- und Emission-Bereiche) und Einstellungen für den Phosphoreszenz Detektions-Modus.

Der Multi-Wellenlängen-Detektor (Multiple Wavelength Detector)

Die Wellenlänge des Signals A kann im Analysis-Bildschirm eingegeben werden. Die Wellenlänge für das Signal B, die Spaltbreite und die Peakbreite kann im MW Detector Settings-Bildschirm eingegeben werden. Zu diesem Bildschirm kommt man, wenn man die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm anwählt. Zusätzliche Signale und Funktionen erhält man, wenn man die More...-Schaltfläche [F1] unter MW Settings anwählt.

HINWEIS

Der Multiwellenlängendetektors kann nur von der G1323B Version des Steuermoduls bedient werden. Die G1323A Version zeigt "Resident or Unsupported Module" an, wenn ein Multiwellenlängendetektors oder ein RI-Detektor beim Agilent 1100 System konfiguriert wurde.

Der Brechungsindex-Detektor (Refractive Index Detector)

Mit Hilfe des Steuermoduls kann man die RID Zelltemperatur im Analysis-Bildschirm einstellen.

Temperatur, Peakbreite, Polarität und automatisches Recycling kann im RI Detector Settings-Bildschirm eingestellt werden. Diesen Bildschirm erreicht man, wenn man die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm eingibt.

Automatischer Nullabgleich und automatische Spülung (Automatic Zero and Automatic Purge) können über die More...-Schaltfläche [F1] bei den RI Settings eingestellt werden.

HINWEIS

Nur die G1323B Version des Steuermoduls erlaubt die Steuerung des Brechungsindexdetektor. Die G1323A zeigt dagegen "resident or unsupported module" an, wenn ein Brechungsindexdetektor mit dem Agilent 1100 System konfiguriert wurde.

Zurücksetzen der Basislinie

Sie können die Basislinie zurücksetzen indem Sie die Balance-Schaltfläche [F1] (Zero-Schaltfläche [F1], wenn Sie den Refractive Index-Detektor verwenden) im Detector Control-Bildschirm eingeben. Beachten Sie bitte, daß dieser Vorgang nicht für den Fluoreszenzdetektor verfügbar ist:

- 1** Wählen Sie die Control-Schaltfläche [F1] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie Detector aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.
- 4** Wählen Sie die Balance-Schaltfläche [F1] an.

Sie können das Selbe erreichen, wenn Sie die M (Menü)-Taste im Detector Settings-Fenster eingeben, das vom Analysis-Bildschirm aus erreichbar ist.

Konfigurieren des Detektors

- 1** Wählen Sie die Configure-Schaltfläche [F2] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie aus der Liste Detector aus.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.

Jetzt können Sie den Detektor Analogausgang, Lamp-On bei Power-On und die Schnittstellen konfigurieren.

Fehlersuche bei den Detektoren

- 1** Wählen Sie die Tests-Schaltfläche [F3] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie Detector aus dem Menü aus.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.
- 4** Wählen Sie den erforderlichen Test aus.

Die Auswahl der Tests hängt von der jeweiligen Situation ab. Weitere Informationen über die Tests finden Sie im *Reference Manual* für die Agilent 1100 Detektoren.

HINWEIS

Der vollständige Satz an Tests steht Ihnen bei Verwendung der Agilent ChemStation zur Verfügung.

Nutzungsprotokoll des Detektors (Tracking Detector History)

- 1** Wählen Sie die Records-Schaltfläche [F4] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie Detector aus dem Menü aus.
- 3** Geben Sie die Enter-Taste ein, um das Logbuch anzuzeigen.

Sie können die Laufzeit der Lampe und die Anzahl der Zündungen überprüfen, ändern und zurücksetzen. Für den FL-Detektor kann die Lebensdauer der Flash Lamp und für den RI-Detektor die Zeit seit der letzten Spülung überprüft werden.

Den Detektor zurücksetzen (Resetting the Detector)

- 1** Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie Detector aus dem Menü aus.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.
- 4** Wählen Sie die Default-Schaltfläche [F7] an, um die Detektoreinstellungen auf ihre vorgegebenen (default) Werte zurückzusetzen.

Lampenzündungsroutine (Lamp Ignition Routine) (nur beim VWD)

Wenn die Lampe eingeschaltet wird, läuft die folgende Routine ab:

- Eine Minute aufwärmen; innerhalb dieser Zeit wird die Gitterposition neu initialisiert.

Überprüfen der Wellenlängeneinstellung bei einer Emissionswellenlänge von 656 nm (muß innerhalb von 1 nm liegen) auf der Referenzseite, damit der aktuelle Zustand der Meßzelle keine Wirkung hat.

Wenn diese nicht korrekt ist, wird eine Meldung angezeigt, daß eine Kalibrierung erforderlich ist. Führen Sie eine Wellenlängenkalibrierung aus (unter VWD Tests).

- Überprüfung der Intensität:
 - bei 250 nm ohne Einsatz eines Cut-Off-Filters,
 - bei 250 nm mit Einsatz eines Cut-Off-Filters.

Wenn der Intensitäts-Check nicht OK ist, dann ist die Wirkungsweise des Cut-off-Filters nicht OK.

Konfigurieren des Analogausgang (Analog Channel Output)

Sie können die LC Serie 1100-Detektoren einsetzen, um die optischen Parameter von externen Analoggeräten zu testen oder zu überprüfen, die über den Analogausgang auf der Rückseite des Moduls angeschlossen sind (Fluoreszenz-, Dioden-Array- und Multiwellenlängen-Detektoren haben zwei Analogausgänge, der Variabler Wellenlängen- und der Brechungsindex-detektors haben einen).

Zum Konfigurieren der Analogausgänge:

- 1** Geben Sie die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm ein.
- 2** Wählen Sie den Detektor und drücken Sie auf Enter.
- 3** Drücken Sie auf die Analog Schaltfläche [F3].
- 4** Wählen Sie nun entweder das Signal, das Sie überwachen wollen, aus der Signal Source-Drop Down-Liste aus, oder, wenn Sie einen Variabler Wellenlängendetektor (Fluoreszenzdetektor) besitzen, dann wählen Sie das (die) Signal(e) aus der (den) Liste(n) aus, das (die) zu dem (n) Analogausgang (gängen) führt (führen)
- 5** Geben Sie die Werte für Zero Offset (setzt ein Baseline Offset, um negaitve Driften zu erkennen) und Attenuation (setzt einen Absorptionsbereich) für jeden der beiden Anschlüsse ein.
- 6** Drücken Sie auf die Done-Schaltfläche[F6].

Arbeiten mit den Detektoren

Konfigurieren des Analogausgang (Analog Channel Output)

Einsatz des Säulenthermostats (Column Compartment)

Betriebshinweise für den thermostatisierbaren
Säulenraum der Serie Agilent 1100

Das Säulenthermostat ein- und ausschalten

Sie können den Säulenraum mit Hilfe der On/Off-Schaltfläche [F7] im Analysis-Bildschirm an- und ausschalten:

- 1** Rufen Sie den Analysenbildschirm auf.
- 2** Wählen Sie die On/Off-Schaltfläche [F7] an.
- 3** Wählen Sie die Temp-Schaltfläche [F7] an.

Sie erreichen dasselbe mit Hilfe der Settings- oder Control-Schaltflächen [F1] in den Analysis- oder Systems-Bildschirmen.

Eingabe der Einstellungen (Entering Settings)

Im Analysis-Bildschirm wird die Temperatur eingestellt. Die Temperaturen der linken und/oder rechten Heizung werden im Bildschirm Column Compartment Settings (Einstellungen des Säulenraumes) gewählt. Diesen Bildschirm erreicht man durch Eingabe der Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm. Weitere Einstellmöglichkeiten kann man über die More...-Schaltfläche [F1] unter Column Compartment Settings erhalten.

Konfigurieren des Säulenthmostats

- 1** Wählen Sie die Configure-Schaltfläche [F2] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie aus der Liste Col Comp (Säulenraum).
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.

Sie können nun folgende Einstellungen konfigurieren: Leckdetektion, Temperatur nach Einschalten, die Schnittstellen und das Modul zur Säulenerkennung (Leak-Detection mode, Temperature-on at Power-on, Column Identification Module).

Konfigurieren der Säulenidentifizierung (Column ID Module)

- 1** Wählen Sie die Configure-Schaltfläche [F2] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie aus der Liste Col Comp (Säulenraum).
- 3** Geben Sie die Enter-Taste ein, um zum Column Compartment Configuration-Bildschirm zu gelangen.
- 4** Drücken Sie auf die Column ID-Schaltfläche [F4], um den Column ID-Bildschirm aufzurufen.
- 5** Zum Hin- und Herschalten zwischen der linken und der rechten Säule geben Sie die Left/Right-Schaltfläche [F8] ein.

HINWEIS

Wenn kein Säulen-Identifizierungsschild (Column Tag) erkannt wird, dann sind die Record-Felder nicht aktiv und das Left/Right Tag-Zeichen in der oberen rechten Ecke des Fensters ist ausgestrichen.

- 6** Geben Sie die Daten Ihrer Säule in die Felder ein. Zusätzliche Felder sind durch Eingabe der More...-Schaltfläche [F1] verfügbar.
- 7** Die Eingabe der Write-Schaltfläche [F7] transferiert die Information in die Säulenbeschriftung (Column Tag).
- 8** Die Eingabe der Right-Schaltfläche [F8] zeigt die Information-Felder der rechten Säulenbeschriftung (Column Tag) an, (wenn diese Säule installiert ist)

HINWEIS

Die Column ID Information wird aktualisiert, wenn eine Säule mit ID-Kennung richtig installiert wurde. Daher können Sie auf diesem Bildschirm die Anzahl der Injektionen einer Säule überprüfen.

Auswahl der Thermoelemente

Diese Moduswahl ermöglicht für beide Heizungen eine gemeinsame oder eine eigene Temperatur zu wählen. Wenn getrennte Temperaturwahl nicht aktiviert ist, werden beide Heizungen auf derselben Temperatur gehalten.

- 1** Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie Column Comp aus dem Menü.
- 3** Aktivieren Sie Separated Mode (Getrennt) durch Aktivieren des Ankreuzkästchens.
- 4** Sie aktivieren den Modus Combined (Zusammen) durch Deaktivieren dieses Ankreuzkästchens.

Anwahl des Säulenschaltventils (Column Switching Valve) (optional)

Das Säulenschaltventil wird optional eingebaut.

- 1** Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie Column Comp aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie auf die Column Switch-Schaltfläche.
- 4** Wählen Sie den Modus 1 oder 2.
- 5** Geben Sie die Done-Schaltfläche [F6] ein und verlassen Sie diesen Bildschirm.

Fehlersuche beim Säulenthermostat

- 1** Wählen Sie die Tests-Schaltfläche [F3] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie Column Comp aus dem Menü.
- 3** Drücken Sie die Eingabetaste.
- 4** Wählen Sie den erforderlichen Test.

Sie können nun den Calibrate-Test auswählen, um die Arbeitsweise des Säulenraums zu überprüfen. Informationen über diesen Test finden Sie im *Reference Manual* für den Agilent 1100 Serie-Säulenraum.

Nutzungsprotokoll des Säulenthermostats (Column Compartment History)

- 1** Wählen Sie die Records-Schaltfläche [F2] im System-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie Col. Comp aus der Liste.
- 3** Drücken Sie auf die System- oder Maint. Log-Schaltfläche [F4], um das Logbuch anzuzeigen.

Protokollieren der Säulen-Identifizierung (Column ID History)

- 1 Wählen Sie die Configure- [F4] im System-Bildschirm an.
- 2 Wählen Sie aus der Liste Col Comp (Säulenraum).
- 3 Drücken Sie auf die Enter-Taste, um den Column Compartment Configuration-Bildschirm aufzurufen.
- 4 Geben Sie die Column ID-Schaltfläche [F2] ein, um den Column ID-Bildschirm anzuzeigen.

HINWEIS

Wenn keine Säulenkenung (Column Tag) erkannt wird, dann ist das Parameter Entry-Feld nicht aktiv, das Left/Right Tag-Zeichen ausgekreuzt und die More...-Schaltfläche nicht verfügbar.

Bei der Anwahl der More...-Schaltfläche [F1] können Sie weitere Werte eingeben und eine Vielzahl von Funktionen für die installierte Säule überprüfen. Es kann z. B. der maximal zulässige Druck oder die maximal zulässige Temperatur eingestellt werden.

Sie können die Anzahl der Injektionen mit der Säule überprüfen.

Das Säulenthmostat zurücksetzen

- 1 Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] im Analysis-Bildschirm an.
- 2 Wählen Sie Column Comp aus dem Menü.
- 3 Drücken Sie die Eingabetaste.
- 4 Wählen Sie die Default-Schaltfläche [F7] an, um die Detektoreinstellungen auf ihre vorgegebenen (default) Werte zurückzusetzen.

Einsatz des Säulenthmostats (Column Compartment)

Das Säulenthmostat zurücksetzen

Teil 3

- 9 Durchführen einer isokratischen Analyse 131
- 10 Durchführen einer Gradientenanalyse 141
- 11 Analysenserien mit mehreren Proben 151
- 12 Durchführen eines Injektorprogramms 169

Bedienung des LC-Systems der Serie Agilent 1100 mit dem Steuermodul

Bedienung des LC-Systems der Serie Agilent 1100 mit dem Steuermodul

Bedienung des LC-Systems der Serie Agilent 1100 mit dem Steuermodul

Durchführen einer isokratischen Analyse

Die Analyse der isokratischen Standardprobe von
Agilent Technologies als Einzelinjektion

Voraussetzungen und Geräteausstattung

Meßgeräte	Isokratische, binäre oder quarternäre Pumpe der Agilent 1100 Serie, Autosampler und einen UV-Detektor.
Säule	Eine Säule 125 mm × 4,0 mm Hypersil ODS, 5 µm (Agilent Technologies Bestellnummer 7982618-564).
Solventien	Bei Verwendung einer isokratischen Pumpe einen Eluenten aus Wasser (LC Grade) und Acetonitril (35%/65%, v/v).
Probe	Die Agilent Technologies isokratische Standardprobe (Agilent Technologies Teile-Nr.01080-68704). Diese enthält 0,15% (Gew.) Dimethylphthalat, 0,15% (Gew.) Diethylphthalat, 0,01% (Gew.) Biphenyl und 0,03% (Gew.) o-Terphenyl in Methanol.

Das LC System vorbereiten

- 1** Füllen Sie bei Verwendung der isokratischen Pumpe die Eluentenflasche mit der Mischung aus Wasser (LC Grade) und Acetonitril im Volumenverhältnis 35:65. Füllen Sie bei Verwendung der binären oder quarternären Pumpe die Eluentenflasche des Kanals A mit Wasser (LC Grade), die des Kanals B mit Acetonitril.
- 2** Stellen Sie die Detektorlampe und die Pumpe ein, indem Sie die On/Off-Schaltfläche [F7] im Analysis-Bildschirm einsetzen. (Setzen Sie die Aktions-Tasten ein, um das Modul auszuwählen)
- 3** Schalten Sie bei Verwendung der quarternären Pumpe den Entgaser am Netzschalter ein.
- 4** Spülen Sie die Pumpe. Weitere Informationen hierzu finden Sie in Kapitel 3 "Arbeiten mit der Pumpe".
- 5** Gewähren Sie dem Detektor mindestens 15 Minuten zur Stabilisierung der Basislinie.
- 6** Geben Sie den Ampulleninhalt der isokratischen Standardprobe von Agilent Technologies in ein Probenfläschchen und verschließen Sie das Fläschchen mit einem Deckel. Stellen Sie es in die Position 1 des Probenhalters.
- 7** Pumpen Sie die mobile Phase mit einer Zusammensetzung von Wasser / Acetonitril im Volumenverhältnis 35:65 und einer Flußrate von 2ml/min für zehn Minuten durch die Säule.

Eingabe der Geräteparameter

Zur Durchführung eines isokratischen Analysenlaufs stellen Sie das LC-System in den Standardzustand und verändern dann einige Einstellungen. Alle anderen Einstellungen behalten ihre Standardwerte. Diese Einstellungen werden in einer Methode mit dem Namen ISO gespeichert.

- 1** Rufen Sie den Analysenbildschirm auf.
- 2** Stellen Sie Vial Range (Bereich der Probenfläschchen) auf 1 to 1 (1 bis 1).
- 3** Stellen Sie Number of Injections (Anzahl Injektionen) auf 1.
- 4** Geben Sie Enter ein, um den Method Name-Abschnitt zu überspringen.
- 5** Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] an.
- 6** Wählen Sie aus dem Menü den Punkt LC Settings (Einstellungen der LC)
- 7** Wählen Sie die Default-Schaltfläche [F7] an und dann die Yes-Schaltfläche, um die vorgegebenen (defaults) Werte zu laden.
- 8** Drücken Sie die Esc-Taste.
- 9** Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] an.
- 10** Wählen Sie die Pumpe aus dem Menü aus (entweder ISO, BIN oder QUAT).
- 11** Drücken Sie auf die Pressure-Schaltfläche [F3].
- 12** Geben Sie 400 ein als oberen Grenzwert für den Druck (Upper Pressure Limit).
- 13** Wählen Sie die Done-Schaltfläche [F6] an.
- 14** Geben Sie die folgenden Werte ein: %B 65, (%C OFF, %D OFF für die quarternäre Pumpe. Wenn Sie eine binäre Pumpe haben, dann setzen Sie %B auf 65.).
- 15** Stellen Sie den Fluß (Flow) auf 1,5 mL/Min.
- 16** Bestätigen Sie die Eingabe durch Anwahl von "Done", und gelangen Sie so zum Analysis-Bildschirm.
- 17** Geben Sie die in der Tabelle 2 gezeigten Werte in den Analysis-Bildschirm ein.

Tabelle 2

Werte im Analysis-Bildschirm

Einstellung	Wert
Detection wavelength (Detektionswellenlänge)	254 nm
Injection volume (Injektionsvolumen)	1 µl
Stoptime (Stopzeit)	6 Min

HINWEIS

Die Kanäle eines Pumpsystems werden A, B, C und D genannt, abhängig vom Pumpentyp. Der Wert %A wird mit der Formel $100\% - (\%B + \%C + \%D)$ errechnet. Wenn für %B, %C und %D keine Werte eingegeben werden, ist %A stets 100%.

Abspeichern der Einstellungen in einer Methode

- 1** Wählen Sie die Method-Schaltfläche [F3] im Analysis-Bildschirm.
- 2** Wählen sie die Save As-Schaltfläche [F8] an.
- 3** Geben Sie den Method Name als ISO ein und verwenden Sie dabei die Auswahltasten (Siehe auch “Spezifizieren einer Methodenbezeichnung (Method Name)” auf Seite 42)
- 4** Geben sie die Done-Schaltfläche [F6] ein, um die Methode abzuspeichern.
- 5** Drücken Sie auf die Esc-Taste, um zum Analysis-Bildschirm zurückzukehren.

Betrachten des Chromatogramms

- 1 Wählen Sie die Plot-Schaltfläche [F6] im Analysis-Bildschirm an.
- 2 Drücken Sie auf die Select-Schaltfläche [F6].
- 3 Wählen Sie ein Signal aus der Liste der Available Signals (verfügbaren Signale) aus.
- 4 Geben Sie die Enter-Taste ein.

HINWEIS

Sie können mehrere Signale gleichzeitig auswählen. Die Plot-Funktion zeigt alle Signale an, die in der Liste Selected Signals (ausgewählte Signale) erscheinen. Setzen Sie die Auswahlstasten ein, um in den Listenfeldern zu navigieren, und drücken Sie dann auf die Enter-Taste, um die Signale von einem Feld zum anderen zu verschieben.

- 5 Wählen Sie die Done-Schaltfläche [F6] an, um das Chromatogramm anzuzeigen.
- 6 Drücken Sie auf die Esc-Taste, um zum Analysis-Bildschirm zurückzukehren.
- 7 Drücken sie auf die Start-Schaltfläche [F8].
- 8 Bestätigen Sie den Fläschchenbereich und die Anzahl der Injektionen durch Drücken von OK, womit die Analysenläufe gestartet werden.
- 9 Drücken Sie auf die Plot-Schaltfläche [F6], um das Chromatogramm anzuzeigen.

Ein typisches Chromatogramm für diese Analyse wird in der Abbildung 16 gezeigt.

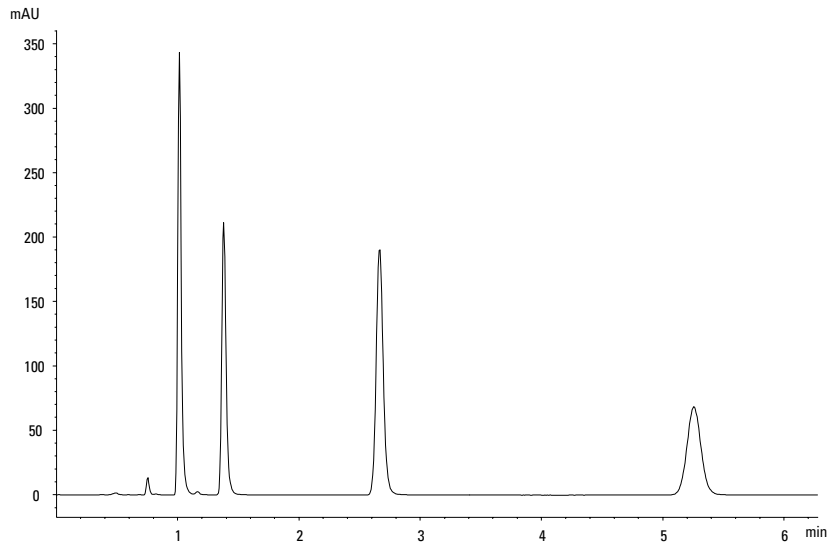
Die exakte Form des Chromatogramms hängt von der eingesetzten Säule ab. Abweichungen der Retentionszeiten und der Peakflächen Ihres Chromatogramms von der Darstellung in Abbildung 16 können in Folge von Konzentrationsschwankungen in der Standardprobe, und aufgrund schwankender Eluentenqualität und Säulentemperatur auftreten.

HINWEIS

Sie können den Plot neu skalieren, indem Sie die Rescale-Schaltfläche [F7] oder die Cursor-Taste einsetzen oder indem Sie das Plot-Fenster innerhalb des Setup definieren.

Abbildung 16

Analyse einer Isokratischen Standardprobe



Die Analyse starten

HINWEIS

Die Analyse kann von verschiedenen Bildschirmen aus gestartet werden, z.B. System-, Status-, Samples- oder Sequence-Bildschirm.

- 1** Rufen Sie den Analysenbildschirm auf.
- 2** Wählen Sie die Start-Schaltfläche [F8] an.
- 3** Bestätigen Sie den Fläschchenbereich und die Anzahl der Injektionen durch Drücken von OK, womit die Analysenläufe gestartet werden.

Durchführen einer isokratischen Analyse

Die Analyse starten

Durchführen einer Gradientenanalyse

Analyse der isokratischen Standardprobe von Agilent
Technologies in einem Gradientenlauf

Voraussetzungen und Geräteausstattung

Meßgeräte	Binäre oder quarternäre Pumpe der Agilent 1100 Serie, Autosampler und einen UV-Detektor.
Säule	Eine Säule 125 mm × 4,0 mm Hypersil ODS, 5 µm (Agilent Technologies Bestellnummer 7982618-564).
Solventien	Wasser (LC Grade) und Acetonitril.
Probe	Die isokratische Standardprobe von Agilent Technologies (Agilent Technologies Bestellnummer 01080-68704). Diese enthält 0,15% (Gew.) Dimethylphthalat, 0,15% (Gew.) Diethylphthalat, 0,01% (Gew.) Biphenyl und 0,03% (Gew.) o-Terphenyl in Methanol.

Einrichten des LC-Systems

- 1** Füllen Sie die Eluentenflasche des Kanals A mit Wasser (LC Grade), die des Kanal B mit Acetonitril.
- 2** Schalten Sie die Detektorlampe und die Pumpe mit Hilfe der On/Off-Schaltfläche [F7] im Analysis-Bildschirm ein.
- 3** Schalten Sie bei Verwendung der quarternären Pumpe den Entgaser am Netzschalter ein.
- 4** Spülen Sie die Pumpe. Weitere Informationen hierzu finden Sie in Kapitel 3 "Arbeiten mit der Pumpe".
- 5** Gewähren Sie dem Detektor mindestens 15 Minuten zur Stabilisierung der Basislinie.
- 6** Geben Sie den Ampulleninhalt der isokratischen Standardprobe von Agilent Technologies in ein Probenfläschchen und verschließen Sie das Fläschchen mit einem Deckel. Stellen Sie es in die Position 1 des Probentellers.
- 7** Pumpen Sie die mobile Phase mit einer Zusammensetzung von Wasser / Acetonitril im Volumenverhältnis 35:65 und einer Flußrate von 2ml/min für zehn Minuten durch die Säule.

Eingabe der Geräteparameter

Zur Durchführung eines analytischen Gradientenlaufes stellen Sie das LC-System in den Standardzustand und verändern dann einige Einstellungen. Alle anderen Einstellungen behalten ihre Standardwerte. Diese Einstellungen werden in einer Methode mit dem Namen GRAD gespeichert.

Zur Festlegung des Lösungsmittelgradienten erstellen Sie in der Methode eine Zeittabelle. Dies erfolgt über den Timetable-Bildschirm, zu dem man durch Anwahl der Timetable-Schaltfläche [F2] im Pump Settings-Bildschirm gelangt.

Im vorliegenden Beispiel wird von einer leeren Zeittabelle ausgegangen. Wenn die Zeittabelle nicht leer ist, dann setzen Sie den Punkt All Lines ein, zu dem man durch Drücken der Delete-Schaltfläche gelangt.

- 1** Rufen Sie den Analysis-Bildschirm auf.
- 2** Stellen Sie Vial Range (Bereich der Probenfläschchen) auf 1 to 1 (1 bis 1).
- 3** Stellen Sie Number of Injections (Anzahl Injektionen) auf 1.
- 4** Überspringen Sie das Method Name-Feld
- 5** Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] an.
- 6** Wählen Sie aus dem Menü den Punkt LC Settings (Einstellungen der LC)
- 7** Drücken Sie die Eingabetaste.
- 8** Wählen Sie die Default-Schaltfläche [F7] an und geben Sie dann die Yes-Schaltfläche ein, um die vorgegeben Werte (defaults) zu laden.
- 9** Drücken Sie Esc, um zum Analysis-Bildschirm zu gelangen.
- 10** Geben Sie auf dem Analysis-Bildschirm folgende Werte ein:
- 11** Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] an.
- 12** Wählen Sie aus dem Menü BIN oder QUAT.

Stellen Sie bei Verwendung einer quaternären Pumpe %B auf 65, %C und %D bleiben auf OFF (Aus).

Stellen Sie %B auf 65, wenn Sie eine binäre Pumpe verwenden.

Tabelle 3

Eingaben im Analysis-Bildschirm

Einstellung	Wert
Flow (Flußrate)	1.5 ml/minute
Detection wavelength (Detektionswellenlänge)	254 nm
Injection volume (Injektionsvolumen)	1 µl
Stoptime (Stopzeit)	5 Min

HINWEIS

Die Kanäle eines Pumpensystems sind A, B, C und D benannt (abhängig vom Pumpentyp). Der Wert %A wird mit der Formel $100\% - (\%B + \%C + \%D)$ errechnet. Wenn für %B, %C und %D keine Werte eingegeben werden, ist %A stets 100%.

- 13** Wählen Sie die Schaltfläche Pressure (Druck).
- 14** Stellen Sie das Drucklimit auf 400 bar.
- 15** Wählen Sie die Schaltfläche Done (Fertig).
- 16** Wählen Sie die Schaltfläche Timetable (Zeittabelle).
- 17** Wählen Sie die Schaltfläche Insert (Einfügen).
- 18** Geben Sie einen Wert von 2 minutes und Composition (Zusammensetzung) als Einstellung an.

Stellen Sie bei Verwendung einer quarternären Pumpe die Zusammensetzung für %B auf 65, %C und %D auf 0.00.

Stellen Sie bei Verwendung einer binären Pumpe die Zusammensetzung für %B auf 65.
- 19** Wählen Sie die Enter-Schaltfläche an, um die Eingaben zu akzeptieren (Aktions-Taste F7).
- 20** Geben Sie auf weiteren zwei Zeilen folgende Informationen ein.

time 4 : %B = 95

time 5 : %B = 65

Durchführen einer Gradientenanalyse

Eingabe der Geräteparameter

- 21 Drücken sie auf die Done-Schaltfläche und verifizieren Sie die Eingaben in der Zeittabelle (Timetable Entries).
- 22 Drücken Sie die Esc-Taste, bis Sie den Analysis-Bildschirm sehen.

HINWEIS

Speichern Sie mit Enter die Zeilen der Zeittabelle.

Geben Sie Done ein, wenn alle Zeilen eingegeben sind.

Durch Eingabe der Esc-Taste kehren Sie zum vorhergehenden Bildschirm zurück.

Abspeichern der Einstellungen in einer Methode

- 1** Wählen Sie die Method-Schaltfläche [F3] im Analysis-Bildschirm an.
- 2** Wählen Sie die Save As-Schaltfläche [F8] an.
- 3** Geben Sie den Method Name als GRAD ein und verwenden Sie dazu die Auswahlstasten (siehe auch “Spezifizieren einer Methodenbezeichnung (Method Name)” auf Seite 42)
- 4** Geben Sie die Done-Schaltfläche [F6] ein, um die Methode abzuspeichern.
- 5** Drücken Sie die Esc-Taste, um zum Analysis-Bildschirm zu gelangen.

Betrachten des Chromatogramms

- 1 Wählen Sie die Plot-Schaltfläche [F6] im Analysis-Bildschirm aus.
- 2 Drücken Sie auf die Select-Schaltfläche [F6].
- 3 Suchen Sie ein Signal aus dem Available Signals-Listenfeld aus.
- 4 Geben Sie die Enter-Taste ein.

HINWEIS

Sie können mehrere Signale gleichzeitig auswählen. Die Plot-Funktion wird alle Signale anzeigen, die im Selected Signals-Listenfeld angegeben sind. Setzen Sie die Auswahlstasten ein, um innerhalb der Listenfelder zu navigieren und drücken Sie auf die Enter-Taste, um Signale von einem Feld zum anderen zu verschieben.

- 5 Wählen Sie die Done-Schaltfläche [F6] an, um das Chromatogramm anzuzeigen.
- 6 Drücken Sie auf die Esc-Taste, um zum Analysis-Bildschirm zurückzukehren.
- 7 Drücken Sie auf die Start-Schaltfläche [F8].
- 8 Bestätigen Sie den Fläschchenbereich und die Anzahl der Injektionen durch Drücken von OK, womit die Analysenläufe gestartet werden.
- 9 Drücken Sie auf die Plot-Schaltfläche [F6], um das Chromatogramm anzuzeigen.

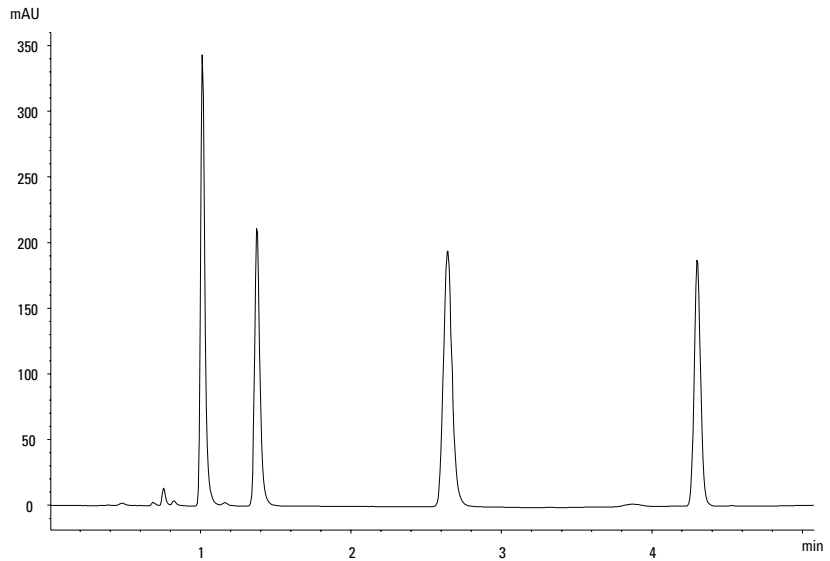
Ein typisches Gradientenchromatogramm für diese Analyse wird in der Abbildung 17 gezeigt.

Die exakte Form des Chromatogramms hängt von der eingesetzten Säule ab. Abweichungen der Retentionszeiten und der Peakflächen Ihres Chromatogramms von der Darstellung in Abbildung 17 können in Folge von Konzentrationsschwankungen in der Standardprobe, und aufgrund schwankender Eluentenqualität und Säulentemperatur auftreten.

Wenn Sie dieses Chromatogramm mit dem aus Kapitel 9 “Durchführen einer isokratischen Analyse” vergleichen, können Sie feststellen, daß durch den Gradientelauf die Elutionszeit des vierten Peaks verkürzt wurde.

Abbildung 17

Chromatogramm der isokratischen Standardprobe in einem Gradientenlauf



HINWEIS

Sie können den Plot neu skalieren, indem Sie die Rescale-Schaltflächen [F7] oder die Cursor-Tasten einsetzen oder indem Sie das Plot-Fenster innerhalb von Setup definieren.

Starten einer Analyse

HINWEIS

Man kann die Analyse durch Eingeben der Start-Schaltfläche [F8] aus dem Samples-, dem System- oder dem Status-Bildschirm starten.

- 1** Rufen Sie den Analysis-Bildschirm auf.
- 2** Wählen Sie die Start-Schaltfläche [F8] aus.
- 3** Bestätigen Sie den Fläschchenbereich und die Anzahl der Injektionen durch Drücken von OK, womit die Analysenläufe gestartet werden.

Analysenserien mit mehreren Proben

Erstellen von Analysenläufen aus mehreren Probenfläschchen mit einer oder mehreren Methoden.

Die Analyse mehrerer Probenfläschchen mit einer Methode

Dieser Abschnitt beschreibt, wie man eine Analyse aus 25 Probenfläschchen mit einer Injektion aus jedem Probenfläschchen aufstellt. Dazu werden Sie eine früher erstellte Methode einsetzen. Die Probenfläschchen stehen in den Positionen 1 bis 25 im Probensteller. Detaillierte Informationen hierzu siehe „Arbeiten mit Methoden“ auf Seite 41.

- 1** Rufen Sie den Analysis-Bildschirm auf.
- 2** Stellen Sie Vial Range (Fläschchenbereich) auf 1 bis 25.
- 3** Stellen Sie Number of Injections (Anzahl Injektionen) auf 1.
- 4** Wählen Sie die Methode, die Sie einsetzen wollen, mit Hilfe der Scroll-Tasten aus (▲ ▼).
- 5** Geben Sie die Start-Schaltfläche [F8] ein.
- 6** Bestätigen Sie den Fläschchenbereich und die Anzahl der Injektionen durch Drücken von OK, womit die Analysenläufe gestartet werden.

Die Analyse mehrerer Proben mit verschiedenen Methoden

Dieser Abschnitt beschreibt, wie man eine Analyse aus 50 Probenfläschchen unter Einsatz von drei Methoden, die Sie bereits früher erstellt haben, aufbaut. Die Methoden seien z.B. METH1, METH2 und METH3: METH1 und METH2 haben die selben analytischen Einstellungen, unterscheiden sich aber im Injektionsvolumen und in den Eingaben für die Endezeit. METH3 verwendet eine andere Säulentemperatur und eine Wartezeit von 30 Minuten zur Equilibrierung des LC-Systems.

HINWEIS

Das automatisierte Abarbeiten von Proben, gegebenenfalls mit mehreren Methoden, wird *Sequenz* genannt.

- Die ersten 20 Proben werden mit der Methode METH1 und einer Injektion pro Probenfläschchen analysiert,
- Weitere 20 Proben werden mit der Methode METH2 und zwei Injektionen pro Probenfläschchen vermessen,
- Die letzten 10 Proben werden mit der Methode METH3 und drei Injektionen pro Probenfläschchen vermessen.

Die Probenfläschchen stehen in den Positionen 1 bis 50 des Fläschchengestells des Probengebers.

Dieses Beispiel geht von einer leeren Sequenztabelle aus. Wenn die Sequenztabelle nicht leer ist, setzen Sie den Punkt All Lines ein, dem man durch Eingabe der Delete-Schaltfläche [F6] erreicht.

- 1 Wählen Sie die Sequence-Schaltfläche [F4] im Analysis-Bildschirm an.
- 2 Wählen Sie für die Sequenzzeile 1 die Insert-Schaltfläche [F7] an und geben Sie ein:

Vial Range	1 to 20
#Inj. 1	1
Inj. Vol.	Default
Method	METH1

- 3 Wählen Sie die Enter-Schaltfläche an, um die Eingaben zu akzeptieren.

Die Analyse mehrerer Proben mit verschiedenen Methoden

4 Geben Sie in der Sequenzzeile 2 ein:

Vial Range 21 to 40

#Inj. 2

Inj. Volumen Default

Method METH2

5 Geben Sie die Enter-Schaltfläche ein, um die Eingaben zu akzeptieren.

6 Geben Sie in der Sequenzzeile 3 ein:

Vial Range 41 to 50

#Inj. 3

Inj. Volumen Default

Method METH3

Wait 30 minutes

7 Wählen Sie die Done-Schaltfläche [F6] an, um die Einstellungen für die Sequenzzeile 3 einzugeben und die Sequenz zu vervollständigen.

8 Geben Sie die Start-Schaltfläche [F8] im Sequence-Bildschirm ein.

9 Wählen Sie die OK-Schaltfläche an, um die Sequenz zu starten.

Einstufige (Single-Level) Kalibrier-Sequenzen

Das folgende Vorgehen beschreibt, wie man eine Kalibrier-Sequenz für eine Analyse aufstellt, die eine einstufige Kalibrierung einsetzt.

Es sind ein Kalibrierstandard (C) und 9 Proben (S) vorhanden.

Diese Analysen werden nach folgenden Vorgaben analysiert:

- Jede Probe wird zweimal analysiert,
- der Kalibrierstandard wird einmal vor den Proben analysiert und nach jeder zweiten Probe neu analysiert,

C S S C S S C S S C S S C S C

- der Kalibrierstandard befindet sich in der Position 90 und die 9 Probenfläschchen sind in den Positionen 1 bis 9 im Probenhalter, und
- sowohl der Kalibrierstandard, als auch die Proben, werden mit der Methode METH1 vermessen.

Dieses Beispiel geht von einer leeren Sequenztabelle aus. Wenn die Sequenztabelle nicht leer ist, dann setzen Sie den Punkt All Lines ein, den Sie durch Eingabe der Delete-Schaltfläche [F6] erreichen.

- 1 Wählen Sie die Sequence-Schaltfläche [F4] im Analysis-Bildschirm an.
- 2 Wählen Sie für die Sequenzeile 1 die Insert-Schaltfläche [F7] an und geben Sie Enter ein:

Vial Range	1 to 9
#Inj.	2
Inj. Volumen	Default
Method	METH1

- 3 Wählen Sie die Calibration-Schaltfläche [F1] an, um den Calibration Settings-Bildschirm für die Sequenzeile 1 anzuzeigen und wählen Sie dann Edit an.
- 4 Geben Sie folgende Informationen ein:

Calibration vial range	90 to 90
-------------------------------	----------

Einstufige (Single-Level) Kalibrier-Sequenzen

Number of injections	1
Calibration method	METH1
Recalibrate every	2 vials multi
Before	On
After	On

- 5 Drücken Sie auf die Done-Schaltfläche [F6], bis der Sequence-Bildschirm erscheint.
- 6 Wählen Sie die Start-Schaltfläche [F8] im Sequence-Bildschirm an.
- 7 Drücken Sie auf die Enter-Taste, um die Sequenz zu starten.

Sequenzen mit Rekalibrierung für Mehrpunktkalibrierungen

Die folgenden Abschnitte beschreiben, wie man eine Kalibrier-Sequenz für Analysen aufstellt, die eine mehrstufige Kalibrierung einsetzen.

Rekalibrierung mit einer Gruppe von Standards

Es werden drei Kalibrierstandards verschiedener Konzentrationen (C1, C2, C3) und 15 Proben (S) vermessen. Die Standards und die Proben werden mit derselben Methode vermessen.

Diese Analysen werden nach folgenden Vorgaben analysiert:

- Jede Probe wird einmal vermessen,
- die Kalibrierstandards werden zweimal vor den Proben analysiert und zweimal nach jeder fünften Probe neu kalibriert,
C1 C2 C3 S10-S14 C1 C2 C3 S15-S19 C1 C2 C3 S20-S24 C1 C2 C3
- Die Kalibrierstandards stehen in den Positionen 90 bis 92 des Fläschchengestells des Autosamplers.
- Die 15 Proben stehen in den Positionen 10 bis 24 des Fläschchengestells des Autosamplers.
- Proben und Standards werden mit der Methode METH1 vermessen.

Dieses Beispiel geht von einer leeren Sequenztabelle aus. Wenn die Sequenztabelle nicht leer ist, setzen Sie den Punkt All Lines ein, zu dem Sie durch Eingabe der Delete-Schaltfläche [F6] kommen.

- 1 Wählen Sie die Sequence-Schaltfläche [F4] im Analysis-Bildschirm an.
- 2 Wählen Sie für die Sequenzzeile 1 die Insert-Schaltfläche [F7] an und geben Sie Enter ein:

Vial Range	10 to 24
#Inj	2
Inj. Volumen	Default
Method	METH1

- 3 Wählen Sie die Calibration-Schaltfläche [F1] an, um den Calibration Settings-Bildschirm für die Sequenzzeile 1 anzuzeigen und dann wählen Sie Edit an.
- 4 Geben Sie folgende Informationen ein:

Calibration vial range	90 to 92
-------------------------------	----------

Rekalibrierung mit einer Gruppe von Standards

Number of injections	2
Calibration method	METH1
Recalibrate every	5 vials multi
Before	On
After	Off

- 5 Wählen Sie die Done-Schaltfläche [F6] an, um die Eingaben zu akzeptieren.
- 6 Wählen Sie die Start-Schaltfläche [F8] im Sequence-Bildschirm an.
- 7 Drücken Sie auf die Enter-Taste, um die Sequenz zu starten.

Der Autosampler injiziert jetzt folgende Proben und Standards:

- Die drei Kalibrierstandards werden doppelt vermessen,
- dann die Proben 10 bis 14,
- Die drei Kalibrierstandards werden doppelt vermessen,
- die Proben 15 bis 19,
- Die drei Kalibrierstandards werden doppelt vermessen,
- die Proben 20 bis 24 und
- doppelte Vermessung der Standards.

Rekalibrierung mit mehreren Gruppen von Standards

In diesem Fall werden zwei verschiedene Gruppen von Proben, die des Typs A und B, analysiert.

Beim Typ A werden 5 µl injiziert und eine Stopzeit von 8 Minuten gewählt.

Beim Typ B werden 2 µl injiziert und eine Stopzeit von 5 Minuten gewählt.

Typ A wird wie folgt analysiert:

- Es werden 3 Kalibrierstandards unterschiedlicher Konzentration und 6 Proben vermessen.
- Jede Probe wird einmal vermessen.
- Die Kalibrierstandards werden doppelt und nach jeweils zwei Proben neu vermessen:

C1 C2 C3 S7 S8 C1 C2 C3 S9 S10 C1 C2 C3 S11 S12 C1 C2 C3

- Die Kalibrierstandards des Typs A befinden Sie in den Positionen 1, 2 und 3 des Autosampler-Probengestells und die 6 Probenfläschchen sind in den Positionen 7 bis 12.
- Proben und Kalibrierstandards werden mit der Methode METH1 vermessen.

Typ B wird wie folgt analysiert:

- Es werden 3 Kalibrierstandards unterschiedlicher Konzentration und 6 Proben vermessen.
- Jede Probe wird einmal vermessen.
- Die Kalibrierstandards müssen zuerst zweimal analysiert werden und dann nach jeweils drei Proben neu analysiert werden.

C1 C2 C3 S13-S15 C1 C2 C3 S16-S18 C1 C2 C3 S19-S21 C1 C2 C3

- Die Kalibrierstandards vom Typ B sind in den Positionen 4, 5 und 6 des Probentellers und die 9 Probenfläschchen befinden sich in den Positionen 13 bis 21, und
- die Proben und die Kalibrierstandards vom Typ B setzen verschiedene Methoden ein.

Rekalibrierung mit mehreren Gruppen von Standards

Die Proben werden mit der Methode METH2, die Kalibrierstandards mit METH3 analysiert. Diese Methoden enthalten dieselben analytischen Parameter und unterscheiden sich in der Stopzeit.

Dieses Beispiel geht von einer leeren Sequenztabelle aus. Wenn die Sequenztabelle nicht leer ist, setzen Sie den Punkt All Lines ein, zu dem Sie durch Eingabe der Delete-Schaltfläche [F6] kommen.

- 1 Wählen Sie die Sequence-Schaltfläche [F4] im Analysis-Bildschirm an.
- 2 Wählen Sie für die Sequenzzeile 1 die Insert-Schaltfläche [F7] an und geben Sie Enter ein:

Vial Range	7 to 12
#Inj.	1
Inj. Volumen	Default
Method	METH1

- 3 Wählen Sie die Calibration-Schaltfläche [F1] an, um den Calibration Settings-Bildschirm für die Sequenzzeile 1 anzuzeigen, und dann wählen Sie Edit an.
- 4 Geben Sie folgende Informationen ein:

Calibr. Vial Range	1 to 3
#Inj.	2
Inj. Volumen	Default
Calibr. Method	METH1
Recalibrate every	2 vials multi
Before	On
After	Off

- 5 Wählen Sie die Done-Schaltfläche [F6] an, um die Eingaben zu akzeptieren.
- 6 Aktivieren Sie die Zeile 2 (indem Sie die Auswahl Taste drücken) und geben Sie die Enter-Taste ein.
- 7 Geben Sie in Sequenzzeile 2 ein:

Vial Range	13 to 21
#Inj.	1

Rekalibrierung mit mehreren Gruppen von Standards

Inj. Volumen Default

Method METH2

8 Wählen Sie die Calibration-Schaltfläche [F1] an, um den Calibration Settings-Bildschirm für die Sequenzzeile 1 anzuzeigen, und dann wählen Sie Edit an.

9 Geben Sie folgende Informationen ein:

Calibr. Vial

Range 4 to 6

#Inj 2

Inj. Volumen Default

Calibr. Method METH3

Recalibrate

every 3 vials multi

Before On

After Off

10 Wählen Sie die Done-Schaltfläche [F6] an, um die Eingaben zu akzeptieren.

11 Wählen Sie die Start-Schaltfläche [F8] im Sequence-Bildschirm an.

12 Drücken Sie auf die Enter-Taste, um die Sequenz zu starten.

Der Autosampller injiziert jetzt folgende Proben und Standards:

- Drei Doppelvermessungen der Kalibrierstandards des Typs A
- Die Proben des Typs A in den Positionen 7 und 8
- Drei Doppelvermessungen der Kalibrierstandards des Typs A
- Die Proben des Typs A in den Positionen 9 und 10
- Drei Doppelvermessungen der Kalibrierstandards des Typs A
- Die Proben des Typs A in den Positionen 11 und 12
- Drei Doppelvermessungen der Kalibrierstandards des Typs A
- Drei Doppelvermessungen der Kalibrierstandards des Typs B
- Die Proben des Typs B in den Positionen 13, 14 und 15
- Drei Doppelvermessungen der Kalibrierstandards des Typs B
- Die Proben des Typs B in den Positionen 16, 17 und 18

Analysenserien mit mehreren Proben

Rekalibrierung mit mehreren Gruppen von Standards

- Drei Doppelvermessungen der Kalibrierstandards des Typs B
- Die Proben des Typs B in den Positionen 19, 20 und 21
- Drei Doppelvermessungen der Kalibrierstandards des Typs B

Synchronisieren der Analysen mit externen Geräten

Man kann das System mit einem APG Remote-Anschluß mit externen Geräten verbinden und die Analysen zu synchronisieren. Das ist dann notwendig, wenn ein externes Gerät Zeit benötigt, um für eine neue Analyse bereit zu sein, und wenn die Übermittlung einer Startanforderung nötig ist (siehe “Anschluß externer Geräte” auf Seite 58, wo Sie weitere Informationen über Schnittstellen finden).

Wenn Sie eine Analyse durch Eingabe der Start-Schaltfläche [F8] starten, wird ein Fenster angezeigt, in dem Sie die Sequenz-Modi sehen können, die ausgewählt werden können.

In jedem Falle sollten Sie alle Analysenvorbereitungen mit Hilfe des Steuermoduls durchführen.

HINWEIS

Eine “Start”-Anweisung wird benötigt, um den Analysenlauf mit der Injektion starten. Diese wird meist vom Autosampler ausgegeben.

Eine “Start Request”-Anweisung bewirkt, daß der Autosampler das nächste Probenfläschchen ergreift und es unter die Injektionsnadel schiebt (siehe auch “APG Remote” auf Seite 58 und “Optimieren der Leistungsfähigkeit des Autosamplers” auf Seite 93)

Die “Start-Schaltfläche” [F8] des Steuermoduls wird eingesetzt, um eine Vial Range- oder Sequence-Analyse zu starten.

Standard

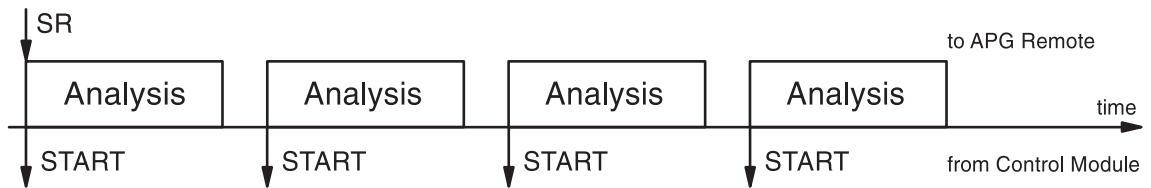
Im Standard-Modus wird die Analyse unter Oberaufsicht des Steuermoduls durchgeführt. Das Steuermodul gibt eine Start Request-Anweisung an den Autosampler heraus, sobald alle Module für die nächste Analyse bereit sind. Der Autosampler gibt die Start-Anweisung im Augenblick der Injektion heraus. Wenn nur ein Agilent 1100 Autosampler in das System integriert ist und keine externen Geräte vorhanden sind, dann ist dies die normale Betriebsweise.

Aussenden einer Single Start Request-Anweisung

Nachdem Sie die Analyse über das Steuermodul gestartet haben, wird diese eine Einzelstartanforderung (Single Start Request) auf den APG Remote-Leitungen herausgeben. Dadurch wird das externe Gerät aktiviert, das dann bei der Injektion jeder Analyse ein Start-Signal aussendet. Der Vial Range (Probenbereich) oder die Sequenz wird durch das Steuermodul gestartet, aber für jede neue Injektion muß das externe Gerät die Start-Anweisung geben

Abbildung 18

Aussenden einer einzelnen externen Start-Anforderung (Single External Start Request)



In diesem Modus verfolgt das Steuermodul nur den Fortgang beim Vial Range (Probenbereich) oder bei der Sequenz. Sie wird dabei die richtige Probe angeben, die Sequenzzeilen wechseln, und dann die Methoden laden oder andere von der Sequenz geforderten Aktionen für jeden Lauf durchführen.

Aussenden einer wiederholten Start-Anforderung (Repeated Start Request)

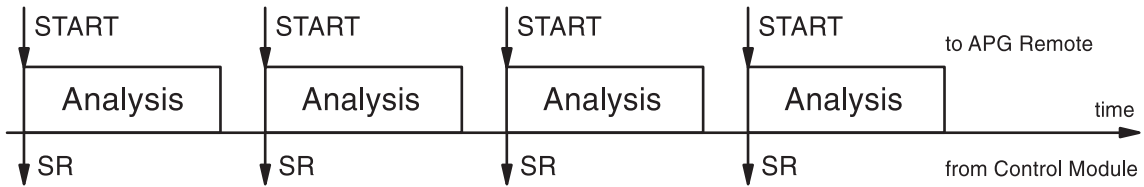
Dies bewirkt, daß das Steuermodul Startanforderungen vor jedem Lauf herausgibt. Das externe Gerät startet dann jede Injektion durch Aussenden eines Startsignals über die APG Remote-Leitung. Das bedeutet, daß, nachdem das Programm auf dem Steuermodul abgearbeitet worden ist und die Start-Schaltfläche [F8] eingegeben worden ist, ein Start Request vor jedem Lauf herausgegeben wird. Das externe Gerät muß dann die Start-Anweisung für den Injektionsvorgang geben.

Abbildung 19

Aussenden einer wiederholten externen Start-Anforderung (Repeated External

Synchronisieren der Analysen mit externen Geräten

Start Request



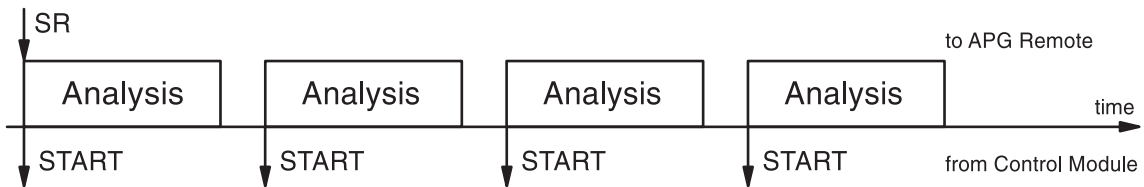
Auch hier verfolgt das Steuermodul nur den Fortgang der Analyse.

Warten auf eine Einzel-(Externe)-Startanforderung (Single (External) Start Request)

Nach der Eingabe der Start-Schaltfläche [F8] wartet der Autosampler auf eine Einzel-(Externe)-Startanforderung auf den APG Remote-Leitungen. Wenn die Startanforderung angekommen ist, dann wird die gesamte Vial Range oder Sequenz abgearbeitet, so wie es im Standard-Modus nach der Anweisung des Steuermoduls erfolgen würde.

Abbildung 20

Warten auf eine Einzel-Externe-Startanforderung

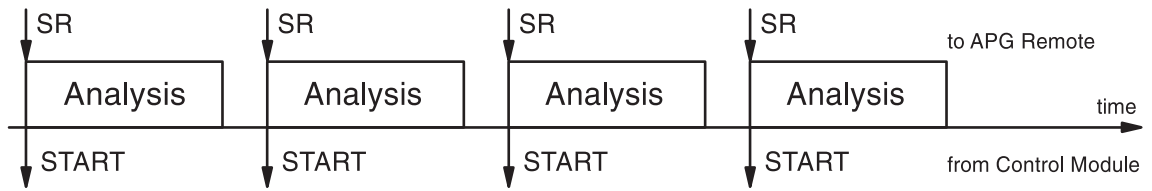


Warten auf eine wiederholte Startanforderung

Nach der Eingabe der Start-Schaltfläche [F8] wartet der Autosampler vor jedem Probenfläschchen im Bereich oder in der Sequenz auf externe Startanforderungen. Sie müssen vom externen Gerät ausgehen. Dieser Modus wird notwendig, wenn das externe Gerät Zusatzzeit benötigt, um für die nächste Analyse bereit zu werden, und so den Startzeitpunkt selbst festlegen muß.

Abbildung 21

Warten auf eine wiederholte externe Startanforderung



HINWEIS

Ein Agilent 1100 Variabler Wellenlängendetektor oder Dioden-Array-Detektor muß erst eine Balance durchführen, (vorausgesetzt, daß das Auto Balance im Prerun im More... Settings-Bildschirm gesetzt worden ist,) wenn eine Start-Anweisung von dem Steuermodul eintrifft. Das geschieht nur im Standard - und im Wait for Single (Repeated) Start Request-Modus. Im Send Single (Repeated) Start Request-Modus wird eine Balance vor dem Analysenlauf NICHT durchgeführt. Wenn eine reguläre Abgleichung erforderlich ist, dann sollten Sie das Auto Balance-Kontrollkästchen für Postrun ankreuzen.

Analysenserien mit mehreren Proben

Synchronisieren der Analysen mit externen Geräten

Durchführen eines Injektorprogramms

Erstellung von Injektorprogrammen

Ein Injektorprogramm aufbauen

Ein Injektorprogramm ist Teil einer Methode. Der Injektor Program-Bildschirm ist zugänglich über die Injektorprogramm-Schaltfläche [F3] im Autosampler Settings-Bildschirm.

In diesem Abschnitt wird ein Injektorprogramm mit einer Vorsäulenderivatisierung beschrieben. Diese ist erforderlich, wenn Analysesubstanzen nicht mit der erforderlichen Empfindlichkeit detektiert werden können, z. B. weil keine Chromophoren vorhanden sind.

Bei der Erstellung des Programms werden Sie folgende Schritte ausführen:

- LC-System auf Standardwerte setzen
- Die Einstellungen im Injektor-Programm im Inj. Programm-Bildschirm modifizieren, während die anderen Einstellungen auf ihren vorgegebenen (default) Werten verbleiben, und
- Speichern der Methode unter dem Namen DERIV.

Start der Methode DERIV führt das Programm mit Derivatisierung und dann den analytische Lauf aus.

Im ersten Programmschritt wird Derivatisierungsreagens, gefolgt von Probe und erneut Derivatisierungsreagens in die Nadel gesaugt. Zur intensiven Vermischung von Reagens mit Probe wird der Kolben in der Ansaugvorrichtung des Autosamplers hin und her bewegt. Dies führt via Auf- und Ab-Bewegung von Probe und Reagens in der Kapillare zur Durchmischung. Danach wird eine Pause abgewartet, in der sich die Derivatisierungsreaktion vervollständigen kann, bevor die Analyse begonnen wird.

Die Einstellungen für das Injektorprogramm eingeben

- 1 Rufen Sie den Analysenbildschirm auf.
- 2 Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] an.
- 3 Wählen Sie aus dem Menü den Punkt LC Settings (Einstellungen der LC)
- 4 Wählen Sie die Default-Schaltfläche [F6] und dann die Yes-Schaltfläche aus, um die vorgegebenen Werte zu laden.
- 5 Drücken Sie auf die Esc-Taste, um zum Analysis-Menü zurückzukehren.
- 6 Wählen Sie die Settings-Schaltfläche [F1] an.
- 7 Wählen Sie den Punkt Autosampler aus dem Menü.
- 8 Geben Sie die Inj.Program-Schaltfläche [F3] ein, um den Program-Bildschirm anzuzeigen.
- 9 Wählen Sie für die Programmzeile 1 die Insert-Schaltfläche [F7] an.
- 10 Suchen Sie die DRAW-Funktion aus und geben Sie die Zeichnen-Funktionen ein, wie es in der Tabelle 4 beschrieben ist.
- 11 Geben Sie die Enter-Schaltfläche [F7] ein, um die Eingaben zu akzeptieren.
- 12 Wiederholen Sie diese Prozedur für alle erforderlichen Eingaben.
- 13 Geben Sie die Esc-Taste solange ein, bis Sie zum Settings-Bildschirm zurückgekehrt sind.

Programmzeilen für den Injektor

Tabelle 4 auf Seite 172 beschreibt die Programmzeilen, die die erforderliche Derivatisierungsreaktion durchführen werden.

Tabelle 4**Injektor-Programm Zeilen**

Zeile	Funktion	Parameter	Bemerkung
1	DRAW	2 µl (AMOUNT) von Air (SOURCE)	2 µl Luft zur Trennung der mobilen Phase von der Probe in die Nadelkapillare saugen
2	DRAW	1 µl (AMOUNT) aus dem Probengefäß 1(SOURCE)	1µl Derivatisierungsreagens aus Fläschchen #1 im Probenteller in die Nadelkapillare saugen.
3	Wash	in Probengefäß 2 (VIAL), 1 mal (Cycles)	Reinigen der Nadelspitze im Reinigungsfläschchen #2.
4	DRAW	2 µl (AMOUNT) aus dem Probengefäß (SOURCE)	2 µl Probe zum Derivatisierungsvolumen, das sich bereits in der Nadelkapillaren befindet, hinzufügen.
5	Wash	in Fläschchen 2 (VIAL), 1 mal (CYCLE)	Reinigen der Nadelspitze im Reinigungsfläschchen #2.
6	DRAW	1 µl (AMOUNT) aus Fläschchen 1 (SOURCE)	1µl Derivatisierungsreagens aus Fläschchen #1 zur Derivatisierungsmischung in der Nadel hinzufügen.
7	MIX	6 µl (AMOUNT) in Seat (SOURCE), mit 500 µl/Min (SPEED), 8 mal (REPEAT)	6 µl mit einer Geschwindigkeit von 500 µl/Minute im Nadelsitz acht mal mischen.
8	WAIT	0.5 Minuten (WAIT)	0,5 Minuten Reaktionszeit abwarten
9	INJECT		Injektion der Mischung und Analysenstart.

Speichern der Methode

- 1** Wählen Sie die Method-Schaltfläche [F3] im Analysis-Bildschirm an.
- 2** Suchen Sie die Save As-Schaltfläche [F8] aus.
- 3** Geben Sie Method Name als DERIV ein und verwenden Sie dabei die Auswahltasten (siehe auch “Spezifizieren einer Methodenbezeichnung (Method Name)” auf Seite 42)
- 4** Geben Sie die Done-Schaltfläche [F6] ein, um die Methode abzuspeichern.
- 5** Drücken Sie auf die Esc-Taste, um zum Analysis-Bildschirm zurückzukehren.

Das Injektor-Programm ist nun Teil der Methode genannt DERIV und kann gestartet werden, indem man die Start-Schaltfläche [F8] im Analysis-Bildschirm anwählt.

Durchführen eines Injektorprogramms

Speichern der Methode

A

Abnutzungszähler, 83
Abspeichern als-Schaltfläche, 42
Add-Schaltfläche, 54
Agilent ChemStation, 58
 Funktionen, 68
 Restriktionen, 68
Agilent im Internet, 188
Aktions-Tasten, 22
aktive Signal, 52
Aktualisieren der Firmware, 61
Aktualisierung der Firmware
 ausführen, 63
 ausgewählte Datei, 63
 Boot Loader Firmware, 67
 LC modul, 63
 Operation-Firmware, 66
 resident, Betrieb, 63
 schalten der Modi, 64
 Steuermodul, 62
 Transfer, 63
 überprüfen der Version, 65
 Versions-Nr., 65
 Vorbereitung, 64
allgemeine Funktionen, 37
alphabetische Zeichen, 22
alphanumerische Zeichen, 22, 43
alphanumerisches Tastenfeld, 23
Analogausgang
 Dioden-Array-Detektor, 119
 Fluoreszenz-Detektor, 119
 Variabler Wellenlängen-Detektor,
 119
Analyse
 automatisiert, 49
 automatisierte, 49
 Gradient, 141
 isokratisch, 131
 mehrere Gefäße, 151
 starten, 139, 150
 Zeitprogrammierung, 47
Analsenserien mit mehreren Proben,
 151
Analysis-Bildschirm, 24
 angezeigte Module, 37
 drucken, 56
 Einstellungen, 25
 Information, 25
 Menüstruktur, 26
 Setup View, 37
angezeigte Module, 37
Ansichten, 25
Ansichten Schaltfeld, 24
Anwenderkennung, 44
APG Remote
 beenden, 59
 Bereit, 59
 herunterfahren, 58
 Interface, 58
 Start, 59
 Strom einschalten (power on), 58
 vorbereiten, 59
APGRemote
 Startanforderung, 59
Arbeiten mit dem Steuermodul, 35
arbeiten mit Methoden, 41
Aufzeichnung
 Pumpe, 83
Aufziehgeschwindigkeit, 93
Ausrichten des Transportarms, 96
Ausstoßgeschwindigkeit, 93
Auswahl von Signalen, 51
Auswahl-Tasten, 22
auswaschen der Nadel, 93
automatisierte Analysen, 49
auto-on, 38
Autosampler
 Arbeiten mit, 91
 Aufziehgeschwindigkeit, 93
 Ausrichten des Transportarms, 96
 Ausstoßgeschwindigkeit, 93
 Draw Position Offset, 93
 Eingabe der Einstellungen, 93
 externe Kontakte, 92
 fehlendes Probenfläschchen, 92
 Fehlersuche, 99
 Hilfssignale (Auxiliary Signals), 95
 Injektionsvolumen, 93
 Injektions-Modi, 93
 Injektorprogramm, 93
 Konfiguration, 92
 Laufzeiten, 93
 Nadel auswaschen, 93
 Nadelsitzvolumen, 92
 Optimierung, 93
 Prefetch, 93

 Probendurchsatz, 93
 Probenteller, 92
 Schnittstellen, 92
 Spritzenvolumen, 92
 Tests, 99
 Thermostat, 95
 Theta-Korrektur, 96
 Überlappende Injektionen, 93
 verkürzen der Analysenzeit, 93
 Vorgabewerte, 98
 Vorgeschichte verfolgen, 97
 Wasch-Modus, 93
 Wasch-Probenfläschchen, 93
 x-Korrektur, 96
 Zeittabelle, 93
 Zurücksetzen, 98
Auxiliary Signals, 95

B

Balance, 113
Balance-Schaltfläche, 113
Banner-Text, 56
Baudrate, 56
BCD Interface, 58
Beendigungsaktionen, 49
bei Fehler, 38
Betriebs-Firmware, 63
Betriebszeit, 54
Bildschirme
 Analysis, 24, 25, 26
 Ansichten, 25
 Aufzeichnungen, 54
 Config, 56
 Einstellungen, 37
 Kontrast, 37
 Methode, 57
 Plot, 24, 31, 51
 Proben, 24, 29
 Programm, 57
 Sequenz, 49
 Status, 24, 29
 System, 24, 28
 Zeittabelle, 42
Boot Loader Firmware, 67
Brechungsindex-Detektor
 automatisches Recycling, 112
 Einstellungen, 112
 Peakbreite, 112

-
- Polarität, 112
 - Zellentemperatur, 112
 - Zero, 113
- C**
- Calibration-Schaltfläche, 49
 - CAN (Controller Area Network), 36
 - Chromatogramm, 148
 - Column ID-Schaltfläche, 124
 - Column Switch-Schaltflächen, 125
 - Control Module Versions, 33
 - Cursor, 53
 - Cursor-Schaltfläche, 53
- D**
- Datum und Zeit, 37
 - Degaser
 - Arbeiten mit, 87
 - On/Off, 88
 - Wechseln der Lösungsmittel, 90
 - den Autosampler optimieren, 93
 - Detektor
 - Dioden Array, 109
 - Fluoreszenz, 109
 - variable Wellenlänge, 109
 - Zurücksetzen der Basislinie, 113
 - Die Analyse starten, 139
 - Dioden-Array-Detektor, 109
 - Analogausgang, 114
 - Autobalance, 111
 - Balance, 113
 - Bandbreite, 111
 - die Vorgeschichte verfolgen, 116
 - Einstellungen, 111
 - Fehlersuche, 115
 - Lampe On/Off, 110
 - Peakbreite, 111
 - Schnittstellen, 114
 - Spaltbreite, 111
 - Tests, 115
 - Wellenlänge, 111
 - zurücksetzen, 117
 - Zurücksetzen der Basislinie, 113
 - Display, 51
 - Draw Position Offset, 93
 - drucken
 - Aufträge löschen, 57
 - Grafik, 53
 - Kopienanzahl, 57
 - Logbücher, 57
 - Plot, 56
 - Schnittstelle, 58
 - Durchführen einer isokratischen Analyse, 131
- E**
- early maintenance feedback (EMF)
 - Zähler, 64
 - Eigenschaften, 16
 - Einheiten, 38
 - Einstellen der Ansicht, 37
 - Einstellungen, 111
 - Brechungsindex-Detektor, 112
 - Detektoren, 111
 - Dioden-Array-Detektor, 111
 - Fluoreszenzdetektor, 111
 - Multi-Wellenlängen-Detektor, 112
 - einstufige Kalibrierung, 155
 - EMF Grenzwerte (Early Maintenance Feedback, Wartungshinweise), 17
 - Indikator, 54
 - EMF-Schaltfläche, 55
 - End Actions-Schaltfläche, 49
 - Enter-Taste, 21
 - Entfernen-Schaltfläche, 37
 - Entgaser
 - Entfernen von Gasblasen, 89
 - Statuslampe, 88
 - Error-Logbuch, 54
 - Esc Taste, 21
 - Execute-Schaltfläche, 63
 - Externe Geräte, 58
- F**
- fehlendes Probenfläschchen, 92
 - Fehlersuche
 - Autosampler, 99
 - Detektoren, 115
 - Logbuch, 39
 - Pumpe, 82
 - Säulenthmostat, 126
 - Steuermodul, 39
 - Firmware
 - Operation-Modus, 64
 - Resident -Modus, 64
 - überprüfen der Version, 65
 - Versions-Nr., 54, 65
 - Firmware-Aktualisierung, 61
 - Fluoreszenzdetektor, 109
 - 3D-Scan, 111
 - Analogausgang, 114
 - Anregungswellenlänge, 111
 - Emissionswellenlänge, 111
 - Fehlersuche, 115
 - Lampe On/Off, 110
 - Mehrere-Wellenlänge, 111
 - Peakbreite, 111
 - Phosphoreszenz-Detektion, 111
 - PMT-Gain, 111
 - Schnittstellen, 114
 - Tests, 115
 - Vorgeschichte, 116
 - zurücksetzen, 117
 - Zurücksetzen der Basislinie, 113
 - Früher Wartungs-Feedback (EMF), 83
 - Grenzwerte für die Einstellungen, 55
 - Logbuch, 55
 - Funktions-Schaltflächen, 19
- G**
- Garantie
 - Dienste, 183
 - Erklärung, 181
 - Verantwortlichkeit von Agilent Technologies, 183
 - GLP Entsprechung, 16
 - GPIO Interface, 58
 - Gradientenanalyse, 141, 148
 - Gradientenlauf, 144
 - Grafiken, 51
 - grafisches Display, 51
 - Greifer, 96
- H**
- Herunterfahren der Pumpe, 81
 - Hilfe, 19
 - Hinzufügen-Schaltfläche, 37
 - Hubvolumen, 80
- I**
- I (Info)-Taste, 19
 - ID Tag, 124
 - Identify-Schaltfläche, 54
 - Ikons

EMF, 28, 54
 Initialisieren, 45
 Injektions-Modus, 93
 Injektionsventil
 manuell, 101
 Injektionsvolumen, 93
 Injektor-Programm, 169
 Beispiel, 172
 drucken, 57
 eingeben der Einstellungen, 171
 erstellen, 170
 Injektorprogramm, 93
 Insert-Schaltfläche, 153
 Interfaces, 58
 Interfaces-Schaltfläche, 58
 interne Diagnoseverfahren, 39
 Internet, 188
 isokratische Analyse, 131
 isokratische Standardprobe, 132

K

Kalibrierung, 49, 155, 157
 Detektor, 119
 einstufig, 155
 mehrstufig, 157
 Sequenz, 155, 157
 Wellenlänge, 119
 Kanäle, 77
 Koexekution, 68
 Kolbenhub, 79
 Kompressibilität, 78
 konfigurieren, 38
 Kontext-Menü, 20
 Kontrast, 37

L

Lampe On/Off
 Dioden-Array-Detektor, 110
 Fluoreszenzdetektor, 110
 variabler Wellenlängendetektor, 110
 Lampenzündungsroutine, 118
 Lamp-Schaltfläche, 110
 LC System
 Aktualisierung der Firmware, 63
 Allgemeine Funktionen, 38
 Herunterfahren (Shut-down), 49
 konfigurieren, 38
 LED, 54

Liquimeter, 83
 Logbook-Schaltfläche, 49
 Logbücher, 54
 ausschreiben, 39
 Detektor, 116
 drucken, 57
 einstellen, 54
 Fehler, 54
 Säulthermostat, 126
 Sequenz, 49
 System, 55
 Wartung, 54
 Löschen aller Methoden, 45
 Löschen einer Methode, 45
 Lösungsmittel, 90
 Lösungsmittelzusammensetzung, 77,
 133

M

M (Menü)-Taste, 20, 43
 manuelles Injektionsventil, 101
 Ausführen einer Injektion, 103
 Befüllen der Probenschleife, 104, 108
 Füllen der Schleifen, 104
 partielles Befüllen der
 Probenschleife, 105
 Positionen, 102
 Probe, 106, 107
 Vollschleifenfüllung, 104
 Maximize Plot-Bildschirm, 52
 mehrstufige Kalibrierung, 157, 158
 mehrstufige Rekalibrierung
 mehrere Standards, 160
 Menü-Schaltflächen, 19
 Methode, 25
 abspeichern, 136, 147
 Abspeichern auf die PC Card, 45
 alle löschen, 45
 Anwenderkennung, 44
 arbeiten mit, 41
 Austausch mit der PC Card, 45
 drucken, 57
 Laden, 41
 Laden der PC Card, 45
 Löschen, 45
 Modifizieren, 42
 partielle Methode, 42
 PC Card, 41

Schutz, 43
 spezifizieren eines Namens, 42
 Typen, 41
 Method-Schaltfläche, 41
 MIO Interface, 58
 Modifizieren einer Methode, 42
 Module identifizieren, 54
 Module Status, 26
 Modul-Schaltfläche, 41
 Move-Schaltfläche, 51
 Multi-Wellenlängen-Detektor, 112
 Bandbreite, 112
 Einstellungen, 112
 Peakbreite, 112
 Spaltbreite, 112

N

Nadel auswaschen, 93
 Nadelsitzvolumen, 92
 Navigations-Taste, 21
 numerische Tasten, 22
 numerisches Tastenfeld, 23

O

On/Off, 37, 77
 Degaser, 88
 Dioden-Array-Detektor, 110
 Fluoreszenzdetektor, 110
 Pumpe, 74
 Säulthermostat, 122
 Variabler Wellenlängendetektor, 110
 On/Off-Schaltfläche, 26, 37, 77, 110, 122
 Online Hilfe, 19
 Online Informations-System, 19
 Operation-Modus, 64

P

Page-Schaltfläche, 56
 Papiergröße, 56
 Parameteränderungen, 54
 partielle Methode, 42
 PC Card
 Abspeichern einer Methode, 45
 Austausch einer Methode, 45
 Einsetzen und Entnehmen, 40
 Initialisieren, 45
 Laden einer Methode, 45
 PC Card-Schaltfläche, 45

-
- Pfeiltasten, 22
 - Plot-Bildschirm, 31, 51
 - Cursor, 53
 - Darstellung exakter Werte, 53
 - drucken, 56
 - eine Grafik ausdrucken, 53
 - maximiere, 52
 - neu skalieren, 51
 - Signale hin- und herschalten, 52
 - Signaleinheit-Achse, 52
 - x / y-Werte, 53
 - x-Achse, 51
 - y-Achse, 52
 - Zeit-Achse, 51
 - Plot-Schaltfläche, 26
 - aktive Signal, 52
 - Pop-up Menü, 24
 - Prepare Signal, 59
 - Printer Setup, 56
 - Printer-Schaltfläche, 56
 - Printing-Bildschirme, 56
 - Print-Schaltfläche, 57
 - Probe
 - Menge, 106
 - Probenteller, 92
 - Produkt-Nr., 54
 - Produkt-Nummer, 18
 - Pumpe, 73
 - Aufzeichnung der vorangehenden Ereignisse, 83
 - Einsatz, 73
 - Einstellen der Kompressibilität, 78
 - Einstellungen, 75
 - Fehlersuche, 82
 - Herunterfahren, 81
 - Hub, 80
 - Kanäle und Zusammensetzung, 77, 145
 - Kolben, 79
 - On/Off, 74
 - spülen, 76
 - Ventil, 76
 - zurücksetzen, 84
 - zurücksetzen der Einstellungen, 85
 - Punkt (.) Taste, 43

 - R**
 - Ränder, 56

 - Ready-Signal, 59
 - Recalibration
 - alter/multi, 49
 - recalibration, 158
 - Records-Schaltfläche, 54
 - Rekalibrierung mit der selben Gruppe der Standards, 158
 - Rescale Plot-Bildschirm, 51
 - Rescale-Schaltfläche, 31, 52, 149
 - Reset-Schaltfläche, 84, 98
 - residente Firmware, 63
 - Resident-Modus, 64
 - Restore-Schaltfläche, 52
 - Right-Schaltfläche, 124
 - RS232-Schnittstelle, 58

 - S**
 - Samples-Bildschirm, 29
 - drucken, 56
 - Säule, 132
 - Säulen ID Modul, 124
 - Säulenschaltventil, 125
 - Säulenthermostat
 - Column ID, 127
 - Einsatz, 121
 - Einstellungen, 122
 - Fehlersuche, 126
 - Heiz-Modi, 125
 - ID Tag, 124
 - Konfiguration, 123
 - Modi, 125
 - On/Off, 122
 - Säule, 132
 - Säulenidentifizierung, 124
 - Säulenschaltventil, 125
 - Tests, 126
 - verfolgen der ID-Vorgeschichte, 127
 - verfolgen der Vorgeschichte, 126
 - zurücksetzen, 127
 - Schaltfelder
 - Ansichten, 24
 - Schaltfläche
 - Tests, 126
 - verwandt, 20
 - Schaltflächen, 77
 - abspeichern als, 42
 - Aktualisierung der Firmware, 64
 - Analog, 119
 - Ansichten, 24, 25
 - Aufzeichnungen, 54
 - ausführen, 63
 - ausrichten, 96
 - Auswahl, 51
 - Balance, 113
 - Beendigungsaktionen, 49
 - Column ID, 124
 - Cursor, 53
 - Datei auswählen, 63
 - drucken, 57
 - Einfügen, 47, 153
 - Einstellungen, 25
 - EMF, 55
 - entfernen/hinzufügen, 37
 - Funktion, 19
 - hinzufügen, 37
 - identifizieren, 54
 - Initialisieren, 45
 - Interfaces, 92
 - Kalibrierung, 49
 - konfigurieren, 38
 - Kopieren, 46
 - Lampe, 110
 - Logbuch, 49
 - Lösungen, 47
 - Menü, 19
 - Methode, 25, 41
 - Module, 41
 - neu skalieren, 52
 - On/Off, 26, 74, 88, 110, 122
 - PC Card, 45
 - Plot, 26
 - Printer, 56
 - rechts, 124
 - Rescale, 31, 149
 - Säulenschaltung, 125
 - Schreiben, 124
 - Search, 19
 - Seite, 56
 - Sequenz, 25, 49
 - Serial, 56
 - Settings, 42
 - Setup, 37, 51, 57
 - Signal, 99
 - Spooler, 57
 - Start, 164
 - Start/Stop, 26

-
- Temp, 122
 - Tests, 82, 96, 99, 115
 - Transfer, 63
 - Verschieben, 51
 - vorhergehend, 20
 - wiederherstellen, 52
 - Zeittabelle, 25, 47
 - Zero, 113
 - zufügen, 54
 - zurücksetzen, 84, 98
 - Schnittstellen, 58, 92
 - APG Remote, 58
 - BCD, 58
 - GPIB, 58
 - MIO, 58
 - serielle/RS232, 58
 - Schritt zurück, 43
 - Schützen einer Methode, 43
 - Search Schaltfläche, 19
 - Seitenlayout, 56
 - Select-Schaltfläche, 51
 - Sequence-, 49
 - Sequence-Modus, 164
 - Sequenz, 25, 49, 153, 155, 157
 - Beendigungsaktionen, 49
 - drucken, 57
 - Kalibrierung, 49, 155, 157
 - Logbuch, 49
 - Recalibration, 49
 - Serial-Schaltfläche, 56
 - serielle Schnittstelle, 58
 - Serien-Nummer, 18, 54
 - Settings-Schaltfläche, 25, 42
 - Setup Schaltfläche, 37
 - Setup View, 37
 - Setup-Logbücher, 54
 - Setup-Schaltfläche, 51, 57
 - Signal beenden, 59
 - Signal herunterfahren, 58
 - Signale hin- und herschalten, 52
 - Signaleinheit-Achse, 52
 - Signals-Schaltfläche, 99
 - speichern einer Methode, 136, 147
 - speichern, 43
 - Spooler-Schaltfläche, 57
 - Spritzenvolumen, 92
 - Spülen
 - Durchführen, 77
 - Ventil, 76
 - Spülung
 - Pumpe, 76
 - Standard isokratische Probe, 132
 - Standard-Modus, 164
 - Start Request-Signal, 59, 164, 165
 - externes, 166
 - Start/Stop-Schaltfläche, 26
 - Starten des Degasers, 88
 - starten einer Analyse, 150
 - Start-Schaltfläche, 164
 - Startsignal, 59, 164
 - Status-Bildschirm, 29
 - stellen auf On/Off
 - Säulenthmostat, 122
 - Steuermodul
 - Agilent ChemStation, 68
 - Aktualisierung der Firmware, 62
 - allgemeine Funktionen, 37
 - angezeigte Module, 37
 - arbeiten mit, 35
 - Bildschirme, 37
 - Eigenschaften, 16
 - Fehlersuche, 39
 - Installation, 36
 - Koexekution, 68
 - Kontrast, 37
 - Produkt-Nummer, 18
 - Restriktionen, 68
 - Serien-Nummer, 18
 - Software, 24
 - Symbolleiste, 24
 - Tasten, 18
 - Überblick, 18
 - verfügbare Module, 37
 - Strom auf Signal (power on signal), 58
 - System-Bildschirm
 - Information, 28
 - Menü-Struktur, 29
 - System-Logbuch, 55
- T**
- Tag, 124
 - Tasten
 - Aktion, 22
 - alphanumerisch, 22
 - Auswahl, 22
 - Enter, 21
 - Esc, 21
 - Info, 19
 - Menü, 20
 - Navigation, 21
 - numerisch, 22
 - Richtung, 22
 - Tastenfeld, 23
 - Überblick, 18
 - Tastenfeld, 23
- Tests**
- Autosampler, 96, 99
 - Detektor, 115
 - Säulenthmostat, 126
 - Tests-Schaltfläche, 82, 96, 99, 126
 - thermostatisierter Autosampler, 95
 - Display-Signale, 95
 - Einstellungen, 95
 - Hilfssignale, 95
 - Kühlung (Heat Sink), 95
 - Kühlventilator (Heat Sink Fan), 95
 - Parameter, 95
 - Plot, 95
 - Signale, 95
 - Umgebungstemperatur, 95
- Theta-Korrektur, 96**
- Transfer, 64**
- Transfer-Schaltfläche, 63**
- Transportarm ausrichten, 96**
- U**
- überlappende Injektionen, 93
- V**
- Variabler Wellenlängendetektor, 109
 - Analogausgang, 114
 - Balance, 113
 - die Vorgeschichte verfolgen, 116
 - Einstellungen, 111
 - Fehlersuche, 115
 - Lamp On/Off, 118
 - Lampe On/Off, 110
 - Lampenzündungsroutine, 118
 - Schnittstellen, 114
 - Signalpolarität, 111
 - Spektrum, 111
 - Tests, 115
 - Wellenlänge, 111
 - Wellenlängenkalibrierung, 119
-

-
- zurücksetzen, 117
Zurücksetzen der Basislinie, 113
- Ventil
Ausführen einer Injektion, 103
Befüllen der Probenschleife, 104, 108
manuell, 101
öffnen, 76
partiell Befüllen der
 Probenschleife, 105
Positionen, 102
Probe, 106, 107
Säulenthermostat, 125
verfügbare Module, 37
Verfügbare Signale, 51
Versionen des Steuermoduls
 G1323A, 33
 G1323B, 33
Versions-Nr., 65
 überprüfen, 65
verwandte Schaltfläche, 20
Verwendung eines Injektorprogramms,
 169
Views-Schaltfläche, 24
Vorgeschichte
 Autosampler, 97
 Detektor, 116
 Säulenthermostat, 126
vorhergehende Schaltfläche, 20
Vortransport (Prefetch), 93
- W**
Wartung, 17, 54
Wartungshinweise (Early Maintenance
 Feedback = EMF), 17, 28, 55
Wartungs-Logbuch, 54
Wasch-Modus, 93
Wasch-Probenfläschchen, 93
Wechseln der Lösungsmittel, 90
Wellenlängenkalibrierung, 119
Write-Schaltfläche, 124
- X**
x / y-Werte, 53
x-Achse, 51
x-Korrektur, 96
- Y**
y -Achse, 52
- Z**
Zeit und Datum, 37
Zeit-Achse, 51
zeitaus, 38
Zeitprogrammierung, 47
Zeittabelle, 25, 47
 Autosampler, 93
 drucken, 57
 Einstellung, 47
 Kopieren / Einfügen, 48
Zeittabelle-Schaltfläche, 47
Zero-Schaltfläche, 113
Zurücksetzen
 Autosampler, 98
zurücksetzen
 Autosampler-Vorgabewerte, 98
 Basislinie, 113
 Detektor, 117
 Pumpeneinstellungen, 85
 Säulenthermostat, 127
Zurücksetzen der Basislinie, 113
Zurücksetzen der Pumpe, 84
-

Garantieerklärung

Alle Produkte für die Chemische Analyse

Agilent Technologies garantiert, daß die vertriebenen Produkte für die Chemische Analyse frei von Defekten im Material und von der Herstellung sind. Wenn Sie Details über die Garantieperiode für Ihr Land wissen wollen, dann wenden Sie sich bitte an Agilent. Während der Garantieperiode wird Agilent die Produkte, die sich als defekt erwiesen haben, in eigener Entscheidung entweder reparieren oder ersetzen. Produkte, die von Agilent installiert wurden, haben eine Garantie, die vom Installationsdatum läuft. Bei allen anderen Produkten gilt das Versanddatum.

Wenn der Käufer das Installationsdatum um mehr als 30 Tage nach der Lieferung plant oder dorthin verschiebt, dann startet die Garantieperiode am 31. Tag nach dem Versanddatum (bzw. 60 und 61 Tage bei Produkten, die international versandt werden).

Agilent garantiert, daß die Software und Firmware, die von Agilent für den Einsatz mit einer CPU entworfen ist, die Programminstruktionen ausführt, wenn sie richtig auf der CPU installiert worden ist. Agilent garantiert nicht, daß der Betrieb der CPU oder der Software oder der Firmware störungs- und fehlerfrei abläuft.

Begrenzungen der Garantie

Garantiarbeiten vor Ort sind nur am ursprünglichen Installationsort vorgesehen. Installations- und Garantiarbeiten vor Ort sind nur in Gebieten erhältlich, wo der Agilent-Kundendienst seine Zuständigkeit hat, und nur in dem Land, wo der Kauf erfolgte, es sei denn, der Käufer zahlt an Agilent internationale Preise für das Produkt und den Service. Garantien, die eine Rücksendung an Agilent erfordern, sind nicht auf das Kaufland begrenzt.

Für Installations- und Garantiedienste außerhalb des Agilent Servicebereichs verlangt Agilent einen Ausgleich für den Zusatzdienst.

Wenn Produkte, die für die Installations- und Garantiarbeiten vor Ort vorgesehen sind, von ihrem ursprünglichen Installationsort fortgebracht werden, dann bleibt die Garantie nur wirksam, wenn der Käufer die zusätzlichen Inspektions- und Installationsarbeiten am neuen Ort kauft.

Die vorangehende Garantie gilt nicht für Defekte, die aus den folgenden Gründen resultieren:

- 1 Falsche oder inadequate Wartung, Einstellung, Kalibrierung oder Betrieb durch den Käufer,
- 2 Vom Käufer gelieferte Software, Hardware, Schnittstellen oder Verbrauchsartikel,
- 3 Unauthorisierte Modifikationen oder falscher Einsatz,
- 4 Betrieb außerhalb der Spezifikationen über Umgebungs- und Spannungsbedingungen für das Produkt,
- 5 Falsche Aufstellungsvorbereitungen und Wartung, oder
- 6 Vom Anwender verursachte Kontaminationen oder Leckagen.

DIESE GARANTIE IST EXKLUSIV UND KEINE ANDERE GARANTIE, GESCHRIEBEN ODER MÜNDLICH, IST AUSGEDRÜCKT ODER VORGESEHEN. AGILENT WIDERRUFT SPEZIELL GARANTIEN DER ANWENDBARKEIT UND DES GEEIGNETSEINS FÜR EINEN BESONDEREN ZWECK.

Begrenzung der Rechtsmittel und der Haftbarkeit

DIE RECHTSMITTEL, DIE HIERIN ENTHALTEN SIND, SIND DES KÄUFERS EINZIGE UND EXKLUSIVE RECHTSMITTEL. BEI KEINEM EREIGNIS KANN AGILENT HAFTBAR GEMACHT WERDEN FÜR DIREKTE, INDIREKTE, SPEZIELLE, ZUFÄLLIGE ODER DARAUS FOLGENDE SCHÄDEN (EINSCHLIESSLICH DES VERLUSTS AN GEWINN), BASIEREND WEDER AUF EINEM VERTRAG, UNRECHT ODER LEGALE THEORIE.

Verantwortlichkeiten des Kunden

Der Kunde muß:

- 1 Zugang zu den Produkten während der angegebenen Perioden, die für die Wartung erforderlich sind, gewähren,
- 2 Adequaten Arbeitsraum rund um die Produkte vorsehen, damit das Agilent Service-Personal arbeiten kann,
- 3 Zugang und Gebrauch zu allen Informationen und Möglichkeiten gewähren, die für Agilent notwendig sind, um den Service und/oder die Wartung der Produkte auszuführen (insofern diese Punkte

patentrechtliche oder als geheim klassifizierte Informationen enthalten, muß der Anwender die volle Verantwortlichkeit für die Geheimhaltung und dem Schutz vor unberechtigtem Einsatz übernehmen),

- 4 Routinebetriebs-Wartung und -Reinigung durchführen, so wie es von Agilent in den Agilent Betriebs- und Service-Handbüchern angegeben worden ist, und
- 5 Verbrauchsartikel, wie Papier, Disketten, Magnetbänder, Farbbänder, Tinte, Federn, Gase, Lösungsmittel, Säulen, Spritzen, Lampen, Septen, Nadeln, Fritten, Sicherungen, Dichtungen, Fenster für Durchflußzellen des Detektors und so weiter bereitstellen.

Verantwortlichkeiten von Agilent Technologies

Agilent Technologies stellt die Garantiedienste wie in Tabelle 5 beschrieben.

Tabelle 5

Garantie-Dienste		
Service während der Garantie *	Garantie-Periode **	Typ
Module der Agilent 1100 Serie	1 Jahr	Vor Ort
GC, LC, UV-Visible und LAS Geräte und Zubehör	90 Tage	Vor Ort
Säulen und Verbrauchsartikel***	90 Tage	Zurück zu Agilent
Gas Entsorgung und Wolfram-Lampen	30 Tage	Zurück zu Agilent
Die Reparaturen werden von Agilent**** vor Ort durchgeführt	90 Tage	Vor Ort

* Diese Garantie kann modifiziert werden, um in Übereinstimmung mit dem Gesetz in Ihrem Lande zu stehen. Fragen Sie bitte Ihr lokales Agilent Büro, welche Garantieperiode, welche Versandbedingungen und welche wörtliche Fassung für Ihre lokale Garantie gilt.

** Garantietarbeiten sind eingeschlossen, wie für Analytische Produkte spezifiziert und den zur Zeit gültigen Kaufoptionen entsprechend, vorausgesetzt, der Kunde hat seinen Firmensitz in einem definierten Agilent Kundendienstgebiet. Der Agilent Garantie-Service wird von 8 Uhr morgens bis 5 Uhr nachmittags, von Montag bis Freitag angeboten, mit Ausnahme von Agilent-Feiertagen.

*** Bei Säulen und Verbrauchsartikel wird garantiert, daß sie für eine Periode von 90 Tagen nach Versand frei von Fehlern sind. Sie werden, wenn sie nicht gebraucht sind, auf der Basis des Zurücksendens nach Agilent ersetzt.

**** Die Agilent Reparaturgarantie gilt nur für die reparierten oder ersetzten Teile.

Sicherheitsinformationen

Die folgenden allgemeinen Sicherheitshinweise müssen in allen Betriebsphasen sowie bei der Wartung und Reparatur des Gerätes beachtet werden. Die Nichtbeachtung dieser Vorsichtsmaßnahmen bzw. der speziellen Warnungen innerhalb dieses Handbuchs verletzt die Sicherheitsstandards der Entwicklung, Herstellung und vorgesehenen Nutzung des Gerätes. Agilent Technologies übernimmt keine Verantwortlichkeit für Fehler des Kunden, diese Erfordernisse nicht zu beachten.

Allgemein

Dies ist ein Gerät der Sicherheitsklasse I (mit Erdungsanschluß). Es wurde entsprechend internationaler Sicherheitsstandards gefertigt und getestet.

Betrieb

Beachten Sie vor dem Anlegen der Netzspannung die Installationsanweisungen. Zusätzlich muß das Folgende beachtet werden.

Während des Betriebs darf das Gerätegehäuse nicht geöffnet werden. Vor dem Einschalten des Gerätes 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 mit den erforderlichen Stärken und vom erforderlichen Typ (normal arbeitend, mit Zeitverzug und so weiter) für den Ersatz verwendet werden. Die Benutzung reparierter Sicherungen und das Kurzschließen von Sicherungshaltern sind nicht zulässig.

Einige in diesem Handbuch beschriebenen Einstellarbeiten werden bei an das Stromnetz angeschlossenem Gerät und abgenommener Gehäuseabdeckung durchgeführt. Dabei liegen im Gerät an vielen Punkten so 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 sollten nur im Beisein einer zweiten Person durchgeführt werden, die im Notfall erste Hilfe leisten kann. Tauschen Sie keine Komponenten aus, solange das Netzkabel am Gerät angeschlossen ist.

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

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





Kondensatoren innerhalb des Gerätes 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 Gerätes ist mit äußerster Vorsicht auszuführen.

Sicherheitssymbole

Tabelle 6 gibt Ihnen einen Überblick über die auf den Geräten und in den Handbüchern verwendeten Sicherheitssymbole.

Tabelle 6

Sicherheitssymbole

Symbol	Beschreibung
	Siehe Dokumentation zur Vermeidung von Personenschäden bzw. Beschädigung des Geräts
	Hochspannung.
	Erdungsanschluss.
	Ein Augenschaden kann entstehen, wenn man direkt in das Licht sieht, das von der Xenon-Blitz-Lampe erzeugt wird, die in diesem Produkt enthalten ist. Schalten Sie immer die Xenon Flash-Lampe aus, bevor sie den Schutz entfernen.

WARNUNG

Eine Warnhinweis weist Sie auf Situationen hin, die Personenschäden oder eine Zerstörung der Ausrüstung verursachen können. Übergehen Sie nicht diesen Hinweis, bevor Sie die Warnung nicht vollständig verstanden haben und entsprechende Massnahmen getroffen haben.

ACHTUNG

Achtung weist Sie auf Situationen hin, die zu einem möglichen Verlust von Daten führen können. Übergehen Sie nicht diesen Achtungs-Hinweis, bevor Sie ihn nicht vollständig verstanden haben und entsprechende Massnahmen getroffen haben.

Funkstörungen

Setzen Sie niemals Kabel ein außer denen, die von Agilent Technologies geliefert sind, um sicherzustellen, daß die richtige Funktionalität und Übereinstimmung mit der Sicherheit oder den EMC-Vorschriften besteht.

Prüfung und Messung

Wenn Prüf- und Meßgeräte mit nicht-abgeschirmten Kabeln betrieben werden und/oder bei Messungen an geöffneten Geräten, muß sichergestellt werden, daß unter den Betriebsbedingungen die zulässigen Grenzwerte für Funkstörungen weiterhin eingehalten werden.

Agilent Technologies im Internet

Entnehmen Sie bitte die aktuellsten Produktinformationen und Dienstleistungen unseren Internetseiten unter:

<http://www.agilent.com>

Wählen Sie “Produkte” - “Chemische Analyse”



In diesem Buch

Dieses Buch enthält Informationen über das Steuermodul und seine Verwendung zur Steuerung der Module und Systeme der Agilent 1100 Serie.

- Das Agilent 1100 Serie Steuermodul
- Arbeiten mit dem Steuermodul
- Arbeiten mit der Pumpe
- Arbeiten mit dem Degasser
- Arbeiten mit dem Autosampler
- Arbeiten mit dem manuellen Injektionsventil (Manual Injection Valve)
- Arbeiten mit den Detektoren
- Einsatz des Säulenthermostats (Column Compartment)
- Durchführen einer isokratischen Analyse
- Durchführen einer Gradientenanalyse
- Analysenserien mit mehreren Proben
- Durchführen eines Injektorprogramms

