

Thermo Scientific UltiMate 3000-Serie

Elektrochemischer Detektor ECD-3000RS

Bedienungsanleitung (Originalbedienungsanleitung)



Version: 2.1

Datum: Oktober 2019

© 2019 Thermo Fisher Scientific Inc.

Dok.-Nr. 4820.7002

Kontaktinformationen

So nehmen Sie Kontakt mit uns auf:

Bestellinformationen

Fragen zu Bestellinformationen oder zum Vertrieb der HPLC-Produkte beantwortet Ihnen gerne Ihre lokale Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation. Weitere Kontaktdaten finden Sie unter *Contact Us* auf <http://www.thermofisher.com>.

Technische Unterstützung

Wenn Sie technische Unterstützung für HPLC-Produkte benötigen, kontaktieren Sie Ihren Thermo Fisher Scientific-Kundendienst vor Ort. Weitere Kontaktdaten finden Sie unter *Contact Us* auf <http://www.thermofisher.com>.

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	1
1.1	Über die Bedienungsanleitung.....	1
1.2	Sicherheit	2
1.2.1	Symbole am Detektor und in der Bedienungsanleitung	2
1.2.2	Sicherheitsmaßnahmen.....	3
1.3	Verwendungszweck des Gerätes	7
1.4	Informationen zur Konformität.....	8
2	Übersicht.....	9
2.1	Kurzbeschreibung	9
2.2	Funktionsprinzip	10
2.3	Konfigurationen	12
2.4	Innenansicht	13
2.5	Gerätevorderseite	14
2.6	Geräterückseite	15
2.6.1	Netzschalter	15
2.6.2	Sicherungsschlitten.....	15
2.6.3	USB-Anschluss.....	16
2.6.4	Digital I/O.....	16
2.7	Flusswegverbindungen	16
2.8	Bays	17
2.9	Potentiostaten.....	17
2.10	Elektrochemische Zellen.....	18
2.11	Säulenofen	20
2.12	Leaksensor	20
2.13	Steuerung über Chromeleon	20
2.14	Wellness und Predictive Performance	22
3	Installation.....	23
3.1	Anforderungen an den Standort.....	23
3.2	Auspacken und Positionieren.....	23
3.2.1	Auspacken des Detektors.....	23
3.2.2	Lieferumfang	24
3.2.3	Position des Detektors im UltiMate 3000-System	25
3.3	Verbinden des Detektors.....	26
3.3.1	Anschluss des Netzkabels.....	26
3.3.2	Anschließen des USB-Kabels.....	26
3.3.3	Anschluss des Digital I/O	27
3.4	Einrichten des Detektors in Chromeleon.....	28
3.4.1	Laden des USB-Treibers für den Detektor	28
3.4.2	Installieren des Detektors	30
3.4.3	Konfigurieren des Detektors.....	31
3.5	Einrichten des Detektors in DCMSLink.....	39

4	Vorbereitung für den Betrieb (Inbetriebnahme)	41
4.1	Überblick	41
4.2	Anschließen der Systemdrainage	42
4.3	Potentiostaten und Elektrochemische Zellen	43
4.3.1	Kombinationsmöglichkeiten von Elektrochemischen Zellen und Potentiostaten	43
4.3.2	Hinweise zu Potentiostaten	44
4.3.3	Durchführen eines Widerstandstests für einen Potentiostaten	44
4.3.4	Allgemeine Hinweise zu Elektrochemischen Zellen	46
4.4	Flusswegverbindungen	47
4.4.1	Hinweise zum Anschluss von Kapillaren	48
4.4.2	Anschließen der Flussverbindungen	49
4.4.3	Installation der In-Line-Filter	55
4.4.4	Anschließen einer Säule an den Säulenofen	58
4.5	Äquilibrieren	59
4.6	Allgemeine Hinweise zum Detektorbetrieb	60
4.6.1	Mobile Phasen	60
4.6.2	Lösungsmittel-Zuführung	62
5	Betrieb und Wartung	65
5.1	Einschalten	65
5.2	Statusanzeige	66
5.3	Steuerung über Chromeleon	67
5.3.1	Verbinden mit Chromeleon	67
5.3.2	Direkte Steuerung	68
5.3.3	Automatische Steuerung	70
5.4	Wichtige Einstellungen für den Betrieb	72
5.5	Gleichstrommodus (DC-Modus)	75
5.5.1	Funktionsprinzip des DC-Modus	75
5.5.2	Festlegen des Potentials im DC-Modus	75
5.5.3	Potentialüberschreitungen erlauben	77
5.6	Pulse-Modus	78
5.6.1	Funktionsprinzip der gepulsten amperometrischen Detektion (PAD)	78
5.6.2	Auswählen der Parameter im Pulse-Modus	80
5.7	Starten und Stoppen der Datenaufnahme	82
5.8	Optimieren der Detektorleistung	83
5.8.1	Analyse-Potential	84
5.8.2	Filterkonstante	84
5.8.3	Basislinienoptimierung	85
5.8.4	Grundstrom und Basislinienrauschen	85
5.8.5	Datenaufnahmerate	88
5.8.6	Selektivität	88
5.9	Screening-Betrieb	89
5.10	Reduktions-/Oxidations-Betrieb (Redox)	93
5.10.1	Arbeiten im Redox-Betrieb	93
5.10.2	Bedingungen für das Festlegen der Potentiale im Redox-Betrieb	95

5.11	Überwachung der Systemfunktionen.....	96
5.12	Außerbetriebnahme des Detektors.....	98
5.13	Wartung und Wartungsintervalle.....	99
5.13.1	Allgemeine Informationen.....	99
5.13.2	Wartungsintervalle.....	100
6	Fehlersuche.....	101
6.1	Überblick	101
6.2	Meldungen im Chromeleon Audit Trail	102
6.3	Mögliche Störungen.....	105
7	Service.....	113
7.1	Allgemeine Hinweise und Sicherheitsmaßnahmen	113
7.2	Ausbauen des Potentiostaten	114
7.3	Elektrochemische Zellen.....	116
7.4	In-Line-Filter	116
7.4.1	Wechseln der Inline-Filter-Elemente.....	116
7.4.2	Wechseln der In-Line-Filter	118
7.5	Trocknen des Leaksensors	119
7.6	Wechseln der Sicherungen.....	120
7.7	Aktualisieren der Detektorfirmware	121
8	Technische Daten	123
9	Zubehör, Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien.....	125
9.1	Standardzubehör	125
9.2	Optionales Zubehör.....	127
9.3	Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien	129
10	Anhang.....	131
10.1	Passivierung	131
10.2	Anschlussbelegung Digital I/O	133
11	Index.....	135

1 Einführung

1.1 Über die Bedienungsanleitung

Dieses Handbuch soll Ihnen den gezielten Zugriff auf diejenigen Abschnitte ermöglichen, die Sie für den Gebrauch Ihres Thermo Scientific™ UltiMate™ 3000 Detektors benötigen. Dennoch sollten Sie, bevor Sie mit dem Detektor arbeiten, die gesamte Anleitung einmal gründlich durchlesen, um sich einen Überblick zu verschaffen.

Die Beschreibungen innerhalb dieses Handbuchs beziehen sich auf den UltiMate 3000 ECD-3000RS Elektrochemischen Detektor.

Für die Beschreibungen innerhalb dieses Handbuchs gelten die folgenden Konventionen:

- Der Detektor wird in dieser Anleitung als *Detektor* oder ECD-3000RS Elektrochemischer Detektor bezeichnet. Wenn andere Detektortypen in einer Beschreibung vorkommen, so werden diese Detektoren namentlich genannt.
- Die Geräteausstattung kann je nach Detektorversion variieren. Daher müssen nicht alle Beschreibungen auf die ausgelieferte Detektor-Konfiguration zutreffen.
- Die Abbildungen in dieser Betriebsanleitung dienen dem grundlegenden Verständnis. Sie können vom eigentlichen Modell des Detektors oder der Komponente abweichen. Dies hat jedoch keinen Einfluss auf die Beschreibungen. Aus den Abbildungen in dieser Anleitung können keine Ansprüche hergeleitet werden.
- Wenn nicht anders angegeben, gelten alle Beschreibungen der Viper™-Kapillarverbindungen ebenso für nanoViper™- und gegebenenfalls andere Viper-Kapillarverbindungen.
- Die Beschreibungen in dieser Anleitung beziehen sich auf die Firmware-Version 1.10 und Chromeleon™ 6.80. Wenn Sie das Gerät unter Chromeleon 7 betreiben möchten, beachten Sie die Hinweise auf Seite 20.

Diese Anleitung setzt voraus, dass das Gerät mit einer geeigneten Chromeleon-Version mit einer gültigen Lizenz verwendet wird. Informationen zur Steuerung unter Chromeleon finden Sie im Kapitel 2.13, Seite 20.

Das vorliegende Handbuch wurde nach bestem Wissen und Gewissen erstellt. Alle technischen Angaben und Programme wurden mit größter Sorgfalt erarbeitet. Trotzdem sind Fehler nicht ganz auszuschließen. Wir möchten deshalb darauf hinweisen, dass weder eine Garantie noch irgendeine Haftung für Folgen, die auf fehlerhafte Angaben zurückgehen, übernommen werden kann. Hinweise auf eventuelle Fehler sind jederzeit willkommen.

Die in diesem Dokument enthaltenen Angaben und Daten können jederzeit ohne vorherige Ankündigung geändert werden.

Alle Rechte vorbehalten, auch die der fotomechanischen Wiedergabe und der Speicherung auf elektronischen Medien. Kein Teil dieser Unterlagen darf in irgendeiner Form (durch Fotokopie, Mikrofilm oder andere Verfahren) ohne die schriftliche Genehmigung seitens Thermo Fisher Scientific Inc. für irgendeinen Zweck reproduziert oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt, übertragen oder auf andere Art und Weise verbreitet werden. Dies ist unabhängig davon, auf welche Art und Weise oder mit welchen Mitteln, elektronisch oder mechanisch, dies geschieht.

Warenzeichen

Empower ist ein Warenzeichen von Waters Corp.

Microsoft, Windows, und Windows Vista sind Warenzeichen von Microsoft Corp.

Torx ist ein Warenzeichen von Textron Industries.

RheFlex ist ein Warenzeichen von IDEX Health & Science, LLC.

Alle anderen Warenzeichen sind Eigentum von Thermo Fisher Scientific und ihren Tochtergesellschaften.

1.2 Sicherheit

1.2.1 Symbole am Detektor und in der Bedienungsanleitung

Symbole am Detektor

Die nachfolgende Tabelle gibt einen Überblick über die auf dem Detektor verwendeten Symbole:

Symbol	Beschreibung
	Wechselstrom
	Stromversorgung eingeschaltet (-) bzw. Stromversorgung ausgeschaltet (O)
	Schutzerdung
	Lesen Sie im Handbuch nach, um ein Verletzungsrisiko auszuschließen bzw. Schäden am Gerät zu vermeiden.
	Kennzeichnung entsprechend der Richtlinie "Measures for Administration of the Pollution Control of Electronic Information Products" (China-RoHS)
	WEEE-Kennzeichnung (Waste Electrical and Electronic Equipment) - Weitere Informationen finden Sie im Ordner "Installation and Qualification Documents for Chromatography Instruments".

Sicherheitssymbole und Signalwörter in dieser Anleitung

Innerhalb des Handbuchs machen folgende Symbole auf besonders wichtige Informationen aufmerksam:

 **Hinweis:** Hier finden Sie allgemeine Informationen und Informationen, die Ihnen zu optimalen Ergebnissen verhelfen sollen.

 **Vorsicht:** Falls Sie diese Informationen ignorieren, kann dies zu falschen Ergebnissen oder zu Schäden am Gerät führen.

 **Warnung:** Wenn Sie diese Informationen ignorieren, schaden Sie möglicherweise Ihrer Gesundheit.

1.2.2 Sicherheitsmaßnahmen

Wenn Sie mit analytischen Geräten arbeiten, müssen Sie die Gefahren kennen, die beim Umgang mit chemischen Stoffen auftreten können.

 **Warnung:** Alle Benutzer des Gerätes müssen die folgenden Sicherheitshinweise und alle weiteren Sicherheitshinweise in dieser Anleitung beachten, um bei Betrieb, Wartung und Service eine Gefährdung ihrer Person oder Schäden am Gerät zu vermeiden.

Beachten Sie etwaige Warnaufkleber auf dem Gerät und die Informationen in den entsprechenden Kapiteln der *Bedienungsanleitung*.

 **Hinweis:** Bevor Sie mit dem Detektor zu arbeiten beginnen, lesen Sie diese Anleitung vollständig durch, so dass Sie mit dem Inhalt vertraut sind.

- **Schutzausrüstung**

Tragen Sie bei allen Arbeiten an und in der Nähe des HPLC-Systems persönliche Schutzausrüstung (Schutzkleidung, Sicherheitshandschuhe, Schutzbrille), die der Gefährdung durch die mobilen Phase und Probe entspricht. Informationen zum richtigen Umgang mit konkreten Substanzen und Empfehlungen für konkrete Gefahrensituationen entnehmen Sie bitte dem Sicherheitsdatenblatt der Substanzen, mit denen Sie umgehen. Beachten Sie die Richtlinien der Guten Laborpraxis (GLP).

In der Nähe Ihres Arbeitsplatzes sollten sich auch eine Einrichtung zum Spülen der Augen und ein Spülbecken befinden. Falls die Substanz in Kontakt mit Ihren Augen oder Ihrer Haut kommt, waschen Sie die betroffenen Stellen mit Wasser ab und nehmen Sie sofort ärztliche Hilfe in Anspruch.

- **Gefährliche Substanzen**

Viele organische Lösungsmittel, mobile Phasen und Proben sind gesundheitsschädlich. Vergewissern Sie sich, dass Sie die toxischen und infektiösen Eigenschaften der von Ihnen eingesetzten Substanzen kennen. Bei vielen Substanzen sind Ihnen deren toxische oder infektiöse Eigenschaften eventuell nicht bekannt. Behandeln Sie Substanzen im Zweifelsfall, als würden sie eine gesundheitsschädliche Substanz enthalten. Anweisungen zum richtigen Umgang mit konkreten Substanzen entnehmen Sie bitte dem Sicherheitsdatenblatt (SDB) des jeweiligen Herstellers. Beachten Sie die Richtlinien der Guten Laborpraxis (GLP).

Entsorgen Sie Abfälle der Substanzen umweltgerecht und entsprechend den lokalen Bestimmungen. Vermeiden Sie die Ansammlung von entzündlichen, toxischen und/oder infektiösen Lösungsmitteln. Halten Sie bei der Entsorgung der Abfälle ein geregeltes und genehmigtes Verfahren ein. Entsorgen Sie entzündliche, toxische und/oder infektiöse Substanzen keinesfalls über die öffentliche Kanalisation.

Behandeln Sie alle gefährlichen Substanzen, beispielsweise Säuren, mit Vorsicht. Stellen Sie sicher, dass sie eine geeignete Schutzausrüstung tragen, wenn für bestimmte Prozeduren, zum Beispiel bei der die Wartung von elektrochemischen Zellen, Säuren wie zum Beispiel Phosphorsäure verwendet werden müssen.

- **Gefährliche Gase**

Stellen Sie das HPLC-System in einem gut belüfteten Labor auf. Wenn die mobile Phase oder Probe flüchtige oder entzündliche Lösungsmittel enthält, müssen Sie sicherstellen, dass diese nicht in Ihren Arbeitsbereich gelangen. Vermeiden Sie offenes Feuer und Funken, wenn die mobile Phase oder Probe flüchtige oder entzündliche Stoffe enthält.

- **Elektrostatische Entladung**

Elektrostatische Entladung kann zu Funkenbildung führen und eine Brandgefahr darstellen. Besonders stark kann dieser Effekt in isolierenden Kapillaren und bei nicht leitenden Lösungsmitteln (beispielsweise reines Acetonitril) auftreten.

Ergreifen Sie geeignete Maßnahmen, um elektrostatische Aufladungen im Bereich des HPLC-Systems zu verhindern. Sorgen Sie beispielsweise für eine ausreichende Luftfeuchtigkeit und Belüftung im Labor, tragen Sie antistatische Schutzkleidung, vermeiden Sie die Ansammlung von Luftblasen in Abfallleitungen und verwenden Sie geerdete Abfallbehälter. Verwenden Sie nur nicht-leitende Kapillaren, um Lösungsmittel in den Abfallbehälter zu leiten. Elektrisch leitende Kapillaren sollten grundsätzlich geerdet sein.

- **Selbstentzündung von Lösungsmitteln**

Verwenden Sie keine Lösungsmittel, deren Selbstentzündungstemperatur unter 150 °C liegt. Bei einer Undichtigkeit könnten sich diese Lösungsmittel an einer heißen Oberfläche selbst entzünden.

- **Kapillaren, Kapillarverbindungen, offene Verbindungen**
 - ◆ Kapillaren, insbesondere nichtmetallische Kapillaren, können bersten, aus den Verschraubungen rutschen oder nicht eingeschraubt sein. Dies kann auch dazu führen, dass Substanzen aus den offenen Verbindungen spritzen.
 - ◆ In einem UltiMate 3000-System kommen auch Komponenten aus PEEK zum Einsatz. Dieses Polymer weist eine ausgezeichnete Beständigkeit gegen die meisten organischen Lösungsmittel auf. Es neigt jedoch dazu aufzuquellen, wenn es mit Trichlormethan (CHCl₃), Dimethylsulfoxid (DMSO) oder Tetrahydrofuran (THF) in Kontakt kommt. Konzentrierte Säuren wie Schwefel- und Salpetersäure oder ein Gemisch aus Hexan, Ethylacetat und Methanol können PEEK angreifen. Beides kann dazu führen, dass Kapillaren undicht werden oder bersten. Die konzentrierten Säuren stellen bei kurzen Spülzyklen jedoch kein Problem dar.
 - ◆ Verwenden Sie keine übermäßig beanspruchten, verbogenen, geknickten oder beschädigten Kapillaren.
 - ◆ Kapillarverschraubungen können mit gefährlichen Substanzen kontaminiert sein oder es können gefährliche Substanzen an den offenen Verbindungen austreten.
 - ◆ Tragen Sie beim Umgang mit Fused Silica-Kapillaren immer eine Schutzbrille, z.B. bei der Installation oder zum Ablängen der Kapillaren.
- Ziehen Sie den Netzstecker, ehe Sie Abdeckungen am Gerät entfernen. Einige Bauteile im Innern des Gerätes können Spannung führen. Das Gehäuse darf nur von ausgebildetem Thermo Fisher Scientific-Servicepersonal geöffnet werden.
- Ersetzen Sie durchgebrannte Sicherungen immer durch die von Thermo Fisher Scientific autorisierten Original-Ersatzsicherungen.
- Tauschen Sie beschädigte Kommunikationskabel aus.
- Tauschen Sie beschädigte Netzkabel aus. Verwenden Sie nur die für das Gerät bereitgestellten Netzkabel.
- Verwenden Sie ausschließlich die von Thermo Fisher Scientific für das Gerät autorisierten Original-Ersatz und Zubehörteile.
- Achten Sie beim Betrieb Ihres HPLC-Systems stets darauf, dass die Minimum-Druckabschaltung gesetzt ist. So vermeiden Sie, dass durch eventuelle Undichtigkeiten Schäden entstehen. Außerdem wird dadurch ein Trockenlaufen der Pumpe verhindert.
- Wenn Sie den Detektor anheben oder bewegen möchten, greifen Sie seitlich unter den Boden oder heben Sie das Gerät an den Seiten an. Heben Sie den Detektor nicht am Frontdeckel oder vorn am Boden an. Dadurch kann der Frontdeckel beschädigt werden.
- Der geöffnete Frontdeckel kann kein Gewicht aufnehmen. Legen Sie daher keine Gegenstände auf dem geöffneten Frontdeckel ab.
- Spülen Sie Peroxid-bildende Lösungsmittel und Pufferlösungen nach Arbeitsende aus.

- Spülen Sie bei der Umstellung des Laufmittels von Puffer auf organische Lösungsmittel das HPLC-System zuvor gründlich mit entionisiertem Wasser oder mit Wasser in HPLC-Qualität.
- Wenn Sie auf ein anderes Laufmittel umstellen, achten Sie auf die Mischbarkeit des neuen Laufmittels mit dem Laufmittel, das im HPLC-System enthalten ist. Sind die Laufmittel nicht mischbar, kann das System beschädigt werden, z.B. durch Ausflockungen.
- Wenn eine Undichtigkeit auftritt, schalten Sie den Detektor sofort aus, stoppen Sie den Pumpenfluss und beheben Sie die Ursache für die Undichtigkeit.
- Verwenden Sie nur handelsübliche Lösungsmittel in HPLC-Qualität und Puffer, die kompatibel mit den medienberührten Teilen des Systems sind.
- Beachten Sie bei längeren Betriebsunterbrechungen (= mehrere Tage) und wenn Sie den Detektor zum Versand vorbereiten die Hinweise zur Außerbetriebnahme des Detektors (→ Seite 98).
- **Empfindliche Elektrochemische Zellen**
Elektrochemische Zellen sind empfindlich. Um Schäden am Detektor und den einzelnen Komponenten zu vermeiden, beachten Sie die folgenden Sicherheitshinweise:
 - ◆ Achten Sie stets darauf, dass Fluss durch die Zelle besteht, bevor Sie ein Potential an die Zelle anlegen. Legen Sie niemals ohne Fluss ein Potential an eine elektrochemische Zelle an, um Schäden an den Zell-Elektroden zu vermeiden. Stellen Sie sicher, dass der Fluss der für elektrochemische Detektion geeigneten mobilen Phase besteht, bevor Sie die Zelle einschalten, und dass der Fluss eingeschaltet bleibt, wenn ein Potential an die Elektroden angelegt wird, um dauerhafte Schäden an den Zellen zu vermeiden.
 - ◆ Wenn sich im Flussweg des Systems Metalle befinden (zum Beispiel Stahl), kann dies den Betrieb der elektrochemischen Zellen und Elektroden stören. Passivieren Sie die Komponenten und Geräte, bevor Sie die elektrochemische Zelle fluidisch an das System anschließen.
Anweisungen zum Passivieren finden Sie in Kapitel 10.1, Seite 131.
 - ◆ Verwenden Sie keine Salpetersäure (konzentrierte HNO₃) zum Reinigen von elektrochemischen Zellen. Dabei können interne Komponenten beschädigt werden. Im *User Guide* für die entsprechende elektrochemische Zelle finden Sie Empfehlungen zur Reinigung (in englischer Sprache).
 - ◆ Achten Sie darauf, dass Sie die Zelle innerhalb ihrer Spezifikationen bezüglich Rückdruck und angelegtem Potential betrieben wird. Beachten Sie die Spezifikationen und Hinweise zu mobilen Phasen für die elektrochemischen Zellen.
Beachten Sie die Hinweise zur Mobilen Phase in Abschnitt 4.6.1, Seite 60.

- Setzen Sie den Detektor nur entsprechend der bestimmungsgemäßen Nutzung und den Beschreibungen in dieser *Bedienungsanleitung* ein.
- Bewahren Sie die Bedienungsanleitung in Gerätenähe auf, so dass sie bei Bedarf schnell zur Hand ist.

1.3 Verwendungszweck des Gerätes

Das Gerät wurde ausschließlich für Forschungsaufgaben entwickelt. Es ist nicht für den Einsatz in diagnostischen Verfahren gedacht.

Es darf nur von qualifiziertem und berechtigtem Laborpersonal betrieben werden. Alle Benutzer müssen die Gefahren kennen, die vom Gerät und den verwendeten Substanzen ausgehen.

Der Detektor wurde ausschließlich für Laborforschungsaufgaben in der HPLC (High-Performance Liquid Chromatography) und UHPLC (Ultra-High Performance Liquid Chromatography). Er ist Teil des UltiMate 3000-Systems, kann aber auch mit anderen Systemen betrieben werden, die über die entsprechenden Ein- und Ausgänge zur Steuerung des Moduls verfügen. Dazu wird ein PC mit USB 2.0-Schnittstelle benötigt.

Der Detektor kann über das Chromatographie-Management-System Chromeleon gesteuert werden. Als Teil des UltiMate 3000-Systems kann er auch mit anderen Datensystemen betrieben werden, wie Xcalibur™ oder Empower™. Dabei ist die Installation weiterer Software zusätzlich zum Datensystem erforderlich.

Weitere Fragen beantwortet Ihnen gerne die Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation.

Beachten Sie folgendes bei der Verwendung des Detektors:

- Der Detektor darf nur mit den von Thermo Fisher Scientific empfohlenen Zubehörteilen und Ersatzteilen (→ Seite 125) und innerhalb seiner technischen Spezifikationen (→ Seite 123) betrieben werden.
- Verwenden Sie nur handelsübliche Lösungsmittel in HPLC-Qualität oder gegebenenfalls LC-MS-Qualität (0,2 µm, gefiltert) und Puffer, die kompatibel mit den medienberührten Teilen des Detektors sind. Achten Sie auf spezifische Eigenschaften der Lösungsmittel, wie Viskosität, Siedepunkt, der Gehalt von elektroaktiven Teilchen sowie der pH-Wert.
- Beachten Sie auch die Hinweise zur Lösungsmittelkompatibilität, zu Pufferkonzentrationen und zu den Anforderungen an das Lösungsmittel der anderen Module Ihres UltiMate 3000-Systems. Entsprechende Informationen finden Sie in den *Bedienungsanleitungen* zu den einzelnen Modulen.

Fragen zur bestimmungsgemäßen Benutzung des Detektors beantworten wir Ihnen gern. Für Schäden materieller oder immaterieller Art, die sich aus einer nicht bestimmungsgemäßen

Verwendung bzw. unsachgemäßen Anwendung des Gerätes ergeben, kann Thermo Fisher Scientific keine Haftung übernehmen.



Warnung:

Wenn das Gerät nicht entsprechend den Angaben von Thermo Fisher Scientific eingesetzt wird, kann der durch das Gerät bereitgestellte Schutz beeinträchtigt werden. Thermo Fisher Scientific übernimmt dann keine Verantwortung und haftet nicht für Verletzungen des Bedieners und/oder Schäden am Gerät. Wenn der Sicherheitsschutz des Gerätes zu irgendeinem Zeitpunkt nicht mehr gewährleistet ist, ist das Gerät von allen Stromquellen zu trennen und gegen jeden Betrieb zu sichern.

1.4 Informationen zur Konformität

Die CE- und cTUVus-Zeichen auf der Geräterückseite geben an, dass der Detektor die entsprechenden Standards erfüllt.

2 Übersicht

2.1 Kurzbeschreibung

Der elektrochemische Detektor ist für die Detektion von elektroaktiven Substanzen ausgelegt und stellt einen hochwertigen Baustein modularer HPLC- und UHPLC-Systeme dar. Außerdem ist er Teil des UltiMate 3000-Systems.

- Der Detektor ermöglicht die hohe Empfindlichkeit, die für die Messung von Neurotransmittern benötigt wird, sowie die Einfachheit und Robustheit für pharmazeutische oder klinische Diagnostiken. Darüber hinaus bietet der Detektor die Möglichkeit der Selektivität zur Messung von komplexen Proben, wie Naturprodukte, biologisches Gewebe und Flüssigkeiten oder Gase.
- Zwei Detektionsarten stehen für Analysen zur Verfügung:
 - ◆ Coulometrische Detektion
Ermöglicht eine hohe Stabilität, wartungsfreien Betrieb sowie Unabhängigkeit gegenüber Flussraten
 - ◆ Amperometrische Detektion
Ermöglicht höchste Empfindlichkeit, auch mit begrenzten Probenmengen
- Der Detektor kann gleichzeitig bis zu 4 Kanäle (abhängig von der Konfiguration des Potentiostaten, den elektrochemischen Zellen und dem Betriebsmodus) mit unabhängigen Einstellungen, wie Sensitivity oder Filterkonstante, messen.
- Es stehen zwei Betriebsmodi zur Verfügung:
 - ◆ DC-Modus: Das angelegte Potential wird während der analytischen Messung konstant gehalten.
Weitere Informationen zum DC-Modus finden Sie in Kapitel 5.5, Seite 75.
 - ◆ Pulse-Modus: Das Potential wird zu festgelegten Zeiten während der Analyse verändert, um die Elektrode zu regenerieren.
Weitere Informationen zum Pulse-Modus finden Sie in Kapitel 5.6, Seite 78.
- Der integrierte, steuerbare Säulenofen ermöglicht eine genaue Temperatursteuerung für reproduzierbare Chromatographie-Ergebnisse, ohne eine zweite Säule zu benötigen.
- Eine automatische Reduzierung der Empfindlichkeit bei Übersteuerung (Vollausschlag-Autoranging) stellt die Richtigkeit der Daten sicher, indem es verhindert, dass Daten durch eine Peak-Übersteuerung verloren gehen.
- Wird der Detektor über Chromeleon gesteuert, wird ein hoher Grad an Systemintegration sowie aufgrund der umfangreichen Auswertungsmöglichkeiten in Chromeleon äußerste Analyseeffizienz erreicht.

- Zur Fehlererkennung stehen im Hinblick auf System Wellness und Zuverlässigkeit diverse Sicherheits- und Überwachungsfunktionen zur Verfügung (→ Seite 22).
- Alle medienberührten Teile sind aus Materialien gefertigt, die eine ausgezeichnete Beständigkeit gegen die meisten in der HPLC eingesetzten Lösungsmittel und Puffer aufweisen.

2.2 Funktionsprinzip

Im elektrochemischen (EC) Detektionsverfahren werden chemische Reaktionen genutzt, bei denen ein oder mehrere Elektronen von einer Substanz (Element oder Ion) auf eine andere Substanz übertragen werden. Bei einer Oxidation verliert die Substanz ein oder mehrere Elektronen; bei einer Reduktion erhält es ein oder mehrere Elektronen. Die Erzeugung einer Oxidation oder Reduktion benötigt Energie in Form eines elektrischen Potentials. In einem elektrochemischen Detektor fließt der Eluent durch eine elektrochemische Zelle, die reaktionsträge Elektroden enthält. Ein Potential wird an diese Elektroden angelegt. Wenn das Potential groß genug ist, wird eine Reaktion erzeugt und Strom fließt. Der Strom wird gemessen und bezieht sich auf die elektrolysierende Probenmenge.

Die Elektrode, an der der gewünschte elektrochemische Vorgang stattfindet, wird als Arbeitselektrode bezeichnet. Die Elektrode, an der die ergänzende elektrolytische Reaktion stattfindet, wird Hilfs- oder Gegenelektrode genannt. Eine elektrochemische Zelle enthält außerdem eine Referenzelektrode, um ein stabiles Potential zwischen Arbeits- und Gegenelektrode zu ermöglichen.

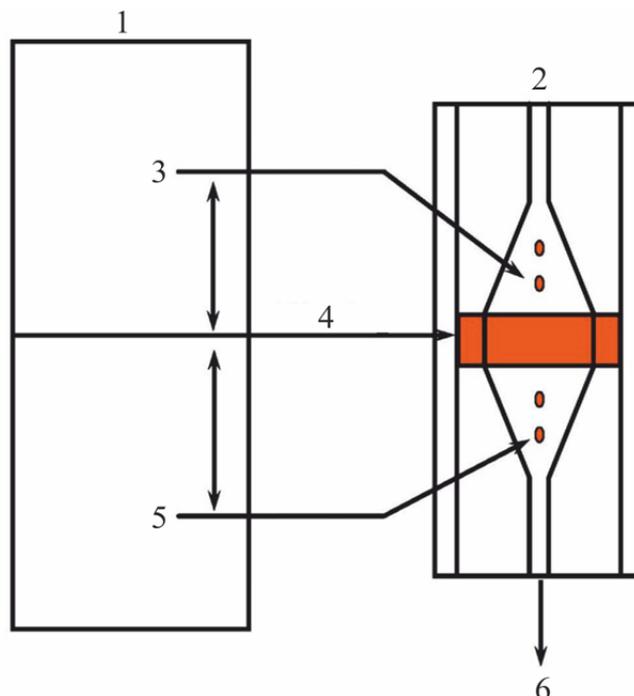


Abb. 1: Funktionsprinzip (Schema)

Nr.	Beschreibung
1	Potentiostat
2	Elektrochemische Zelle (Eingang)
3	Referenzelektrode (Sollwert für das an die Arbeitselektrode(n) anzulegende Potential)
4	Arbeitselektrode (elektrochemische Reaktion)
5	Gegenelektrode (elektrolytische Reaktion)
6	Ausgang der elektrochemischen Zelle

Es gibt zwei Zellenarten für das elektrochemische Detektionsverfahren:

- **Amperometrische Detektion**
Bei der amperometrischen Detektion fließt der Eluent an der Elektrodenoberfläche vorbei. Bei diesem Verfahren wird ein Bruchteil des elektroaktiven Analyten im Eluenten oxidiert (oder reduziert); ein Großteil des elektroaktiven Analyten fließt an der Elektrodenoberfläche vorbei und löst keine Reaktion aus. Der Anteil des reagierenden elektroaktiven Analyten liegt typischerweise im Bereich von 5 - 15 %. Der Strom ist proportional zur Konzentration der zu analysierenden Substanz.
- **Coulometrische Detektion**
Bei der coulometrischen Detektion fließt der Eluent durch eine poröse Graphit-Elektrode im Flussweg hindurch, anstatt an der Elektrodenoberfläche vorbei zu fließen, wie es in einer amperometrischen Zelle der Fall ist. Da die Oberfläche groß ist, wird nahezu die gesamte elektroaktive Substanz oxidiert oder reduziert. Nachdem eine größere Menge der elektroaktiven Substanz (10 bis 20 Mal mehr) oxidiert (oder reduziert) wird ohne einen entsprechenden Anstieg des Noise, kann dieses Detektionsverfahren eine höhere Sensitivität bieten. Der resultierende Strom ist nach dem Faraday'schen Gesetz direkt proportional zur Menge des zu analysierenden Analyten in der Probe.

Sowohl amperometrische als auch coulometrische Zellen können mit dem Detektor verwendet werden, um die Detektorleistung für eine Anwendung zu optimieren.

2.3 Konfigurationen

Für den Betrieb des Detektors werden ein oder mehrere Potentiostaten und analytische elektrochemische Zellen benötigt, die separat erhältlich sind. Die Komponenten des Detektors sind in folgenden Konfigurationen verfügbar:

Beschreibung	Best-Nr.
ECD-3000RS Detektor zur elektrochemischen Detektion Zubehör und eine Bedienungsanleitung sind im Lieferumfang des Detektors enthalten. Für den Betrieb des Detektors sind folgende Komponenten erforderlich:	5070.0010
Potentiostat, erhältlich als	
Potentiostat für den DC-Modus Anmerkung: Es können bis zu vier Potentiostaten installiert werden.	6070.1400
Potentiostat für den Pulse-Modus	6070.1420
Weitere Informationen zu den Potentiostaten finden Sie in Kapitel 2.9, Seite 17.	
Elektrochemische Zelle, erhältlich als	
Coulometrische Zelle 6020RS omni Coulometrische Zelle mit einer Arbeitselektrode, empfohlen für die Detektion eines einzelnen Analyten, Screening von Störungen, oder die Umwandlung von Analyten	6070.2100
Coulometrische analytische Zelle 6011RS ultra Coulometrische Zelle mit zwei Arbeitselektroden für die Detektion mehrerer Analyten	6070.2400
Amperometrische analytische Zelle 6041RS ultra, für analytische Zwecke Mit <ul style="list-style-type: none"> • Dünnschichtiger amperometrischer Zelle für die Einkanal-Detektion • Dichtungen • Antistatischer Pinzette <i>Anmerkung:</i> Die amperometrische Zelle 6041RS wird ohne Arbeitselektrode ausgeliefert. Wählen Sie die benötigte Arbeitselektrode für die Zelle aus.	6070.3000
Zur Verwendung mit folgenden verfügbaren Arbeitselektroden:	
Arbeitselektrode (Plattentyp), Bor-dotierter Diamant (BDD)	6070.3100
Arbeitselektrode (Plattentyp), Glaskohlenstoff (GC), hocheffizient	6070.3200
Arbeitselektrode (Plattentyp), Gold (Au)	6070.3300
Kit dünn-schichtige Arbeitselektrode Platin (Pt), enthält <ul style="list-style-type: none"> • Dünn-schichtige Arbeitselektrode, Platin (Pt) • Adapter für dünn-schichtige Elektrode Die Teile des Kits sind auch einzeln erhältlich:	6070.3510
<ul style="list-style-type: none"> • Dünn-schichtige Arbeitselektrode, Platin (Pt) (ohne Adapter) 	6070.3500
<ul style="list-style-type: none"> • Adapter für dünn-schichtige Elektrode (ohne Elektrode) 	6070.3005
Weitere Informationen zu den elektrochemischen Zellen finden Sie in Kapitel 2.10, Seite 18.	

2.4 Innenansicht

Die Komponenten im Innenraum sind leicht für Wartungs- und Reparaturarbeiten zugänglich. Klappen Sie dazu den Frontdeckel nach oben auf.

⚠ Vorsicht: Der geöffnete Frontdeckel kann kein Gewicht aufnehmen. Legen Sie daher keine Gegenstände auf dem geöffneten Frontdeckel ab.



Abb. 2: Gerätevorderseite

Nr.	Beschreibung
1	Bays
2	Leaksensor
3	Säulenofen (hier mit Abdeckung) (→ Seite 20)

2.5 Gerätevorderseite



1 Abb. 3: Gerätevorderseite

Nr.	Bedienelement	Funktion
1	Display	Zeigt verschiedene Informationen zum Detektor an: - allgemeine Informationen beim Einschalten (→ Seite 65) - Statusanzeige (→ Seite 65)
2	LEDs	
	Power	Die LED leuchtet blau, wenn der Detektor eingeschaltet ist.
	Connected	Die LED leuchtet grün, wenn der Detektor mit Chromeleon verbunden ist.
	Status	Die LED leuchtet rot, wenn ein Fehler erkannt wurde, z.B. wenn eine Undichtigkeit erkannt wurde. Die LED leuchtet orange, z.B. während des Hochfahrens des Detektors. Ansonsten leuchtet die LED grün.

2.6 Geräterückseite

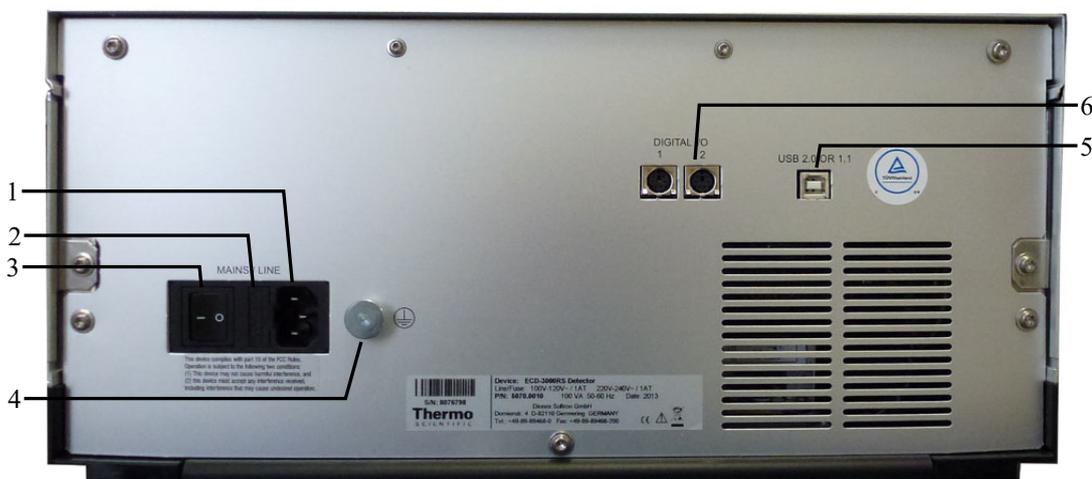


Abb. 4: Geräterückseite

Nr.	Beschreibung
1	Netzanschluss (→ Seite 26)
2	Sicherungsschlitten (→ Seite 15)
3	Netzschalter (→ Seite 15)
4	Schutzerdung
5	USB-Schnittstelle (USB 2.0) Anschluss des Gerätes an den Chromeleon-Rechner (→ Seite 16)
6	Digital I/O-Anschlüsse (→ Seite 16) zur Kommunikation mit einer Pumpe oder anderen externen Geräten, zum Beispiel einem Massenspektrometer

2.6.1 Netzschalter

Der Netzschalter befindet sich auf der Geräterückseite. Schalten Sie den Detektor über diesen Schalter ein. Im Normalbetrieb brauchen Sie das Gerät nicht über den Netzschalter auszuschalten. Schalten Sie die Pumpe über den Netzschalter aus, wenn Sie dazu aufgefordert werden, zum Beispiel für bestimmte Wartungsarbeiten oder bei längeren Betriebspausen (Stillstand). Beachten Sie dazu auch die Hinweise auf Seite 98.

2.6.2 Sicherungsschlitten

Im Sicherungsschlitten befinden sich zwei Sicherungen (1A, träge, 5 x 20 mm). Informationen zum Sicherungswechsel finden Sie auf Seite 120.

2.6.3 USB-Anschluss

Der Detektor kann über eine USB-Verbindung (USB = Universal Serial Bus) über das Chromatographie-Management-System Chromeleon gesteuert werden. Die Datenübertragung erfolgt dabei digital über das entsprechende USB-Anschlusskabel. Voraussetzung am PC ist eine USB 2.0-Schnittstelle. Schließen Sie den Detektor direkt an den PC an. Verwenden Sie zum Anschluss nur die mit dem Detektor mitgelieferten Anschlusskabel. Nur so wird eine einwandfreie Funktion der Verbindung gewährleistet.

Informationen zum Anschluss des Detektors an den Chromeleon-Rechner finden Sie in Kapitel 3.3 (→ Seite 26).

2.6.4 Digital I/O

Der Detektor besitzt zwei Digital I/O-Anschlüsse, wobei beide 6-polige Mini-DIN-Buchsen sind mit jeweils 3 digitalen Eingängen und 3 Relaisausgängen. Die Buchsen können zum Anschluss einer UltiMate 3000 Pumpe (außer LPG-3400XRS Pumpe) und zur Übertragung von digitalen Signalen mit anderen externen Geräten verwendet werden. Weitere Informationen zum Anschluss der jeweiligen Kabeln an die digitalen I/O-Ports finden Sie auf Seite 27.

Informationen zur Anschlussbelegung der Buchsen und des Kabels finden Sie auf Seite 133.

2.7 Flusswegverbindungen

Die fluidischen Anschlüsse im Detektor sind leicht zugänglich. Klappen Sie den Frontdeckel nach oben auf. Vorn im Detektorgehäuse gibt es vier Öffnungen für die Kapillaren: jeweils zwei Öffnungen auf der linken und der rechten Seite. Außerdem befinden sich am Säulenofen Öffnungen für die Kapillaren, um die Kapillaren einfach und direkt von der Säule zu den Zellen zu führen.

Die Führungen am Säulenofen erleichtern die Verlegung der Kapillaren zu Geräten die unterhalb des Detektors im UltiMate 3000-System stehen.

Achten Sie beim Schließen des Frontdeckels darauf, dass die Kapillaren durch diese Öffnungen nach außen geführt und nicht abgeknickt werden.

i Hinweis: Das Volumen zwischen Säulenausgang und dem Einlass der analytischen elektrochemischen Zelle sollte möglichst klein sein, um Bandenverbreiterung und damit einhergehenden Verlust chromatographischer Trennleistung zu minimieren.

2.8 Bays

Vier Einschübe (Bays) an der Gerätevorderseite stehen zur Installation von Potentiostaten und dem Anschluss der elektrochemischen Zellen zur Verfügung.

Bei Auslieferung sind die Bays mit Abdeckungen verschlossen, damit kein Staub und andere Schmutzpartikel eindringen können. Halten Sie die Bays mit den Abdeckungen verschlossen, wenn diese nicht verwendet werden, und entfernen Sie die Abdeckungen nur für den Einbau der Potentiostaten.



Abb. 5: Einschübe (Bays) am Detektor

Nr.	Beschreibung
1	Bays Von links nach rechts: A, B, C, D
2	Bay-Abdeckung zum Schutz der Bay-Öffnungen

2.9 Potentiostaten

Für den Anschluss einer elektrochemischen Zelle wird zuerst ein Potentiostat in der Bay installiert. Ein Potentiostat enthält die notwendige Elektronik, um ein Potential an eine elektrochemische Zelle anzulegen und den Reaktionsstrom zu messen, der durch die elektrochemische Reaktion der Probe erzeugt wird.

Es sind unterschiedliche Potentiostaten für die unterschiedlichen Betriebsmodi des Detektors verfügbar. Eine Übersicht über die Potentiostaten finden Sie in Abschnitt 2.3, Seite 12.

Der Detektor wird ohne Potentiostat ausgeliefert. Installieren Sie zuerst einen geeigneten Potentiostaten.

- Hinweise zur Installation von Potentiostaten finden Sie auf Seite 4.3 (→ Seite 43).
- Detaillierte Erläuterungen zur Installation finden Sie in der Installationsanleitung zu den Potentiostaten.



Abb. 6: Seiten- und Rückansicht eines Potentiostaten für DC-Modus

Nr.	Beschreibung
1	Öffnungen für die Führungsstifte der elektrochemischen Zelle
2	Anschluss für die elektrochemische Zelle
3	Anschluss an der Rückseite für die Verbindung zum Detektor

2.10 Elektrochemische Zellen

Eine elektrochemische Zelle (oder Sensor) besitzt Elektroden, an die ein Potential angelegt wird.

Der Detektor wird ohne elektrochemische Zelle ausgeliefert. Informationen zu Installation, Einrichten, Betrieb, Außerbetriebnahme und Wartung der Zellen finden Sie im entsprechenden *User Guide*, welcher der elektrochemischen Zelle beiliegt.

Es sind verschiedene elektrochemische Zellen für unterschiedliche Anwendungen verfügbar:

Zellentyp	Druckgrenze	Verwendet für...	Elektrode (Details)
Coulometrische Zelle 6020RS omni	620 bar	Analytische Anwendung oder Screening	Mit einer Elektrode aus mikroporösem Graphitkohlenstoff
Coulometrische analytische Zelle 6011RS ultra	40 bar	Analytische Anwendung oder Screening	Mit zwei Elektroden aus mikroporösem Graphitkohlenstoff
Amperometrische analytische Zelle 6041RS ultra	13,8 bar	Analytische Anwendung	Unter Verwendung einer Arbeitselektrode Die verschiedenen Arbeitselektroden sind separat erhältlich und müssen eingebaut werden, bevor die Zelle verwendet wird.

Allgemeine Hinweise zu elektrochemischen Zellen finden Sie in Kapitel 4.3.4 (→ Seite 46).



*Abb. 7: Beispiele von elektrochemischen Zellen
(links: coulometrische analytische Zelle 6011RS ultra
rechts: amperometrische analytische Zelle 6041RS ultra)*

SmartChip-Technologie

Die SmartChip™-Technologie ist ein Bestandteil der elektrochemischen Zellen und dient der automatischen Erkennung der Zelle durch den ECD-3000RS elektrochemischen Detektor.

Weitere Informationen zu dieser Funktion finden Sie in Abschnitt 5.11 Überwachung der Systemfunktionen, Seite 96.

Informationen zum Anschluss der Kabel finden Sie in Kapitel 3.3.3 Anschluss des Digital I/O, Seite 27).

2.11 Säulenofen

Der Säulenofen ist von der Gerätevorderseite aus zugänglich und mit einer abnehmbaren Abdeckplatte verschlossen.



Abb. 8: Vorderansicht des Säulenofens

Nr.	Beschreibung
1	Säulenofen
2	Abdeckplatte
3	Öffnungen zur Durchführung der Kapillare vom Säulenausgang
4	Kapillardurchlass vom Ablauf zum Säulenofen Eine Kapillare verbindet den Säulenofen direkt mit dem Ablauf des Detektors als Durchlass, falls Flüssigkeiten im Ofen auftreten.

Der Säulenraum bietet Platz für eine Säule mit einer Länge von max. 30 cm und einem Außendurchmesser von max. 18,5 mm.

Informationen zum Anschluss einer Säule finden Sie in Kapitel 4.4.4 (→ Seite 58).

2.12 Leaksensor

Der Leaksensor im Detektor (→ Abb. 2, Seite 13) befindet sich zwischen Bay B und C. Wenn sich Flüssigkeit in der Auffangwanne unter den fluidischen Verbindungen sammelt, spricht der Leaksensor an. Die Status-LED auf der Gerätevorderseite leuchtet rot und es erscheint eine Meldung im Chromeleon Audit Trail. Die elektrochemischen Zellen werden abgeschaltet.

Wenn der Leaksensor angesprochen hat, beseitigen Sie die Ursache für die Undichtigkeit, trocknen Sie den Leaksensor und führen Sie Abhilfemaßnahmen über Chromeleon durch (→ Seite 119). Die LED Status bleibt rot, bis der Sensor trocken ist.

2.13 Steuerung über Chromeleon

Der Detektor kann über Chromatographie-Datensysteme gesteuert werden, wie zum Beispiel das Chromatographie-Management-System Chromeleon. Voraussetzung für die Steuerung über Chromeleon ist eine geeignete Chromeleon-Version und Lizenz.

Informationen zu anderen Chromatographie-Datensystemen finden Sie in der Dokumentation und Hilfe zur Software.

-  **Hinweise:** Alle Software-Beschreibungen in dieser Bedienungsanleitung beziehen sich auf Chromeleon 6.80.

In dieser Betriebsanleitung finden Sie die grundlegenden Schritte für den Betrieb des Detektors mit der Software Chromeleon 6.8. Die Schritte sind für die Software Chromeleon 7 identisch, lediglich die Terminologie unterscheidet sich gegebenenfalls. Weitere Informationen finden Sie in der *Hilfe* und in der Dokumentation zur Software.

Betrieb des Detektors unter Chromeleon 7

Wenn Sie das Modul mit *Chromeleon 7* betreiben möchten, finden Sie Informationen zu den entsprechenden Arbeitsabläufen in den folgenden Dokumenten (alle im Lieferumfang von Chromeleon 7 enthalten):

- *Online-Hilfe zu Chromeleon 7*—bietet umfangreiche Informationen und ausführliches Referenzmaterial zu allen Aspekten der Software.
- *Quick Start Guide*—beschreibt die wichtigsten Elemente der Benutzeroberfläche und führt Sie schrittweise durch die wichtigsten Arbeitsabläufe.
- *Referenzkarte*—beschreibt die wichtigsten Arbeitsabläufe in Kurzform.
- *Installation Guide*—bietet grundlegende Informationen zur Installation und Konfiguration von Geräten. Spezifische Informationen zu einzelnen Geräten finden Sie in der Hilfe zum *Chromeleon 7 Instrument Configuration Manager*.

Softwaresteuerung

Das Gerät kann auf zweierlei Art über Chromeleon gesteuert werden:

- *Direkt*
Beim direkten Betrieb wählen Sie die Parameter und Befehle im Dialogfenster *Commands* (F8-Box). Direkte Befehle werden mit der Eingabe ausgeführt. Für den Routinebetrieb stehen die meisten Parameter und Befehle auch in einem Steuerfenster zur Verfügung. Weitere Informationen zum direkten Betrieb finden Sie auf Seite 68.
- *Automatisch*
Beim automatischen Betrieb erstellen Sie ein Steuerprogramm (PGM-File). Dabei handelt es sich um eine Liste von Steuerbefehlen, die in zeitlicher Abfolge ausgeführt werden. Über diese Liste wird der Detektor automatisch gesteuert. Ein Programm können Sie automatisch mit Hilfe eines Software-Assistenten erstellen oder manuell, indem Sie ein vorhandenes Programm editieren. Weitere Informationen zum automatischen Betrieb finden Sie auf Seite 70.

2.14 Wellness und Predictive Performance

Wellness überwacht das "Wohlbefinden" des Detektors und der elektrochemischen Zellen. Damit aus kleinen Problemen keine großen Probleme werden, verfügt der Detektor daher über verschiedene Sicherheitsfunktionen zur Überprüfung seiner Leistung und Zuverlässigkeit. Dazu gehören:

- Interne Überwachung aller Operationen
- Automatischer Selbsttest beim Einschalten
- SmartChip-Technologie für die automatische Zellidentifikation und -dokumentation
- Automatisches Abschalten der Zellen, wenn eine Pumpe an den Detektor angeschlossen ist und der Eluentenfluss während einer Analyse unterbrochen wird
- Leaksensor (→ Seite 20)

Wird ein Fehler gefunden, leuchtet die LED Status auf der Gerätevorderseite rot und erscheint eine Meldung im Chromeleon Audit Trail.

Darüber hinaus sind weitere Funktionen zur aktiven Überwachung von Verschleißteilen und zur Überwachung von Service- und Qualifikationsintervallen verfügbar (= Predictive Performance; → Kapitel 5.11, Seite 96).

3 Installation

3.1 Anforderungen an den Standort

Der Standort muss die folgenden Anforderungen erfüllen:

- Der Hauptnetzschalter und der Netzanschluss befinden sich auf der Geräterückseite. Stellen Sie sicher, dass
 - ◆ der Hauptnetzschalter jederzeit einfach und frei zugänglich ist.
 - ◆ das Netzkabel des Gerätes einfach zugänglich ist und jederzeit vom Stromnetz getrennt werden kann. Lassen Sie hinter dem Gerät ausreichend Platz, damit das Netzkabel herausgezogen werden kann.
- Der Standort muss die in den technischen Daten (→ Seite 123) unter *Leistungsverbrauch und Umgebungsbedingungen* genannten Spezifikationen erfüllen.
- Stellen Sie den Detektor auf eine stabile und vibrationsfreie Unterlage.
- Der Untergrund muss lösungsmittelresistent sein.
- Die Umgebungstemperatur sollte möglichst stabil sein.
- Vermeiden Sie direkte Sonneneinstrahlung und hohe Luftfeuchtigkeit.
- Achten Sie bei der Aufstellung des Detektors darauf, dass der Platz hinter und neben dem Gerät ausreichend für die Belüftung und den Netzanschluss ist.

3.2 Auspacken und Positionieren

3.2.1 Auspacken des Detektors

Das Gerät wird vor dem Versand elektrisch sorgfältig geprüft. Nach dem Auspacken überprüfen Sie den Lieferumfang auf offensichtliche Anzeichen mechanischer Beschädigungen, die auf dem Transportweg aufgetreten sein könnten.

i **Hinweise:** Melden Sie etwaige Schäden sofort sowohl dem Transportunternehmen als auch Thermo Fisher Scientific, da nur bei sofortiger Reklamation die Transportversicherung für die aufgetretenen Schäden aufkommt.

Bewahren Sie die Originalverpackung auf. Sie ist die bestmögliche Verpackung für den Transport des Gerätes (z.B. im Reparaturfall). Eine Gerätegarantie wird nur übernommen, wenn das Gerät in der Originalverpackung eingeschickt wird.

1. Öffnen Sie den Verpackungskarton des Gerätes und entnehmen Sie den Zubehörkarton und das Netzkabel. Einige Zubehörferteile sind gegebenenfalls separat verpackt.
2. Fassen Sie den Detektor an beiden Seiten. Heben Sie das Gerät vorsichtig aus dem Karton, und stellen Sie es auf eine stabile Unterlage.

 **Vorsicht:** Um ein Herunterfallen des Gerätes zu vermeiden, greifen Sie seitlich unter den Boden und heben Sie das Gerät zusammen mit den seitlichen Verpackungsteilen aus dem Karton. Heben Sie das Gerät nicht an den seitlichen Verpackungsteilen und nicht am Frontdeckel an.

3. Entfernen Sie die Verpackungsteile und die Kunststoff-Folie.
4. Klappen Sie den Frontdeckel des Detektors nach oben auf und entnehmen Sie die beiden Verpackungsschaumteile, die den Frontdeckel während des Transports sichern.
5. Während des Transports kann sich durch große Temperaturunterschiede Kondenswasser im Gerät bilden. Temperieren Sie daher den Detektor nach dem Auspacken mindestens 4 Stunden, damit das Kondenswasser entfernt wird. Schließen Sie den Detektor dabei nicht an die Stromversorgung an. Bestehen offensichtliche Zweifel an der vollständigen Auflösung des Kondenswassers, ist der Detektor so lange im elektrisch nicht angeschlossenen Zustand zu akklimatisieren, bis sich Niederschläge vollständig verflüchtigt haben.

3.2.2 Lieferumfang

Im Lieferumfang enthalten sind:

- Detektor
- Standard-Zubehör
Informationen zum Inhalt des Kits finden Sie in Abschnitt 9.1, Seite 125.
- Bedienungsanleitung
- Netzkabel

 **Hinweis:** Der Detektor wird ohne Potentiostat und ohne analytische elektrochemische Zelle ausgeliefert.

Stellen Sie sicher, dass die benötigten Potentiostaten und elektrochemischen Zellen verfügbar sind, damit der Detektor vollständig installiert werden kann.

3.2.3 Position des Detektors im UltiMate 3000-System

Wenn der Detektor Teil eines UltiMate 3000-Systems für Anwendungen z.B. in der analytischen HPLC ist, ordnen Sie die Komponenten des Systems übereinander an und verbinden Sie diese auf der Rückseite miteinander, zum Beispiel wie unten gezeigt (→ Abb. 9).

Am besten geeignet ist eine fluidische Verbindung von der Pumpe zum Autosampler, wobei der Detektor zwischen beiden Modulen steht. Der individuelle Systemaufbau hängt jedoch von der jeweiligen Applikation ab, und kann abweichen, wenn zusätzlich ein optischer Detektor im System enthalten ist.

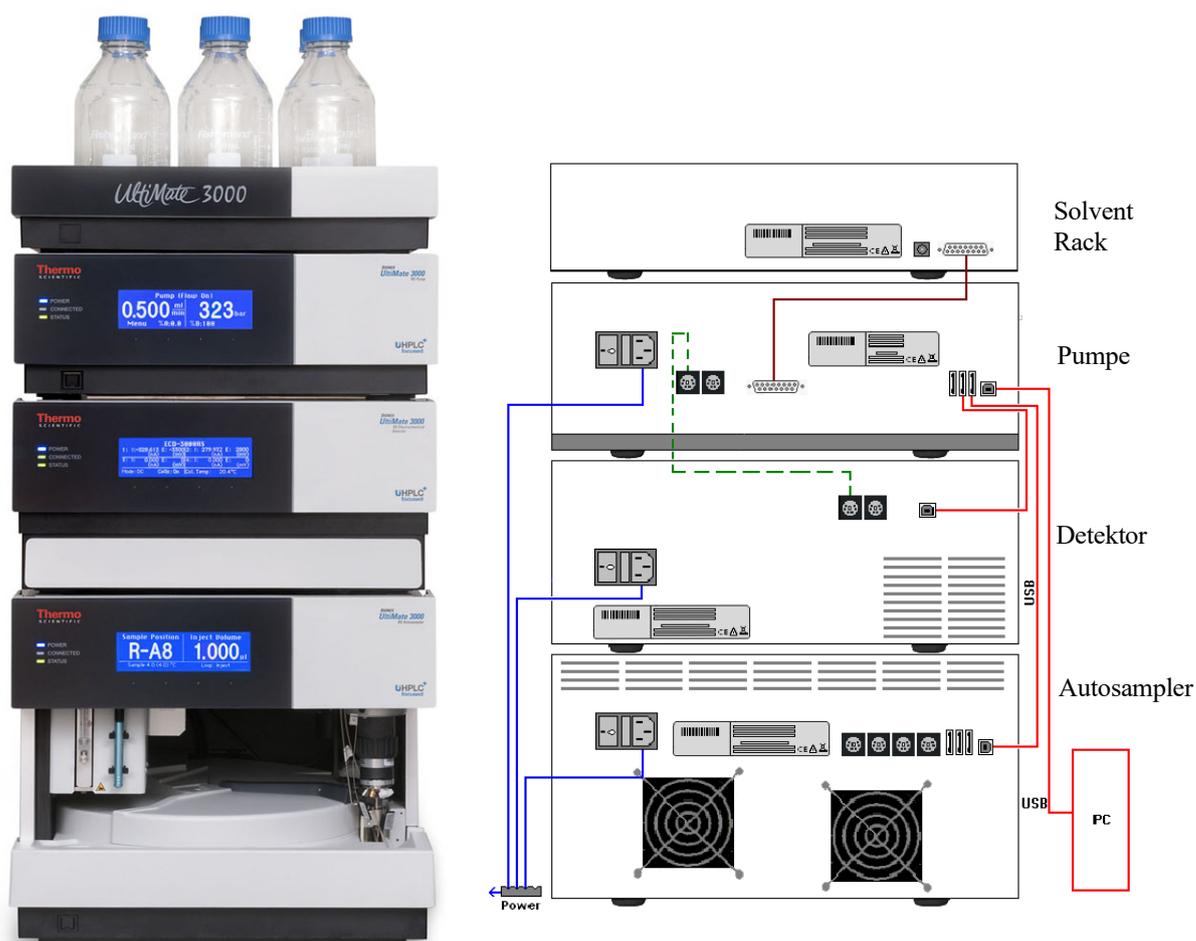


Abb. 9: Beispiel für die Aufstellung und Verbindung der Module auf der Rückseite eines UltiMate 3000-Systems mit ECD-3000RS Detektor

Beachten Sie Folgendes für Anschlüsse in einem UltiMate 3000-System:

- Wenn Sie den Detektor im UltiMate 3000 System anschließen, beachten Sie, dass der Detektor keinen USB-Hub an der Geräterückseite besitzt. Der Anschluss kann nur über die USB-Hubs anderer Module im UltiMate 3000-System oder direkt an den Computer erfolgen.

- Es wird empfohlen, alle Module eines Systems untereinander zu verbinden und nur eine Verbindung zum Chromeleon-Rechner zu führen. Enthält das System einen DAD-3000(RS) oder MWD-3000(RS) muss die Verbindung zum Chromeleon-Rechner vom DAD- oder MWD-Detektor aus erfolgen.
- Alle Module eines UltiMate 3000-Systems (mit Ausnahme des Solvent Racks) können auch direkt über die USB-Schnittstelle mit dem Chromeleon-Rechner verbunden werden.
- Eine Verbindung des Detektors mit dem Chromeleon-Rechner über den USB-Hub des Autosamplers ist nicht möglich.

Für einen ordnungsgemäßen Betrieb mit einer Pumpe, schließen Sie den Detektor direkt an eine UltiMate 3000 Pumpe über den Digital I/O-Port wie in Abb. 9 an. Weitere Informationen finden Sie in Kapitel 3.3.3 (→ Seite 27).

In Kapitel 3.3.1 finden Sie Informationen darüber, wie die USB-Anschlüsse der Geräte auf der Rückseite miteinander verbunden werden können.

3.3 Verbinden des Detektors

3.3.1 Anschluss des Netzkabels

Erforderliche Teile

Netzkabel aus dem Detektor-Zubehör zum Anschluss des Detektors an die Stromquelle

Gehen Sie wie folgt vor

Verbinden Sie die Netzbuchse auf der Geräterückseite (→ Abb. 4, Seite 15) über das mitgelieferte Netzkabel mit einer geerdeten Steckdose. Eine manuelle Anpassung an die länderspezifische Netzspannung ist nicht erforderlich.



Warnung:

Verwenden Sie nur die für das Gerät bereitgestellten Netzkabel.

Verwenden Sie keine Mehrfachsteckdosen oder Verlängerungskabel. Die Verwendung von defekten Mehrfachsteckdosen oder Verlängerungskabeln kann zu Personenschäden oder Schäden am Gerät führen.

3.3.2 Anschließen des USB-Kabels

Verbinden Sie den Detektor über den USB-Anschluss auf der Geräterückseite mit dem Datensystemrechner (→ Abb. 4, Seite 15).

Erforderliche Teile

USB-Kabel, Typ A auf Typ B, High-speed USB 2.0 aus dem Detektor-Zubehör

i Hinweis: Verwenden Sie zum Anschluss nur die mit dem Detektor mitgelieferten Anschlusskabel. Nur so wird eine einwandfreie Funktion der Verbindung gewährleistet. Voraussetzung am PC ist eine USB 2.0-Schnittstelle.

Ein USB-Kabel darf laut Norm maximal 5 m lang sein. Die Länge der USB-Verbindung zum Rechner oder nächsten USB-Hub darf 5 m nicht überschreiten.

Vorbereitungen

Wenn Sie den Detektor mit der Chromatographie-Software Chromeleon betreiben möchten

Bevor Sie den Detektor mit dem Chromeleon-Rechner verbinden und den Detektor einschalten, sollten Sie sich vergewissern, dass die Chromeleon-Software auf dem Rechner installiert und der Lizenzcode eingegeben ist. Nur wenn die Chromeleon-Software zuerst installiert ist und der Detektor danach mit dem Rechner verbunden und eingeschaltet wird, wird der USB-Treiber für den Detektor automatisch geladen und das Windows™-Betriebssystem kann den Detektor erkennen, wenn dieser eingeschaltet wird.

Gehen Sie wie folgt vor

Verbinden Sie die USB-Schnittstelle auf eine der folgenden Weisen mit dem Rechner:

- Verbinden Sie den Detektor direkt mit dem USB-Anschluss des Rechners.
- Verbinden Sie den Detektor mit dem internen USB-Hub der UltiMate 3000 Pumpe. Thermo Fisher Scientific empfiehlt, alle Module mit der Pumpe zu verbinden und nur eine Verbindung von der Pumpe zum Rechner zu führen. Ist im System außer dem elektrochemischen Detektor zusätzlich ein UV-Detektor installiert, so wird empfohlen, den UV-Detektor direkt mit dem Chromeleon-Rechner zu verbinden.

Informationen zu den Menüs des Detektors finden Sie in Kapitel 3.3.3 (→ Seite 27).

i Hinweis: Eine Verbindung des Detektors mit dem Rechner über den USB-Hub des UltiMate 3000Autosamplers ist nicht möglich.

3.3.3 Anschluss des Digital I/O

Der Detektor besitzt zwei Digital I/O-Anschlüsse, die zur Übertragung von digitalen Signalen mit externen Geräten, wie zum Beispiel eine UltiMate 3000-Pumpe (mit Ausnahme der LPG-3400XRS) für die Kommunikation zwischen Pumpe und Detektor verwendet werden können.

Wenn eine UltiMate 3000-Pumpe (mit Ausnahme der LPG-3400XRS) über das Mini-DIN-Signalkabel mit dem Digital I/O-Anschluss 2 des Detektors verbunden ist, werden Probleme im Pumpenfluss wie Unterbrechungen an den Chip in der Zelle gemeldet und das Potential an der Zelle abgeschaltet.

Weitere Informationen zur Funktion **Cells Off** finden Sie in Kapitel 5.11, Seite 96.

Informationen zur Anschlussbelegung der Buchsen und des Kabels finden Sie in Kapitel 10.2, Seite 133.

Erforderliche Teile

Mini-DIN-Kabel aus dem Zubehör des Detektors, um eine UltiMate 3000 Pumpe (außer LPG-3400XRS Pumpe) anzuschließen

Gehen Sie wie folgt vor

Schließen Sie den Detektor an eine UltiMate 3000 Pumpe (außer der LPG-3400XRS Pumpe) an:

1. Verbinden Sie den 6-poligen Stecker des Mini-DIN-Kabels mit dem Port Digital I/O 2 am Detektor. Somit können Sie die Funktion **Cells Off** zum Schutz der elektrochemischen Zelle im Falle einer Unterbrechung des Pumpenflusses verwenden.
2. Schließen Sie den 6-poligen Stecker des Mini-DIN-Kabels an einen Digital I/O-Anschluss an der Pumpe an.

3.4 Einrichten des Detektors in Chromeleon

Die nachfolgenden Seiten geben Ihnen einen kurzen Überblick, wie Sie den Detektor in Chromeleon einrichten. Einzelheiten hierzu finden Sie auch in der Hilfe zu Chromeleon.

 **Hinweis:** Wenn der Detektor mit dem Chromeleon-Rechner verbunden ist, sollten Sie sich vergewissern, dass die Chromeleon-Software auf dem Rechner installiert ist, *bevor* Sie den Detektor zum ersten Mal einschalten. Nur dann wird der USB-Treiber für den Detektor automatisch geladen und das Windows-Betriebssystem erkennt den Detektor automatisch, wenn dieser eingeschaltet wird.

3.4.1 Laden des USB-Treibers für den Detektor

1. Schalten Sie, sofern noch nicht geschehen, den Chromeleon-Rechner ein.
2. Melden Sie sich unter Windows Vista™ (Windows XP, Windows 7 oder Windows Server 2008) als
 - ◆ Administrator an, wenn es sich um einen lokalen Rechner handelt.
 - ◆ Anwender mit Administratorrechten an, wenn es sich um einen Netzwerkrechner handelt.
3. Öffnen Sie das Programm **Chromeleon Server Monitor** über einen Doppelklick auf das Chromeleon Server Monitor-Symbol  in der Windows Taskleiste.

Wenn das Server Monitor-Symbol nicht in der Taskleiste vorhanden ist, klicken Sie auf **Start** in der Taskleiste. Wählen **Programme** (oder **Alle Programme**, abhängig vom Betriebssystem), wählen Sie dann **Chromeleon**, und klicken Sie danach auf **Server Monitor**.

4. Klicken Sie auf **Start**, um den Server zu starten.

5. Schließen Sie das Server Monitor-Fenster mit **Close**. Das Server Monitor-Symbol  erscheint in der Taskleiste.

 **Hinweis:** Über die Schaltfläche **Quit Monitor** können Sie das Programm **Server Monitor** verlassen, der Server wird jedoch nicht gestoppt. Um den Server anzuhalten, klicken Sie auf **Stop**.

6. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Rückseite ein.

7. *Abhängig vom Betriebssystem*

Windows Vista, Windows 7 und Windows Server 2008 erkennen den neuen Detektor automatisch und führen die USB-Installation durch. Wenn Windows den Detektor nicht automatisch erkennt und stattdessen einen Installationsassistenten startet, deutet dies darauf hin, dass Sie den Detektor mit dem Rechner verbunden und eingeschaltet haben, ohne dass die Chromeleon-Software installiert ist.

Gehen Sie folgendermaßen vor:

- a) Brechen Sie den Assistenten mit **Abbrechen** ab.
- b) Schalten Sie den Detektor aus.
- c) Installieren Sie Chromeleon.
- d) Schalten Sie den Detektor ein. Windows erkennt jetzt den Detektor und installiert die USB-Software für den Detektor automatisch.

Windows XP

erkennt den neuen Detektor automatisch und startet einen Assistenten (**Neue Hardware gefunden**), der Sie durch die weitere USB-Installation führt. Wählen Sie die folgenden Optionen:

- a) Falls eine Meldung erscheint, ob eine Verbindung mit Windows Update hergestellt werden soll, um nach Software zu suchen, wählen Sie **Nein, diesmal nicht**.
- b) Akzeptieren Sie die standardmäßig ausgewählte Option **Software automatisch installieren** und klicken Sie auf **Weiter>**.
- c) Klicken Sie auf **Fertigstellen** wenn der Assistent meldet, dass die Software für den Detektor installiert wurde.

Wenn Windows XP den Detektor nicht automatisch erkennt und stattdessen nach einer USB-Konfigurationsdatei (cmwdmusb.inf) fragt, deutet dies darauf hin, dass Sie den Detektor mit dem Rechner verbunden und eingeschaltet haben, ohne dass die Chromeleon-Software installiert ist. Gehen Sie folgendermaßen vor:

- a) Klicken Sie in der Meldung von Windows auf **Abbrechen**.
- b) Schalten Sie den Detektor aus.
- c) Installieren Sie Chromeleon.
- d) Schalten Sie den Detektor ein. Windows erkennt den Detektor jetzt automatisch und startet den Assistenten **Neue Hardware gefunden**.

3.4.2 Installieren des Detektors

 **Hinweis:** Bevor Sie den Detektor in Chromeleon einrichten und verbinden, sollte der Detektor den Selbsttest durchgeführt haben (→ Seite 65), um mögliche Installationsfehler zu vermeiden. Wenn die LED **Status** auf der Frontklappe grün aufleuchtet, ist der Selbsttest abgeschlossen und der Detektor kann an den Rechner angeschlossen werden.

Nachdem die USB-Software für den Detektor installiert ist (→ Seite 28), können Sie den Detektor in Chromeleon installieren und konfigurieren:

1. Starten Sie, falls erforderlich, den Chromeleon **Server Monitor** und den Chromeleon-Server (→ Seite 28).
2. Starten Sie das Serverkonfigurationsprogramm **Server Configuration** von Chromeleon. Klicken Sie auf **Start** in der Taskleiste. Wählen Sie **Programme** (oder **Alle Programme**, abhängig vom Betriebssystem), wählen Sie dann **Chromeleon** und klicken Sie danach auf **Server Configuration**.
3. Klicken Sie, falls erforderlich, auf das Pluszeichen neben dem Server-Symbol  , um sich die Einträge unterhalb des Servers anzeigen zu lassen.
4. Wählen Sie die Zeitbasis aus, der Sie den Detektor zuordnen möchten, oder legen Sie eine neue Zeitbasis an (über **Add Timebase** im Menü **Edit**).
5. Öffnen Sie das Dialogfenster **Add device to timebase**. Wählen Sie dazu im Menü **Edit** den Befehl **Add Device** (oder wählen Sie die Zeitbasis per Rechtsklick aus und wählen Sie im Menü den Punkt **Add Device**).
6. Wählen Sie unter **Manufacturers** den Eintrag **Dionex HPLC: UltiMate 3000** und dann unter **Devices** den Eintrag **ECD300RS Detector** aus.
7. Die Registerkarten für die Detektorkonfiguration werden geöffnet. Überprüfen Sie die Einstellungen auf den einzelnen Registerkarten auf Richtigkeit und nehmen Sie gegebenenfalls weitere Einstellungen vor. Die einzelnen Seiten sind in Kapitel 3.4.3 beschrieben (→ Seite 31).
8. Klicken Sie auf **OK**, um die Konfiguration des Detektors zu beenden.
9. Speichern Sie die Konfiguration mit **Save Installation** im Menü **File** und schließen Sie das Serverkonfigurationsprogramm.

3.4.3 Konfigurieren des Detektors

3.4.3.1 Erstinstallation

Bei der Installation des Detektors werden die Einstellungen der Gerätefirmware nach Chromeleon übertragen. Prüfen Sie diese Einstellungen auf Richtigkeit und nehmen Sie gegebenenfalls weitere Einstellungen vor. Sie können die Konfigurationsseiten auch nach der Installation erneut öffnen, wenn Sie die Einstellungen verändern möchten (→ Seite 31).

 **Hinweis:** Änderungen, die Sie im Dialogfenster **Commands** (F8), in einem Programm (PGM) oder in einem Steuerfenster vornehmen, haben keinen Einfluss auf die Standardeinstellungen auf diesen Registerkarten.

Weitere Informationen zu einer Seite erhalten Sie über die Schaltfläche **Hilfe**.

3.4.3.2 Ändern der Konfiguration

Sie können die Konfigurationsseiten auch später erneut öffnen, wenn Sie die Einstellungen verändern möchten.

1. Starten Sie das Programm **Server Configuration** (→ Seite 30).
2. Markieren Sie in der Zeitbasis **ECD3000RS Detector** mit einem Rechtsklick und wählen Sie im Menü den Punkt **Properties**.
3. Ändern Sie die Einstellungen auf den Registerkarten wie gewünscht ab. Die einzelnen Seiten sind in Kapitel 3.4.3.3 beschrieben (→ Seite 31).
4. Speichern Sie die geänderte Konfiguration mit **Save** im Menü **File** und schließen Sie das Serverkonfigurationsprogramm.

3.4.3.3 Konfigurationsseiten

Die Konfiguration des Detektors umfasst folgende Dialogseiten und Einstellungen:

- Seite **General** (→ Seite 32), enthält Einstellungen zu Verbindung und Firmware
- Seite **Detector** (→ Seite 33), enthält Einstellungen zum Betriebsmodus, Auswahl der Bays und Zelleigenschaften
- Seite **Signals** (→ Seite 37), führt die verfügbaren Signalkanäle auf
- Seite **Inputs** (→ Seite 38), führt die verfügbaren Eingänge auf

Registerkarte General

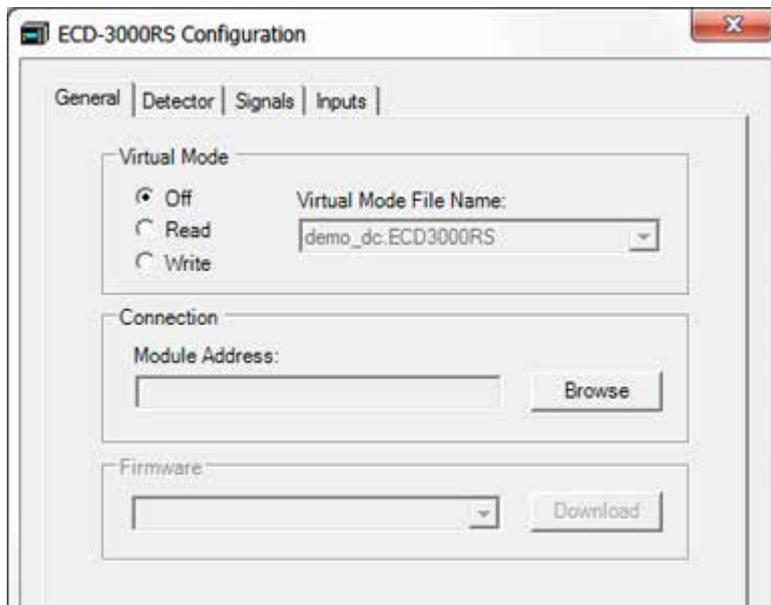


Abb. 10: Registerkarte General

Einstellung	Beschreibung
Virtual Mode	<p>Im virtuellen Modus simuliert Chromeleon die Steuerung des Detektors und die Datenaufnahme.</p> <p>Vergewissern Sie sich, dass der virtuelle Modus ausgeschaltet ist (Virtual Mode = Off). Ist der virtuelle Modus eingeschaltet, kann im Feld Module Address keine Moduladresse ausgewählt werden. Wenn Sie diese Seite verlassen, ohne eine Moduladresse eingegeben zu haben, wird der virtuelle Modus automatisch aktiviert.</p> <p>So verwenden Sie den virtuellen Modus:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Wählen Sie Read, wenn Sie anstelle echter Daten die Daten einer vorhandenen Demodatei auslesen und anzeigen möchten. Wählen Sie die Datei, aus der die Daten gelesen werden sollen, aus der Liste Virtual Mode File Name aus. • Wählen Sie Write, um die aktuell vom Detektor gelieferten Daten in einer eigenen Demodatei abzuspeichern. Tragen Sie den Dateinamen, unter dem die Daten abgespeichert werden sollen, in das Feld Virtual Mode File Name ein und wählen Sie gegebenenfalls einen Namen aus der Liste aus.
Module Address	<ol style="list-style-type: none"> 1. Wählen Sie die Moduladresse des Detektors aus. Die Moduladresse gibt den USB-Port und die Seriennummer des Detektors an. 2. Klicken Sie dazu auf die Schaltfläche Browse und wählen Sie den gewünschten Detektor per Doppelklick aus der Device List aus. Seine Adresse wird damit automatisch in das Feld Module Address übernommen. Chromeleon stellt eine Verbindung zum Detektor her und übernimmt die Einstellungen der Gerätefirmware nach Chromeleon. 3. Bestätigen Sie die entsprechende Meldung mit OK.
Firmware	<p>Über diese Schaltfläche kann eine Firmware-Version von Chromeleon auf den Detektor heruntergeladen werden. (Die Schaltfläche ist ausgeblendet, wenn der virtuelle Modus eingeschaltet ist.) Die aktuelle Firmware-Version ist bei Auslieferung des Detektors installiert. Sollte dennoch eine Aktualisierung der Firmware erforderlich sein, folgen Sie bitte der Beschreibung in Kapitel 7.7 (→ Seite 121).</p>

Registerkarte Detector

Zeigt die Konfiguration der Potentiostaten und der Zellen, die aktuell im Detektor installiert sind.

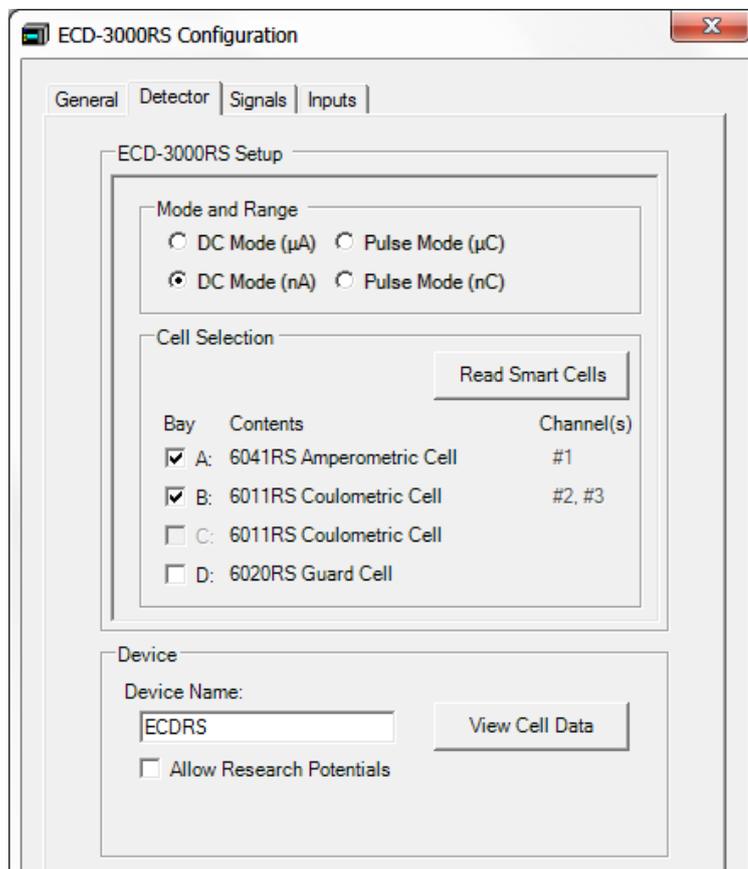


Abb. 11: Registerkarte Detector

Einstellung	Beschreibung		
Mode and Range	<p>Wählen Sie die gewünschte Empfindlichkeit für den verwendeten Betriebsmodus aus. Die gewählte Empfindlichkeit bestimmt den Signalbereich und die Signaleinheit.</p> <p>Die verfügbaren Einstellungen sind abhängig vom Potentiostaten, der für den gewünschten Betriebsmodus installiert ist.</p> <p>Weitere Informationen zum DC-Modus finden Sie in Kapitel 5.5 (→ Seite 75).</p> <p>Weitere Informationen zum Pulse-Modus finden Sie in Kapitel 5.6 (→ Seite 78).</p>		
DC Mode (nA)	<p><i>Setzt einen Potentiostaten für DC-Modus voraus</i></p> <p>Während des Betriebs im DC-Modus ist dieser Modus standardmäßig aktiviert. Wählen Sie diesen Modus, wenn Sie mit einer hohen Empfindlichkeit und in einem schmalen Signalbereich messen wollen (wenn der erwartete Grundstrom kleiner als 2147,4 nA oder 2,1 μA ist).</p>		
	<table border="1"> <tr> <td>Signaleinheit: nA</td> <td>Signalbereich: min. -2147,4 nA / max. +2147,4 nA</td> </tr> </table>	Signaleinheit: nA	Signalbereich: min. -2147,4 nA / max. +2147,4 nA
Signaleinheit: nA	Signalbereich: min. -2147,4 nA / max. +2147,4 nA		

Einstellung	Beschreibung		
DC Mode (μA)	<p>Setzt einen Potentiostaten für DC-Modus voraus</p> <p>Wählen Sie diesen Modus, wenn Sie mit einer geringen Empfindlichkeit und in einem weiten Signalbereich messen wollen (wenn der erwartete Grundstrom größer als 2147,4 nA oder 2,1 μA ist).</p> <p>Hinweis: Beachten Sie bei der Wahl des Datenbereichs, dass in Chromeleon 6.80 im nA-Signalbereich große Datensätze (Strom größer als 2147,4 nA oder 2,1 μA) abgeschnitten werden und kleine Datensätze verloren gehen. Chromeleon 7 unterstützt in beiden Signalbereichen alle detektierbaren Messwerte, ohne dass Datensätze abgeschnitten werden. Beachten Sie, dass die Auflösung im μA-Signalbereich niedriger ist.</p> <table border="1" data-bbox="416 689 1326 734"> <tr> <td data-bbox="416 689 719 734">Signaleinheit: μA</td> <td data-bbox="719 689 1326 734">Signalbereich: min. -100,00 μA / max. +100,00 μA</td> </tr> </table>	Signaleinheit: μA	Signalbereich: min. -100,00 μA / max. +100,00 μA
Signaleinheit: μA	Signalbereich: min. -100,00 μA / max. +100,00 μA		
Pulse Mode (nC)	<p>Setzt einen Potentiostaten für Pulse-Modus sowie eine amperometrische Zelle mit einer Edelmetall-Arbeits Elektrode voraus</p> <p>Während des Betriebs im Pulse-Modus ist dieser Modus standardmäßig aktiviert. Wählen Sie diesen Modus, wenn Sie mit einer hohen Empfindlichkeit und in einem schmalen Signalbereich messen wollen (wenn der erwartete Grundstrom kleiner als 2000 nC oder 2 μC ist).</p>		
Pulse Mode (μC)	<p>Setzt einen Potentiostaten für Pulse-Modus sowie eine amperometrische Zelle mit einer Edelmetall-Arbeits Elektrode voraus</p> <p>Wählen Sie diesen Modus, wenn Sie mit einer geringen Empfindlichkeit und in einem breiteren Signalbereich messen wollen (wenn der erwartete Grundstrom größer als 2000 nC oder 2 μC ist).</p>		
Cell Selection	<p>Zeigt die vier Bays, die installierten Potentiostaten und die an den Potentiostaten angeschlossenen Zellen an.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Klicken Sie auf Read Smart Cells, um die Zellen anzuzeigen, die in den Potentiostaten in den jeweiligen Bays installiert sind. • Wenn Sie im Detektor Zellen oder Potentiostaten hinzufügen oder entfernen, müssen Sie anschließend auf Read Smart Cells klicken, um die angezeigten Informationen zu aktualisieren. 		
Bays	<p>Aktivieren Sie das Kontrollkästchen Bay der entsprechenden Zellen, die Sie für die Messung verwenden wollen.</p> <p>Anmerkung: Welche Bays ausgewählt werden können, hängt von der Konfiguration der Potentiostaten und der elektrochemischen Zellen ab, sowie der für die jeweilige Konfiguration maximal möglichen Anzahl an Signalkanälen. Weitere Informationen hierzu finden Sie in Abschnitt 4.3.1, Seite 43.</p>		
Contents	<ul style="list-style-type: none"> • Vor der Erstkonfiguration der Bays oder wenn kein Potentiostat angeschlossen ist, wird unter Contents angezeigt, dass nichts in der Bay installiert ist ("Bay is empty"). • Wenn keine Zelle angeschlossen ist, wird unter Contents "No cell detected" angezeigt. • Unter Content werden Modellnummer und Art der installierten Zelle angezeigt. • Wenn der Detektor mit Chromeleon verbunden wird werden die Daten, die auf dem Chip der Zelle gespeichert sind, mit den Informationen unter Contents abgeglichen. Wenn die Informationen nicht übereinstimmen wird eine Warnmeldung angezeigt und der Detektor kann in Chromeleon nicht verbunden werden. 		

Einstellung	Beschreibung
Channels	<ul style="list-style-type: none"> • Die Signalkanäle werden automatisch vergeben, wobei die Signalkanäle in der Reihenfolge der Bays zugewiesen werden (von links nach rechts). • Amperometrische Zellen benötigen nur einen Signalkanal, coulometrische Zellen zwei Signalkanäle. Weitere Informationen zur Datenaufnahme finden Sie auf Seite 82.
Device	Zeigt Informationen zu dem angeschlossenen Gerät an.
Device Name	<ul style="list-style-type: none"> • Zeigt den Namen an, unter dem der Detektor in der Installationsumgebung und im Chromeleon Client geführt wird. • Standardmäßig ist dies ECDRS. • Wenn Sie den Detektor über vorhandene Steuerfenster steuern möchten, sollten Sie den vorgegebenen Namen nicht ändern. Wenn Sie einen anderen Namen eingeben, müssen Sie gegebenenfalls die Links der Bedienelemente auf den Steuerfenstern und den Namen des Detektors in den Programmen entsprechend anpassen.
View Cell Data	<p>Klicken Sie View Cell Data, um das Dialogfenster Cell Properties zu öffnen und alle Informationen anzuzeigen, die auf den Chip der installierten Zelle gespeichert sind, wie Model, Seriennummer der Zelle, Anzahl der Elektroden, Betriebsdauer und das Material der Arbeitselektrode(n).</p> <p>Weitere Einzelheiten zum Dialogfenster Cell Properties siehe unten.</p>
Allow Research Potentials	<ul style="list-style-type: none"> • Jede Zelle wird in ihrem normalen Potentialbereich betrieben, der im Chip der Zelle definiert ist, um Schäden an der Zelle zu vermeiden. Sie können jedoch einen erweiterten Potentialbereich ("Research-Bereich") auswählen. • Klicken Sie auf Allow Research Potentials, wenn Sie den Research-Bereich verwenden möchten. Weitere Informationen finden Sie auf Seite 75. • Das Kontrollkästchen ist standardmäßig deaktiviert.

 **Vorsicht:**

Das Anlegen von Potentialen, die außerhalb des empfohlenen Bereichs liegen, mindert die Zellenleistung und kann die Elektroden in der elektrochemischen Zelle beschädigen. Thermo Fisher Scientific empfiehlt, nur Potentiale in dem Bereich anzulegen, der in dieser Bedienungsanleitung empfohlen wird, um Beschädigungen an den Elektroden zu vermeiden.

Dialogfenster Cell Properties

Klicken Sie auf der Registerkarte **Detector** auf **View Cell Data**, um die Seite **Cell Properties** zu öffnen.

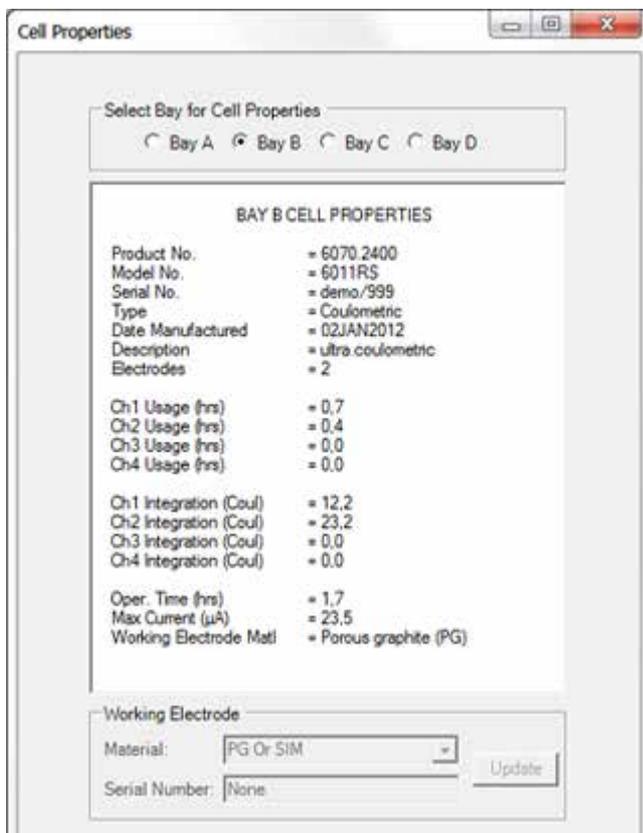


Abb. 12: Dialogfenster Cell Properties

Einstellung	Beschreibung
Cell Properties	<p>Zeigt alle Daten an, die auf den Chip der installierten elektrochemischen Zelle gespeichert sind, u.a. Typ, Seriennummer der Zelle, Anzahl der Elektroden, Verwendungszeit der Kanäle, Betriebsdauer und das Material der Arbeitselektrode(n).</p> <p>Diese Informationen zu den Zellen liefern wichtige Informationen zur Überwachung der Leistung der elektrochemischen Zellen (→ Kapitel 5.11, Seite 96).</p>
Bay A (B, C, D)	Wählen Sie eine Bay aus, um die Eigenschaften der an dieser Bay installierten Zelle anzuzeigen.
Working Electrode	<p>Die Einstellungen sind abhängig vom installierten Zellentyp:</p> <p><i>Coulometrische Zelle:</i></p> <p>Die Arbeitselektrode wird vom Zellenchip ausgelesen und kann nicht geändert werden.</p>

Einstellung	Beschreibung
Working Electrode (Fortsetzung)	<p><i>Amperometrische Zelle:</i> Material und Seriennummer/Chargennummer der Arbeitselektrode, die in der amperometrischen Zelle installiert ist, müssen ausgewählt werden:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Wählen Sie aus der Liste Material das Material der Arbeitselektrode aus. Vor der Erstkonfiguration der Arbeitselektrode, wird standardmäßig Not set angezeigt. 2. Geben Sie die für die Arbeitselektrode die Seriennummer (Plattentyp-Elektrode) bzw. die Chargennummer (dünn-schichtige Elektrode) an, um die Zelleigenschaften sorgfältig speichern zu können. Weitere Informationen finden Sie im <i>User Guide</i> für amperometrische Zellen und Arbeitselektroden. 3. Klicken Sie auf Update, um die gewählte Einstellung zu speichern. Es erscheint eine Meldung, um die Änderung der Einstellung zu bestätigen oder abbrechen. Die Einstellung der Arbeitselektrode wird direkt auf dem Chip der Zelle gespeichert. Klicken Sie auf Yes, um die Einstellung auf dem Chip zu speichern und die Arbeitselektrode für die Messung zu verwenden. Wenn Sie die gewählte Einstellung nicht speichern möchten, klicken Sie auf No. Die Informationen werden dann nicht auf dem Chip oder in der Detektor-Konfiguration gespeichert. <p>Hinweis: Wenn Sie eine amperometrische Zelle konfigurieren und für die Arbeitselektrode die Einstellung Not set nicht ändern, kann nur der niedrigste verfügbare Potentialbereich verwendet werden, um Schäden an den Zellen zu vermeiden.</p>

Registerkarte Signals

Einstellung	Beschreibung
Signals	<p>Zeigt alle Signalkanäle, die über den Detektor aufgezeichnet werden können, unabhängig vom Potentiostaten und der Zellenkonfiguration. Für jedes Signal erscheint der Signaltyp und der Signalname.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Damit für ein Signal Rohdaten aufgenommen werden können, muss für das Signal das Kontrollkästchen Enabled aktiviert sein. Der Kanal steht dann in Chromeleon, zum Beispiel im Dialogfenster Commands (F8) für den Detektor zur Verfügung. Ist das Kontrollkästchen nicht ausgewählt, kann der Detektor für dieses Signal keine Rohdaten aufnehmen. • Wenn Sie einen Signalnamen ändern möchten, können Sie ihn direkt in der entsprechenden Zeile überschreiben. • Wenn Sie die Signale während der Konfiguration umbenennen, aktualisieren Sie das Panel Tabset.
Type	<p>Zeigt den Signal-Typ an.</p> <p>Über einen Current-Signalkanal zeichnet der Detektor Grundstromsignale auf, wenn ein Autozero ausgeführt wird.</p> <p>Der Temperature-Signalkanal zeichnet die Temperatur des Säulenofens auf. Damit wird der entsprechende Kanal für die Aufnahme des Temperatursignals für den Säulenofen in Chromeleon erzeugt.</p>

Einstellung	Beschreibung
Unit	In der Spalte Unit des Detektorsignals ("ECDRS") steht standardmäßig Default für die Signaleinheit des gewählten Betriebsmodus, der auf der Registerkarte Detector eingestellt ist (μA oder nA). Der Wert im Feld Unit muss nicht manuell für die Detektorsignale angepasst werden.

Registerkarte Inputs

Einstellung	Beschreibung
Inputs	<p>Die Registerkarte Inputs listet alle zur Verfügung stehenden Digitaleingänge auf.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Aktivieren Sie das Kontrollkästchen eines Eingangssignals, wenn Sie den Zustand des Signals im Dialogfenster Commands (F8) oder über ein Steuerfenster in Chromeleon überwachen möchten. • Nicht aktivierte Eingänge stehen unter Chromeleon nicht zur Verfügung. • Wenn Sie den Namen für einen Digitaleingang ändern möchten, können Sie ihn direkt in der entsprechenden Zeile überschreiben.
ECDRS_Input_1	Vorgesehen als Inject Start/Stop
ECDRS_Input_2	Vorgesehen als Autozero
ECDRS_Input_3	<p>Vorgesehen als Cells Off</p> <p>Zur Kommunikation mit einer Ultimate 3000-Pumpe oder Pumpen anderer Hersteller, und zur Überwachung des Sicherheitsmerkmals zum Ausschalten der Zellen (Cells Off).</p> <p>Weitere Informationen zu dieser Sicherheitsfunktion finden Sie in Kapitel 5.11 (→ Seite 96).</p>

3.5 Einrichten des Detektors in DCMSLink

Wenn Sie den Detektor in DCMSLink einrichten möchten, finden Sie die entsprechenden Informationen im *DCMSLink Installation Guide*, der auf der DCMSLink-DVD im Verzeichnis *Additional Documents\DCMSLink User Documents* zur Verfügung steht.

1. Installieren und konfigurieren Sie die DCMSLink-Software (→ *DCMSLink Installation Guide*).
2. Öffnen Sie das Programm **Server Configuration** von Chromeleon (→ *DCMSLink Installation Guide*).
3. Nehmen Sie den Detektor im Programm **Server Configuration** in eine Zeitbasis auf. Folgen Sie den entsprechenden Schritten im Kapitel 3.4.2 (→ Seite 30).
4. Konfigurieren Sie den Detektor wie in Kapitel 3.4.3 (→ Seite 31) beschrieben.

Weitere Informationen zu DCMSLink finden Sie im *DCMSLink Quick Start Guide*, der ebenfalls auf der DCMSLink-DVD zur Verfügung steht, und in der *DCMSLink-Hilfe*.

4 Vorbereitung für den Betrieb (Inbetriebnahme)

4.1 Überblick

Nachdem Sie den Detektor wie in den Kapiteln 3.1 bis 3.3 beschrieben ausgepackt, aufgestellt und angeschlossen haben (→ Seite 23 und folgende), bereiten Sie den Detektor für den Betrieb vor, indem Sie folgende Schritte durchführen:

1. Schließen Sie die Systemdrainage an (→ Kapitel 4.2, Seite 42).
2. Installieren Sie einen oder mehrere Potentiostaten an den gewünschten Bays (→ detaillierte Erläuterungen zur Installation finden Sie in der *Installationsanleitung* zum Potentiostaten).
3. Schalten Sie den Detektor ein (→ Kapitel 5.1, Seite 65).
 **Hinweis:** Der Detektor sollte den Selbsttest durchgeführt haben, *bevor* Sie ihn an den Rechner anschließen, um mögliche Installationsfehler zu vermeiden.
Die grüne **Status-LED** auf der Frontklappe zeigt an, dass der Selbsttest abgeschlossen wurde. Der Detektor kann nun mit dem Rechner verbunden werden.
4. Richten Sie den Detektor wie in Kapitel 3.4 beschrieben in Chromeleon ein (→ Seite 28).
5. Führen Sie für jeden installierten Potentiostaten mit Hilfe der SimulatorRS-Zelle einen Widerstandstest durch (→ Kapitel 4.3.3, Seite 44).
6. Stellen Sie die Flusswegverbindungen im System vor dem Detektor her (→ Kapitel 4.4, Seite 47). Die elektrochemische Zelle bzw. Zellen werden später an den Fluss angeschlossen.
7. Spülen Sie mögliche Verunreinigungen aus allen anderen Systemmodulen, indem Sie eine geeignete mobile Phase mindestens 1 Stunde lang mit einer Flussrate von 1 mL/min in den Abfall pumpen (→ siehe *Bedienungsanleitung* für die Pumpe).
8. Installieren Sie eine oder mehrere elektrochemische Zellen: Schließen Sie jede Zelle an einen Potentiostaten an, schließen Sie die Kapillaren an, und spülen Sie die Zelle (→ Anweisungen finden Sie im *User Guide* für die jeweilige Zelle).
Beachten Sie die allgemeinen Hinweise zu mobilen Phasen für den Detektor (→ Kapitel 4.6, Seite 60).
 **Hinweis:** Allgemeine Hinweise zu elektrochemischen Zellen finden Sie in Kapitel 4.3.4, Seite 46.
9. Konfigurieren Sie die elektrochemische Zelle bzw. Zellen (→ Anweisungen finden Sie im *User Guide* für die jeweilige Zelle).

10. Äquilibrieren Sie das System und alle elektrochemischen Zellen:

- a) Äquilibrieren Sie das System (→ Kapitel 4.5, Seite 59).
- b) Äquilibrieren Sie die elektrochemischen Zellen (→ Anweisungen finden Sie im *User Guide* für die jeweilige Zelle).

Nach einer erfolgreichen Äquilibrierung sind der Detektor und die installierten Zellen betriebsbereit (→ Kapitel 5 Betrieb und Wartung, Seite 65). Prüfen Sie ggf. die Betriebsparameter, wie zum Beispiel die Einstellung für den Leaksensor, bevor Sie eine Analyse starten (→ Kapitel 5.4, Seite 72).

4.2 Anschließen der Systemdrainage

Zur Ableitung von Flüssigkeiten aus dem Geräteinneren verfügt der Detektor rechts unterhalb des Gerätes über einen Ablauf.

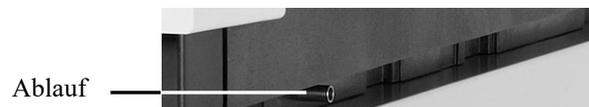


Abb. 13: Ablauf

Leiten Sie die Flüssigkeiten über das Drainagesystem des UltiMate 3000-Systems in den Abfall. Die entsprechenden Komponenten stehen im Drainage-Kit für das UltiMate 3000 System zur Verfügung. Das Kit ist im Lieferumfang der UltiMate 3000-Pumpen enthalten und kann auch separat bestellt werden (Best.-Nr. 6040.0005). Es enthält alle erforderlichen Komponenten für die Systemdrainage sowie eine detaillierte Installationsanleitung. Wenn Sie in Ihrem System mehrere Detektoren verwenden und ein zusätzliches T-Stück benötigen, finden Sie dieses im Zubehör des Fluoreszenz-, Multiwellenlängen- oder Diodenarray-Detektors.

4.3 Potentiostaten und Elektrochemische Zellen

4.3.1 Kombinationsmöglichkeiten von Elektrochemischen Zellen und Potentiostaten

Folgende Tabelle gibt eine Übersicht über die möglichen Kombinationen von Zellen, die Anzahl an verfügbaren Signalkanälen und die verwendeten Potentiostaten.

Betrieb im DC-Modus

Zellentyp & -kombination	Elektroden: Anzahl und Typ	Datenkanal	Material der Arbeitselektrode	Potentiostat: Anzahl & Typ
6011RS-Zelle	2 Elektroden, coulometrisch	2	Poröses Graphit	1 Potentiostat für Dual-Channel-DC-Modus
6011RS-Zellen, 2x	4 Elektroden, coulometrisch	4		2 Potentiostaten für Dual-Channel-DC-Modus
6011RS-Zellen, 3x	6 Elektroden, coulometrisch	6		3 Potentiostaten für Dual-Channel-DC-Modus
6020RS-Zelle	1 Elektrode, coulometrisch	1 aus 2		1 Potentiostat für Dual-Channel-DC-Modus
6020RS & 6011RS-Zellen	3 Elektroden: 1 Screening, 2 coulometrisch	3 aus 4		2 Potentiostaten für Dual-Channel-DC-Modus
6020RS & 2x 6011RS-Zellen	5 Elektroden: 1 Screening, 4 coulometrisch	4 aus 5		3 Potentiostaten für Dual-Channel-DC-Modus
6020RS & 3x 6011RS-Zellen	7 Elektroden: 1 Screening, 6 coulometrisch	6 aus 7	4 Potentiostaten für Dual-Channel-DC-Modus	
6020RS & 6041RS-Zellen	2 Elektroden: 1 Screening, 1 amperometrisch	2 aus 2	Poröses Graphit & Glaskohlenstoff oder Bor-dotierter Diamant	2 Potentiostaten für Dual-Channel-DC-Modus

i Hinweis: Aufgrund ihrer medienberührten Teile wird die UltiMate 3000 ISO-3100BM-Pumpe für den Betrieb im hochempfindlichen DC-Modus empfohlen, da so die besten Ergebnisse erzielt werden.

Betrieb im Pulse-Modus

Zellentyp & -kombination	Elektroden: Anzahl und Typ	Datenkanal	Material der Arbeitselektrode	Potentiostat: Anzahl & Typ
6041RS-Zelle	1 Elektrode, amperometrisch	1 aus 1	Gold (Au) oder Platin (Pt)	1 Potentiostat für den Pulse-Modus

- i Hinweis:** Aufgrund ihrer medienberührten Teile werden die UltiMate 3000 ISO-3100SD-Pumpe und die LPG-3400SD-Pumpe für Kohlenhydratanalysen im Pulse-Modus empfohlen, da so die besten Ergebnisse erzielt werden.

4.3.2 Hinweise zu Potentiostaten

Der Detektor wird ohne Potentiostat ausgeliefert. Vor dem Betrieb des Detektors mit einer elektrochemischen Zellen müssen Sie zuerst einen Potentiostaten installieren. Erläuterungen zur Installation finden Sie in der *Installationsanleitung* zu den Potentiostaten.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Bis zu vier verschiedene Potentiostaten können in unterschiedlicher Kombination am Detektor installiert werden.
- Nach der Installation oder dem Tausch eines Potentiostaten ist ein Widerstandstest erforderlich.
- *Bei Verwendung eines Potentiostaten für den DC-Modus*
Es können bis zu 4 Zweikanal-DC-Potentiostaten installiert werden. Im DC-Modus kann mit coulometrischen Zellen oder amperometrischen Zellen gearbeitet werden.
- *Bei Verwendung eines Potentiostaten für den Pulse-Modus*
Mit einem Potentiostaten für den Pulse-Modus wird eine amperometrische Zelle mit einer Edelmetall-Arbeits Elektrode, wie Gold benötigt.



Abb. 14: Eingebauter Potentiostat

4.3.3 Durchführen eines Widerstandstests für einen Potentiostaten

Wann

Führen Sie nach der Installation oder dem Tausch des Potentiostaten einen Widerstandstest (nach Ohm'schem Gesetz) durch, bevor Sie eine elektrochemische Zelle oder eine QualifierRS-Zelle anschließen.

Der Widerstandstest stellt sicher, dass der Potentiostat korrekt funktioniert, bevor eine elektrochemische Zelle wie die amperometrische Zelle 6041RS ultra oder die coulometrische Zelle 6011RS omni angeschlossen wird.

Erforderliche Teile

SimulatorRS-Zelle (liegt dem Zubehör des Detektors bei)

Vorbereitungen

1. Installieren Sie den Potentiostaten in der Bay, die Sie für die Zelle verwenden möchten. Erläuterungen zur Installation finden Sie in der *Installationsanleitung* zum Potentiostaten.
2. *Falls noch nicht geschehen:* Schalten Sie den Detektor ein und warten Sie, bis der Selbsttest abgeschlossen ist. Dabei darf nur der Potentiostat installiert sein (keine Zelle).

 **Vorsicht:** Führen Sie *vor* der Installation der Zelle einen Selbsttest am Detektor durch. Wenn der Detektor den Selbsttest nach der Installation der Zelle durchzuführen versucht, kann der Selbsttest fehlschlagen. Entfernen Sie in diesem Fall die Zelle und wiederholen Sie die den Selbsttest.

3. Schließen Sie die Simulationszelle am Potentiostaten an. Weitere Informationen dazu finden Sie in der *Installationsanleitung für Simulationszellen*.

Gehen Sie wie folgt vor

Der Widerstandstest ist abhängig von dem Potentiostaten, für den der Widerstandstest durchgeführt werden soll.

1. Führen Sie den jeweils erforderlichen Widerstandstest abhängig vom installierten Potentiostaten durch:

◆ *Durchführen eines Widerstandstests für Potentiostaten für den DC-Modus*
–oder–

◆ *Durchführen eines Widerstandstests für Potentiostaten für den Pulse-Modus*

Informationen finden Sie in den jeweiligen Kapiteln der *Installationsanleitung für Simulationszellen*.

-  **Hinweise:**
- Wenn der Widerstandstest nach einem Kaltstart des Detektors durchgeführt wurde, warten Sie 30 Minuten ehe Sie den Widerstandstest durchführen, damit sich der Detektor warmlaufen kann.
 - Vor dem Widerstandstest kann das Durchführen eines

-  **Hinweise:**
- Wenn der Widerstandstest nach einem Kaltstart des Detektors durchgeführt wurde, warten Sie 30 Minuten ehe Sie den Widerstandstest durchführen, damit sich der Detektor warmlaufen kann.
Autozeros in Chromeleon helfen, um den Nullstrom neu zu kalibrieren. Informationen zum Autozero finden Sie in Kapitel 5.4 (→ Seite 72).

2. Wenn der Widerstandstest erfolgreich war, können Sie eine elektrochemische Zelle oder QualifierRS-Zelle an den Potentiostaten anschließen. Folgen Sie dazu den Schritten in Kapitel 4.1, Seite 41.

Wenn der Widerstandstest wiederholt fehlschlägt, sind möglicherweise der Potentiostat und/oder die SimulatorRS-Zelle beschädigt. Versuchen Sie in diesem Fall Folgendes:

- ◆ Tauschen Sie die SimulatorRS-Zelle aus (→ *Installationsanleitung für Simulatorzellen*).
- ◆ Tauschen Sie den Potentiostaten aus (→ Kapitel 7.2, Seite 114).

Wiederholen Sie den Widerstandstest. Wenn der Test erfolgreich ist, war die erste SimulatorRS-Zelle oder der erste Potentiostat beschädigt.

4.3.4 Allgemeine Hinweise zu Elektrochemischen Zellen

Die Zellen sind empfindlich und müssen vorsichtig behandelt werden. Folgen Sie dabei den Hinweisen im *User Guide* für die jeweilige Zelle.

Informationen zu Installation, Betrieb und Wartung der elektrochemischen Zellen finden Sie im entsprechenden *User Guide* (in englischer Sprache), das der elektrochemischen Zelle beiliegt.

 **Vorsicht:** **Druckgrenzen für die elektrochemischen Zellen 6041RS und 6011RS**

Beachten Sie die folgenden Obergrenzen für den Betriebsdruck:

- *Amperometrische Zelle*
Der maximale Betriebsdruck für die amperometrische Zelle 6041RS ultra beträgt 13,8 bar (200 psi, 1,38 MPa). Wird der Druck überschritten, können Undichtigkeiten an der Zelldichtung auftreten.
Um Schäden an der Zelle und Widerstand im Flussweg zu vermeiden, muss die analytische elektrochemische Zelle immer die letzte Komponente im System-Flussweg darstellen.
- *Coulometrische Zellen*
Beachten Sie den maximalen Betriebsdruck für coulometrische Zellen:



Vorsicht:

Druckgrenzen für die elektrochemischen Zellen 6041RS und 6011RS

Beachten Sie die folgenden Obergrenzen für den Betriebsdruck:

coulometrische Zelle 6011RS ultra: 40 bar (580 psi, 4,0 MPa)

coulometrische Zelle 6020RS omni: 620 bar (9000 psi, 62 MPa)

Wird der Druck überschritten, können Undichtigkeiten in der Zelle auftreten.

Um Auswirkungen von Schäden durch Rückdruck zu vermeiden, muss die analytische coulometrische Zelle 6011RS im System-Flusspfad immer nach der Trennsäule positioniert werden.



Vorsicht:

Wenn sich im Flussweg des Systems Metalle befinden (zum Beispiel Stahl), kann dies den Betrieb der elektrochemischen Zellen und Elektroden stören. Passivieren Sie die Komponenten und Geräte, bevor Sie die elektrochemische Zelle fluidisch an das System anschließen.

Anweisungen zum Passivieren finden Sie in Kapitel 10.1 (→ Seite 131).

4.4

Flusswegverbindungen



Vorsicht:

Wenn sich im Flussweg des Systems Metalle befinden (zum Beispiel Stahl), kann dies den Betrieb der elektrochemischen Zellen und Elektroden stören. Passivieren Sie die Komponenten und Geräte, bevor Sie die elektrochemische Zelle fluidisch an das System anschließen.

Anweisungen zum Passivieren finden Sie in Kapitel 10.1, Seite 131.

Beachten Sie zudem, dass Komponenten aus Titan im System nicht kompatibel mit der PAD-Detektion (Pulse-Mode-Betrieb) sind, wenn eine mobile Phase mit einem pH-Wert >12 verwendet wird.

4.4.1 Hinweise zum Anschluss von Kapillaren

Im Folgenden finden Sie Informationen zum Anschluss und zur Führung der Kapillaren im Detektor und zu anderen Modulen des UltiMate 3000-Systems.

Beachten Sie beim Anschluss von Kapillaren an das Gerät die folgenden Hinweise:

- Beachten Sie die Sicherheitshinweise zu Kapillaren und Kapillarverbindungen im Kapitel 1.2.2 (→ Seite 3).
- Verwenden Sie möglichst nur die optionalen nanoViper-Kapillarverbindungen für den Detektor, um sicherzustellen, dass
 - ◆ die fluidischen Verbindungen frei von Metall sind, um eine optimale elektrochemische Kompatibilität zu erzielen.
 - ◆ die Verbindungen fingerfest und ohne Totvolumen sind.
 - ◆ die fluidischen Verbindungen leichter herzustellen sind.
 - ◆ eine vollkommene Kompatibilität in hohen Druckbereichen erzielt wird, besonders bei Verwendung von Mikrosäulen mit einem Volumen unter 2 µL.
- Achten Sie darauf, dass keine Verunreinigungen an den Anschlüssen haften. Eindringende Schmutzpartikel können zu Schäden am System führen.
- Innerhalb eines UltiMate 3000-Systems werden unterschiedliche Fittingsysteme verwendet. Installieren Sie die Kapillarverbindungen daher nur an der dafür vorgesehenen Position.
- Verwenden Sie nur die mitgelieferten, fertig konfektionierten Anschlusskapillaren bzw. Original-Ersatzkapillaren.
- Achten Sie darauf, dass der Innendurchmesser der ersatzweise verwendeten Kapillare dem der mitgelieferten Kapillare entspricht.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- ◆ *Viper- und nanoViper-Fittingverbindungen*
Lösen oder ziehen Sie Viper-Fittingverbindungen *nur* mit Hilfe der schwarzen Rändelschraube und nur per Hand fest (verwenden Sie kein Werkzeug). Die Rändelschraube kann jederzeit leicht von der Kapillare entfernt und wieder aufgesetzt werden. Wenn an der Verbindung eine Undichtigkeit auftreten sollte, ziehen Sie die Schraube etwas weiter fest. Bleibt die Undichtigkeit weiter bestehen, entfernen Sie die Kapillare, reinigen Sie die Kapillarenden vorsichtig mit einem mit Isopropanol getränkten Tuch und bauen Sie die Kapillare wieder ein. Verwenden Sie eine andere Viper-Kapillare, wenn die Undichtigkeit weiterhin bestehen bleibt.
Beachten Sie beim Anschluss der Viper-Kapillare an den Zelleneingang bitte die Hinweise in der Anleitung, die der Kapillare beiliegt.
Kapillaren mit Viper-Fittings können für unterschiedliche Verbindungen wieder verwendet werden.

◆ *Herkömmliche (nicht-Viper) Fittingverbindungen*

Ziehen Sie diese Fittingverbindungen nicht zu fest an. Ziehen Sie die Verbindung gegebenenfalls nach, wenn eine Undichtigkeit auftritt.

Bleibt die Undichtigkeit bestehen, sollten Sie zunächst den Anschlussport mit einem Reinigungsstäbchen (Best.-Nr. 6040.0006) säubern. Wechseln Sie die Kapillare und/oder das Fitting, wenn die Undichtigkeit weiterhin bestehen bleibt.

Bereits benutzte Fittings und Schneidringe sollten nur für dieselbe Kapillarverbindung wieder verwendet werden. Dadurch werden ein erhöhtes Totvolumen oder Beschädigungen am Gerät und Undichtigkeiten vermieden.

Informationen zur den verfügbaren Kapillaren finden Sie in Kapitel 9.2.

4.4.2 Anschließen der Flusswegverbindungen

Die Kapillarverbindungen zwischen dem Detektor und anderen Modulen hängt von der Systemkonfiguration und Anwendung ab. Wenn der Detektor Teil eines UltiMate 3000-Systems mit einer Pumpe und einem Autosampler ist, eignet sich eine Top-Down-Flusswegverbindung von der Pumpe zum Autosampler am besten, wobei der Detektor zwischen beiden Modulen steht (→ Abb. 9, Seite 25).

Erforderliche Teile

Wählen Sie ein geeignetes Kapillarkit aus, abhängig vom maximalen Betriebsdruck des Systems:

Beschreibung	Maximaler System-Betriebsdruck	Best-Nr.
Kapillar- und Fitting-Kit (für HPLC-Anwendungen) Enthält die benötigten Kapillaren und Fittings. <i>Empfohlen für den Anschluss an HPLC-Systeme anderer Hersteller.</i>	300 bar (4350 psi, 30 MPa)	Enthalten im Zubehör
nanoViper-Kapillarkit, PEEK, ultrahohe Empfindlichkeit, für UltiMate 3000-System mit ECD-3000RS-Detektor Enthält die benötigten Kapillaren und Fittings für den Anschluss eines UltiMate 3000-Systems.	1200 bar (17400 psi, 120 MPa)	6041.5105
Die Kits enthalten alle notwendigen Kapillaren und Fittings zum Anschluss des Detektors wie in Abb. 15, Seite 51, gezeigt.		

Bei System-Betriebsdrücken unter 300 bar können Sie die In-Line-Filter-Kits verwenden:

Beschreibung	Best-Nr.
In-Line-Filter-Kit mit Graphit-Filterelement, enthält 1 Filterhalter, PEEK; 5 Filterelemente, Graphit; 2 Überwurfmuttern für den Filterhalter, mit Schneidring (PEEK, 1/16")	Enthalten im Zubehör

Beschreibung	Best-Nr.
In-Line-Filter-Kit mit PEEK-Filterelement, enthält 1 Filterhalter, PEEK; 5 Filterelemente, PEEK; 2 Überwurfmutter für den Filterhalter, mit Schneidring (PEEK, 1/16")	Enthalten im Zubehör

⚠ Vorsicht: Verwenden Sie die In-Line-Filter nur bis zu einem System-Betriebsdruck unter 300 bar. Bei Anwendungen mit einem System-Betriebsdruck über 300 bar entfernen Sie die In-Line-Filter aus dem Flussweg des Systems.

Vorbereitungen

Beachten Sie die allgemeinen Hinweise zum Anschluss von Kapillaren (→ Kapitel 4.4.1, Seite 48).

Übersicht

- Kapillar- und Fittingkit (für einen System-Betriebsdruck bis 300 bar)
Siehe Abschnitt 4.4.2.1, Seite 51.
- nanoViper-Kapillarkit (für einen System-Betriebsdruck bis 1200 bar)
Siehe Abschnitt 4.4.2.2, Seite 54.

Gehen Sie wie folgt vor

Diese Schritte gelten für alle Arten von Kapillaren.

1. *Nur bei System-Betriebsdrücken unter 300 bar*
Schließen Sie den Graphit-In-Line-Filter an den Pumpenausgang an. Siehe Abschnitt 4.4.3.1, Seite 55.
2. Schließen Sie eine Kapillare vom Auslass des Graphit-In-Line-Filters an den Einlass der coulometrischen Zelle 6020RS omni an.
3. Schließen Sie eine Kapillare vom Auslass der coulometrischen Zelle 6020RS omni an den Autosampler-Einlass an.
4. Führen Sie eine Kapillare vom Auslass des Autosamplers in den Abfall.
5. Um Verunreinigungen zu entfernen, spülen Sie das System 3-5 Minuten lang bei einer Flussrate von 1,0 mL/min mit mobiler Phase, wie zum Beispiel einer Lösung aus Methanol und Wasser in HPLC-Qualität. Achten Sie auf die Fittinge und ziehen Sie diese gegebenenfalls nach. Wenn Sie einen erheblichen Druckanstieg bemerken, überprüfen Sie, ob es im System-Flussweg ein Hindernis oder eine verstopfte Komponente gibt. Entfernen Sie gegebenenfalls das Hindernis.
6. Schließen Sie die Kapillare vom Auslass des Autosamplers zum Säuleneinlass an.
7. Setzen Sie die Säule in den Säulenofen ein (→ Seite 58).

8. *Nur bei System-Betriebsdrücken unter 300 bar*
Schließen Sie den PEEK-In-Line-Filter an. Siehe Abschnitt 4.4.3.2, Seite 57.
9. Spülen Sie die Säule mehrere Stunden lang mit mindestens 200 mL mobiler Phase, bevor Sie die analytische elektrochemische Zelle an das System anschließen. In der Säule enthaltene Lösungsmittel sollten vor der ersten Verwendung mit mobiler Phase aus der Säule gespült werden.
10. Verbinden Sie eine Kapillare vom Auslass des PEEK-In-Line-Filters oder der Säule zum Einlass der analytischen elektrochemischen Zelle.
11. Schließen Sie die Waste-Leitung an den Ausgang der analytischen elektrochemischen Zelle an und leiten Sie die Waste-Leitung zum Abfall.
12. Starten Sie den Fluss der mobilen Phase (zum Beispiel mit einer Lösung aus Methanol und Wasser in HPLC-Qualität). Spülen Sie das System 3-5 Minuten lang bei einer Flussrate von 1,0 mL/min, um Verunreinigungen aus dem System zu entfernen.
13. Achten Sie auf die Fittings und ziehen Sie diese gegebenenfalls nach. Wenn Sie einen erheblichen Druckanstieg bemerken, überprüfen Sie, ob es im System-Flussweg ein Hindernis gibt. Entfernen Sie das Hindernis wenn möglich.

4.4.2.1 Anschlüsse mit dem Kapillar- und Fitting-Kit (< 300 bar)

Für eine Standard-Detektoranordnung bestehend aus einer coulometrischen Zelle 6020RS omni und einer analytischen Zelle (6011RS ultra oder 6041RS ultra) wird der Detektor mit dem Kapillar- und Fitting-Kit wie folgt angeschlossen:

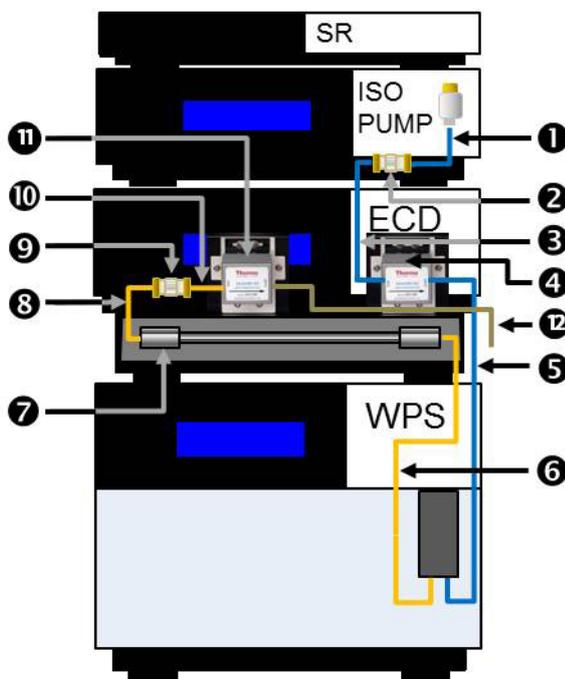


Abb. 15: Standard-Systemanschlüsse (< 300 bar) mit dem Detektor

Schließen Sie die Kapillaren wie folgt an. Verwenden Sie gegebenenfalls den Kapillarschneider aus dem Kit, um eine Kapillare auf die erforderliche Länge zuzuschneiden.

⚠ Vorsicht: Verwenden Sie die In-Line-Filter nur bis zu einem System-Betriebsdruck unter 300 bar. Bei Anwendungen mit einem System-Betriebsdruck über 300 bar entfernen Sie die In-Line-Filter aus dem Flussweg des Systems.

Nr.	Komponenten und Verbindungen	Übersicht Teile	
		Unter Verwendung dieser Kapillaren und Fittinge...	Best-Nr.
1	Pumpenauslass zum Einlass des Graphit-In-Line-Filters	Kapillare, PEEK, ID 0,015" aus Kapillarkit	6081.1420
		Überwurfmutter aus dem In-Line-Filter-Kit	70-3675
2	In-Line-Filter mit Graphit-Filterelement Siehe Kapitel 4.4.3.1 (→ Seite 55).	---	70-0893
3	Auslass des Graphit-In-Line-Filters zum Einlass der coulometrischen Zelle 6020RS omni	Aus dem Kapillar-Kit: • Kapillare, PEEK, ID 0,015" • Fingerfestes Fitting, zweiteilig	6081.1420 6000.0011
		Überwurfmutter aus dem In-Line-Filter-Kit	70-3675
4	Coulometrische Zelle 6020RS omni	---	---
5	Ausgang der coulometrischen Zelle 6020RS omni zum Eingang des Autosamplers, wie z.B. einem WPS-3000TBRS	Aus dem Kapillar-Kit: • Kapillare, PEEK, ID 0,015" • 2 kurze Überwurfmuttern, oder • 2 fingerfeste Fittinge, zweiteilig	6081.1420 70-4746 6000.0011
6	Auslass des Autosamplers zum Einlass der analytischen Säule	Aus dem Kapillar-Kit: • Kapillare, PEEK, ID 0,005" • Kurze Überwurfmutter • Fingerfestes Fitting, zweiteilig	6081.1410 70-4746 6000.0011
7	Analytische Säule	---	---
8	Auslass der analytischen Säule zum Einlass des PEEK-In-Line-Filters	Aus dem Kapillar-Kit: • Kapillare, PEEK, ID 0,005" • Kurze Überwurfmutter	6081.1410 70-4746
		Überwurfmutter aus dem In-Line-Filter-Kit	70-3675
9	In-Line-Filter mit PEEK-Filterelement Siehe Kapitel 4.4.3.1 (→ Seite 55).	Enthalten im In-Line-Filter-Kit	70-4093

Nr.	Komponenten und Verbindungen	Übersicht Teile	
		Unter Verwendung dieser Kapillaren und Fittings...	Best-Nr.
10	Auslass des PEEK-In-Line-Filters zum... ...Einlass der coulometrischen Zelle 6011RS	Kapillare, PEEK, ID 0,005" aus Kapillarkit	6081.1410
		2 Überwurfmutter aus dem In-Line-Filter-Kit	70-3675
	oder		
	...Einlass der amperometrischen Zelle 6041RS	Fitting aus dem In-Line-Filter-Kit	70-3675
Fitting aus dem Zubehör der Zelle		---	
11	Analytische Zelle 6011RS oder 6041RS Für den Anschluss mehrerer Zellen in Serie	--- Verbindende Viper-Kapillare, enthalten im Detektor-Zubehör	--- 6041.9075
12	Auslass der elektrochemischen Zelle zum Abfall Waste-Leitung der Zelle im Detektor-Zubehör enthalten, Fitting für den Anschluss an die Zelle im Zellenzubehör enthalten	Aus dem Kit für die Zellen-Waste-Leitung: • Ablaufschlauch • einteiliges Fitting	6070.4900

Informationen zu den Kapillaren, Fittings und Überwurfmutter finden Sie in Kapitel 9.1 (→ Seite 125).

- i Hinweise:**
- Alternativ zum fingerfesten Fitting 6000.0011 können Sie die lange dichtende Überwurfmutter mit Schneidring (Best.-Nr. 70-4859) aus dem Kapillarkit verwenden.
 - Sollte der Platz vor einem fluidischen Einlass oder nach einem fluidischen Auslass für eine lange Überwurfmutter nicht ausreichen (zum Beispiel für das Fitting mit Best.-Nr. 70-3675), verwenden Sie das kurze Fitting (Best.-Nr. 70-4746) aus dem Kapillar- und Fitting-Kit.

Beispiel: Verwenden Sie die kurzen Fittings wenn Sie eine Säule mit einer Länge von 25 cm verwenden, und die Zelle in Bay A installiert ist, wodurch wenig Platz zwischen Zelleneinlass und Detektorgehäuse ist.

4.4.2.2 Anschlüsse mit dem nanoViper-Kapillarkit (< 1200 bar)

Für eine Standard-Detektorkonfiguration bestehend aus einer coulometrischen Zelle 6020RS omni und einer analytischen Zelle (6011RS ultra oder 6041RS ultra) entsprechen die Verbindungen mit dem optionalen nanoViper-Kapillar-Kit den in Abb. 15 (→ Seite 51) gezeigten Anschlüssen.

⚠ Vorsicht : Durch mobile Phasen mit einem hohen pH-Wert können die Kapillaren aus dem nanoViper-Kit beschädigt werden. Vermeiden Sie die Verwendung von Kapillaren aus diesem Kit wenn Sie mit mobilen Phasen mit hohem pH-Wert arbeiten, wie sie für Pulse-Mode-Anwendungen üblich sind, zum Beispiel Natriumhydroxid (NaOH) oder Kaliumhydroxid (KOH).

Die Kapillaren werden wie folgt angeschlossen:

Nr.	Komponenten und Verbindungen	Best.-Nr. Kapillare (oder Kit) mit Fittingen
1	Pumpenauslass zum Einlass der coulometrischen Zelle 6020RS omni	6041.5819
2, 3	In-Line-Filter mit Graphit-Filterelement Nur bei System-Betriebsdrücken unter 300 bar empfohlen.	---
4	Coulometrische Zelle 6020RS omni	---
5	Ausgang der coulometrischen Zelle 6020RS omni zum Eingang des Autosamplers, wie z.B. einem WPS-3000TBRS	6041.5821
6	Auslass des Autosamplers zum Einlass der analytischen Säule	6041.5814
7	Analytische Säule	---
8	Auslass der analytischen Säule zum Einlass der analytischen Zelle (6011RS oder 6041RS ultra)	6041.5811 oder 6041.5812
9, 10	In-Line-Filter mit PEEK-Filterelement Nur bei System-Betriebsdrücken unter 300 bar empfohlen.	---
11	Analytische elektrochemische Zelle	---
	Für den Anschluss mehrerer coulometrischer Zellen in Serie Verbindende Viper-Kapillare, enthalten im Detektor-Zubehör	6041.9075
12	Auslass der elektrochemischen Zelle zum Abfall Waste-Leitung der Zelle im Detektor-Zubehör enthalten, Fitting für den Anschluss an die Zelle im Zellenzubehör enthalten	6040.4900

Weitere Informationen zu den Kapillaren, Fittingen und Überwurfmuttern finden Sie in Kapitel 9.2 (→ Seite 127).

4.4.3 Installation der In-Line-Filter

⚠ Vorsicht: Verwenden Sie die In-Line-Filter nur bis zu einem System-Betriebsdruck unter 300 bar. Bei Anwendungen mit einem System-Betriebsdruck über 300 bar entfernen Sie die In-Line-Filter aus dem Flussweg des Systems.

In-Line-Filter können angeschlossen werden, um sicherzustellen, dass kein Staub und keine Schmutzpartikel die Zelle verstopfen, und somit hohen Gegendruck sowie eine verminderte Systemleistung verursachen können.

Die In-Line-Filterelemente sollten regelmäßig ausgetauscht werden. Die Vorgehensweise beim Austausch finden Sie in Kapitel 7.4 (→ Seite 116).

4.4.3.1 Anschließen des Graphit-In-Line-Filters

Der In-Line-Filter mit Graphit-Filterelement wird vom Pumpenauslass zum Autosampler-Einlass verbunden.

Erforderliche Teile

In-Line-Filter-Kit mit Graphit-Filterelementen, enthält 5 Filterelemente aus Graphit
Das Kit ist im Zubehör des Detektors enthalten.



Nr.	Beschreibung
1	Filterhalter
2	Graphit-Filterelement
3	Überwurfmutter

Abb. 16: In-Line-Filter mit Graphit-Filterelement

Gehen Sie wie folgt vor

Um den In-Line-Filter anzuschließen, führen Sie folgende Schritte aus:

1. Legen Sie das In-Line-Filter-Kit mit Graphit-Filterelementen bereit.
2. Öffnen Sie den Filterhalter, indem Sie die Überwurfmutter mit den Fingern gegen den Uhrzeigersinn drehen.
3. Befestigen Sie an einem Ende eine Überwurfmutter, indem Sie die Überwurfmutter mit den Fingern im Uhrzeigersinn drehen.

Verwenden Sie keinen Schraubenschlüssel oder anderes Werkzeug. Ziehen Sie die Überwurfmutter nicht zu fest an, da hierdurch das Filterelement zerbrechen könnte.

4. Setzen Sie das Filterelement in den Filterhalter ein. Stellen Sie sicher, dass das Filterelement mittig im Filter eingepasst ist und an der Oberfläche der Überwurfmutter sitzt.
5. Schließen Sie den Filterhalter mit der zweiten Überwurfmutter, indem Sie die Überwurfmutter vorsichtig mit den Fingern im Uhrzeigersinn drehen bis Sie den Kontakt zwischen Überwurfmutter und Filterfritte spüren.

Beachten Sie Folgendes:

- ◆ Der Filter ist ordnungsgemäß zusammgebaut, wenn beide Überwurfmuttern ungefähr den gleichen Abstand von der Mitte des Filterhalters haben.
 - ◆ Die Überwurfmuttern sollten fingerfest geschlossen sein.
 - ◆ Verwenden Sie keinen Schraubenschlüssel oder anderes Werkzeug.
 - ◆ Ziehen Sie die Überwurfmuttern nicht zu fest an, da hierdurch das Filterelement zerbrechen könnte.
6. Verbinden Sie eine Kapillare vom Pumpenauslass zum Einlass des In-Line-Filters. Installieren Sie den In-Line-Filter in Flussrichtung wie auf dem Filterhalter angezeigt.
i Hinweis: Vergewissern Sie sich, dass die Kapillare korrekt angeschlossen ist, und der Filterhalter gemäß Flussrichtungszeichen auf dem Filterhalter angebracht ist. Das Flussrichtungszeichen zeigt Richtung Flussweg nach dem Filter.
 7. Schließen Sie eine Kapillare an den Auslass des In-Line-Filters an und führen Sie die Kapillare in den Abfall.
 8. Spülen Sie den Filter 1-2 Minuten lang mit mobiler Phase bei einer Flussrate von 1,0 mL/min.
 9. Schalten Sie den Pumpenfluss ab.
 10. Stellen Sie die weiteren Flusswegverbindungen her, wie in Kapitel 4.4.2, Seite 49 beschrieben.



Abb. 17: Angeschlossener In-Line-Filter

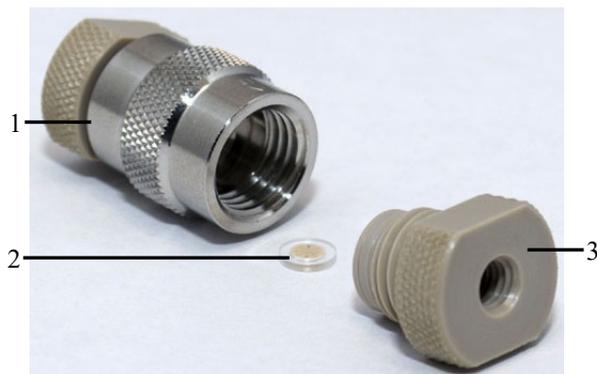
4.4.3.2 Anschließen des PEEK-In-Line-Filters

Der In-Line-Filter mit PEEK-Filterelement wird vom Säulenauslass zum Einlass der analytischen elektrochemischen Zelle verbunden.

Erforderliche Teile

In-Line-Filter-Kit mit PEEK-Filterelement, enthält 5 Filterelemente aus PEEK

Das Kit ist im Zubehör des Detektors enthalten.



Nr.	Beschreibung
1	Filterhalter
2	PEEK-Filterelement
3	Überwurfmutter

Abb. 18: In-Line-Filter mit PEEK-Filterelement

Gehen Sie wie folgt vor

1. Legen Sie das In-Line-Filter-Kit mit PEEK-Filterelementen bereit.
2. Öffnen Sie den Filterhalter, indem Sie die Überwurfmutter mit den Fingern gegen den Uhrzeigersinn drehen.
3. Setzen Sie das Filterelement in den Filterhalter ein. Stellen Sie sicher, dass das Filterelement mittig im Filter eingepasst ist und an der Oberfläche der Überwurfmutter sitzt.
4. Schließen Sie den Filterhalter mit der zweiten Überwurfmutter, indem Sie die Überwurfmutter vorsichtig mit den Fingern im Uhrzeigersinn drehen bis Sie den Kontakt zwischen Überwurfmutter und Filterfritte spüren.

Beachten Sie Folgendes:

- ◆ Der Filter ist ordnungsgemäß zusammengebaut, wenn beide Überwurfmutter ungefähr den gleichen Abstand von der Mitte des Filterhalters haben.
 - ◆ Die Überwurfmutter sollten fingerfest geschlossen sein.
 - ◆ Verwenden Sie keinen Schraubenschlüssel oder anderes Werkzeug.
 - ◆ Ziehen Sie die Überwurfmutter nicht zu fest an, da hierdurch das Filterelement zerbrechen könnte.
5. Schließen Sie Kapillaren an den Auslass des In-Line-Filters an.

6. Verbinden Sie die Kapillare vom Säulenauslass zum Einlass des In-Line-Filters.
7. Verbinden Sie eine Kapillare vom Auslass des In-Line-Filters zum Einlass der analytischen elektrochemischen Zelle.

4.4.4 Anschließen einer Säule an den Säulenofen

Der Säulenofen ist von der Gerätevorderseite aus zugänglich und mit einer abnehmbaren Abdeckplatte verschlossen.



Abb. 19: Innenansicht des Säulenofens

1. Nehmen Sie die Abdeckplatte ab, mit der der Säulenraum verschlossen ist.
2. Stellen Sie sicher, dass die Kapillaren und Komponente vor der Säule wie in Kapitel 4.4.2 (→ Seite 49) beschrieben angeschlossen sind.
3. Legen Sie die Säule in den Säulenofen und führen Sie die Kapillare vom Ausgang der Säule durch eine der Kapillaröffnungen nach außen.
4. Schalten Sie die Säulenthermostatisierung ein und legen Sie die Temperatur fest (→ Seite 72).
5. Spülen Sie die Säule mehrere Stunden lang mit mindestens 200 mL mobiler Phase, bevor Sie die analytische elektrochemische Zelle an das System anschließen. In der Säule enthaltene Lösungsmittel sollten vor der ersten Verwendung mit mobiler Phase aus der Säule gespült werden.
6. Schließen Sie die Kapillaren und Komponente nach dem Säulenofen wie in Kapitel 4.4.2 (→ Seite 49) beschrieben an.

4.5 Äquilibrieren

Äquilibrieren des Systems

Ehe Sie den Detektor zur Probenanalyse einsetzen, sollten Sie das gesamte UltiMate 3000-System äquilibrieren:

1. Spülen Sie das gesamte System mit dem Anfangseluenten so lange, bis sich keine andere Flüssigkeit mehr im System befindet.
2. Heizen oder kühlen Sie alle temperaturgeregelten Module (z.B. den Säulenofen) auf die für die Anwendung erforderliche Temperatur.
3. Beobachten Sie den Pumpendruck. Vergewissern Sie sich, dass der Druck für die jeweilige Anwendung korrekt ist und dass er stabil bleibt.
4. Äquilibrieren Sie die elektrochemische Zelle (→ siehe unten).

Äquilibrieren des Systems über Chromeleon

- Wählen Sie die Befehle und Parameter im Dialogfenster Commands (F8) aus.
- Automatisieren Sie die Äquilibrierung, indem Sie ein Äquilibrierprogramm erstellen und ablaufen lassen (→ Seite 70).

Das Äquilibrierfenster zeigt für jedes Gerät des Systems den Status der Äquilibrierung an.

Äquilibrieren der Elektrochemischen Zelle

Vor Beginn jeder Analyse müssen sich die Zellen äquilibrieren, damit sich der Grundstrom stabilisiert. Die Basislinie sollte einigermaßen stabil sein. Die Dauer bis zu einer stabilen Basislinie hängt von der Anwendung ab.

Eine Vielzahl von Faktoren beeinflusst die Äquilibrierdauer: die Beschaffenheit und Reinheit der mobilen Phase, das angelegte Potential und insbesondere die für die Analyse benötigte Empfindlichkeit. Die Äquilibrierungsphase kann wenige Minuten für unempfindliche Messungen bis hin zu mehreren Stunden für hochempfindliche Messungen andauern.

Folgen Sie den Anweisungen im *User Guide* für die jeweilige elektrochemische Zelle.

4.6 Allgemeine Hinweise zum Detektorbetrieb

In den folgenden Kapiteln finden Sie allgemeine Hinweise zum Detektorbetrieb. Beachten Sie darüber hinaus auch die Informationen in Kapitel 5.7, wie Sie die Detektorleistung optimieren können (→ Seite 82).

4.6.1 Mobile Phasen

Die Qualität der mobilen Phase hat einen starken Einfluss auf die Nachweisgrenze und die Detektorleistung. Sorgfältige Überlegungen bei der Auswahl der Bestandteile der mobilen Phase tragen sehr dazu dabei, das Basislinienrauschen zu minimieren und die Leistung während der Analyse zu optimieren. In diesem Kapitel finden Sie allgemeine Hinweise zu mobilen Phasen für den Detektor.

Im Hinblick auf eine optimale Leistungsfähigkeit des Detektors sollten Sie folgende Hinweise beachten:

Allgemeine Hinweise zur Mobilen Phase

- Bereiten Sie alle mobilen Phasen mit Lösungsmitteln mindestens in HPLC-Qualität, Chemikalien in Reagenz-Qualität und gefiltertem Wasser in HPLC-Qualität, gefiltert durch eine 0,2 µm Membranfilter, zu. Lösungsmittel in HPLC-Qualität liefern in der Regel gute Ergebnisse. Dies ist besonders beim Einsatz von coulometrischen Zellen wichtig, da Feststoffe die porösen Elektroden verstopfen können.
- Die bei elektrochemischen Messungen verwendete Wasserqualität ist äußerst wichtig, da Wasser das am häufigsten verwendete Lösungsmittel bei Reversed-Phase-Anwendungen ist. Ultra-reines Wasser mit einem elektrischen Widerstand von 18,2 MΩ wird zwar bevorzugt verwendet, dabei ist aber auch wichtig, dass das Wasser kein mikrobielles Wachstum oder andere organische Verunreinigungen enthält, die den Gesamtgehalt an organischem Kohlenstoff (TOC-Gehalt) erhöhen. Ein hoher TOC-Gehalt kann zu einer niedrigeren Trennleistung der Säule, erhöhtem Grundstrom und einer geringeren Empfindlichkeit der elektrochemischen Zellen sowie zu Störpeaks im Chromatogramm führen.
- Verwenden Sie mobile Phasen mit Wasser, Lösungsmitteln und Modifikatoren höchster Qualität. Vergewissern Sie sich, dass der Eluent keine elektroaktiven Verunreinigungen enthält, um eine optimale Empfindlichkeit zu erzielen. Die Menge an Verunreinigungen in der mobilen Phase wirkt sich auf die Zeit aus, die die Zelle benötigt, um eine stabile Basislinie herzustellen, und auf den erzeugten Grundstrom.
- Entgasen Sie alle mobilen Phasen vor ihrer Verwendung.
- Verwenden Sie eine mobile Phase mit einem Leitelektrolyten zur Steuerung des Potentials. Die Elektrolyt-Konzentration sollte im Bereich von 20-100 mM liegen, um einen angemessenen Elektrolytgehalt in Lösung zu herzustellen.

- Vergewissern Sie sich, dass die mobile Phase nicht durch Metallkomponenten im System verunreinigt wird. Einzelheiten hierzu finden Sie auf Seite 62.
- Verwenden Sie stets eine gepufferte mobile Phase.
 - ◆ Die Pufferkonzentration sollte zwischen 50 und 100 mM liegen, um Grundstrom und Basisliniendrift zu minimieren und gleichzeitig einen konstanten pH-Wert in der mobilen Phase zu halten.
 - ◆ Achten Sie bei der Umstellung von einem Puffer auf eine andere mobile Phase darauf, dass die Lösungsmittel mischbar sind und nicht zu Ausflockungen führen.
 - ◆ Achten Sie darauf, dass Puffer nicht über einen längeren Zeitraum ohne Fluss in der Zelle bleiben. Zellen dürfen nicht mit gepufferten mobilen Phasen trocknen. Zur Aufbewahrung spülen Sie die Zellen mit einem Laufmittel mit mindestens 20 % Methanol.
- Vergewissern Sie sich, dass Sie das Oxidations- und/oder Reduktionspotential jedes Bestandteils der von Ihnen eingesetzten mobilen Phase kennen. Die Bestandteile sollten bei dem Analysepotential nicht elektroaktiv sein. Die Reaktionspotentiale der Bestandteile sollte mindestens 50 mV unter dem Oxidationspotential des Bestandteils der mobilen Phase liegen, das am schnellsten oxidiert.
- Die mobile Phase kann im Laufe der Zeit instabil werden. Verwenden Sie frische Lösungsmittel für Ihre Analysen.
- Verwenden Sie Reagenzien von höchster Reinheit, um die mobile Phase vorzubereiten. In vielen Fällen können Verunreinigungen, wie Schwermetalle (besonders Redox-aktive Übergangsmetalle, wie Eisen) den Grundstrom in der elektrochemischen Zelle beeinflussen. Dadurch entsteht Rauschen, was die Detektionsgrenze beeinträchtigt. Beachten Sie zwei Kriterien: die Gesamtreinheit und den Verunreinigungsgrad durch Schwermetalle. Darüber hinaus können sich Spurenmetalle und elektroaktive Substanzen manchmal gegenseitig beeinflussen, bevor die Substanzen in die elektrochemische Zelle gelangen.

Hinweise zur Verwendung der Mobilen Phase mit Elektrochemischen Zellen

- Achten Sie stets darauf, dass Fluss durch die Zelle besteht, bevor Sie ein Potential an die Zelle anlegen. Legen Sie niemals ohne Fluss ein Potential an eine elektrochemische Zelle an, um Schäden an den Zell-Elektroden zu vermeiden. Stellen Sie sicher, dass der Fluss der für elektrochemische Detektion geeigneten mobilen Phase besteht, bevor Sie die Zelle einschalten, und dass der Fluss eingeschaltet bleibt, wenn ein Potential an die Elektroden angelegt wird, um dauerhafte Schäden an den Zellen zu vermeiden.
- Verwenden Sie keine Salpetersäure (konzentrierte HNO_3) zum Reinigen von elektrochemischen Zellen. Dabei können interne Komponenten beschädigt werden. Im *User Guide* für die entsprechende elektrochemische Zelle finden Sie Empfehlungen zur Reinigung (in englischer Sprache).

- Achten Sie darauf, dass Sie die Zelle innerhalb ihrer Spezifikationen bezüglich Rückdruck und angelegtem Potential betrieben wird. Beachten Sie die Spezifikationen und Hinweise zu mobilen Phasen für die elektrochemischen Zellen.
- Die medienberührten Teile der elektrochemischen Zelle bestehen, je nach Ausführung, aus PEEK (Polyetheretherketon), porösem Graphit, Palladium, boPET (biaxial orientierte Polyester-Folie), Bor-dotierter Diamant oder PTFE (Polytetrafluorethylen). Die chemische Beständigkeit einer elektrochemischen Zelle ist lösungsmittelabhängig. Dies gilt besonders für sehr stark saure Lösungsmittel mit großen Pufferkonzentrationen und bestimmten Lösungsmitteln wie THF (Tetrahydrofuran) und CHCl₂ (Dichlormethan).

4.6.2 Lösungsmittel-Zuführung

Die Pumpe sollte kontinuierlich fördern und dabei eine Durchmischung der mobilen Phase gewährleisten (wenn mit Gradientenelution gearbeitet wird). Ist der Gegendruck der Pumpe nicht konstant, kann dies zu einem Rauschen der Basislinie und einer beeinträchtigten Leistung der Zellen führen. Tritt das Rauschen mit dem Pumpenhub auf, sollten Sie Ihre HPLC-Pumpe überprüfen.

Für den elektrochemischen Betrieb gelten folgende Empfehlungen:

- Der Behälter für die mobile Phase sollte aus Glas sein. Für einige Anwendungen kann jedoch ein Plastikbehälter benötigt werden. Bei Kohlenhydrat-Analysen sollten beispielsweise Behälter aus PTFE verwendet werden, um ein Entstehen der Kohlensäure in der mobilen Phase zu vermeiden.
- Alle Schlauchverbindungen sollten aus einem kompatiblen Material, das für die elektrochemische Detektion in der HPLC geeignet ist, bestehen (z.B. PTFE, ETFE, PEEK, passiviertes Edelstahl oder Titan) und für den Betriebsdruck und die jeweilige Anwendung geeignet sein.
- Stahlkomponente im Flussweg können Korrosionsstellen aufweisen, die den Grundstrom beeinflussen und die Oxidation von elektroaktiven Substanzen in der mobilen Phase erleichtern. Reduzieren Sie deshalb die Anzahl der Metallkomponenten im HPLC-System auf ein Minimum. Wenn Sie den Detektor in einem System mit Komponenten aus Metall (z.B. Stahl) einsetzen, passivieren Sie die Komponente und Geräte, bevor Sie elektrochemische Zellen anschließen verwenden. Weitere Informationen zur Passivierung finden Sie auf Seite 131.
- In biokompatiblen Systemen mit Komponenten aus Titan können Laufmittel mit einem pH-Wert >12 Oxide bilden, wenn sie dem Titan ausgesetzt sind, die den Grundstrom bei hohen pH-Werten beeinflussen. Bevor Sie mit einer Anwendung beginnen, für die Laufmittel mit einem pH-Wert >12 verwendet wird, beachten Sie die folgenden Hinweise zum Umgang mit der Pumpe:

- ◆ Mischer und Filter aus Titan am Pumpenauslass müssen entfernt werden. Titan-Fritten müssen mit PEEK-Fritten ausgetauscht werden.
- ◆ Die Pumpe sollte vor Gebrauch passiviert werden. Weitere Informationen zur Passivierung finden Sie in Kapitel 10.1 (→ Seite 131).
- Verwenden Sie die In-Line-Filter aus den In-Line-Filter Kits, um sicherzustellen, dass Schmutzpartikel nicht in die Zelle gelangen, da selbst kleinste Partikel die Zelle verstopfen, die Systemleistung beeinträchtigen und Gegendruck erzeugen können. Beachten Sie die Hinweise zum maximalen Betriebsdruck für In-Line-Filter (→ Seite 55).

5 Betrieb und Wartung

Informationen zur Steuerung des Detektors über das Chromatographie-Management-System Chromeleon finden Sie im Kapitel 5.3 (→ Seite 67).

5.1 Einschalten

Schalten Sie den Detektor zur Inbetriebnahme über den Netzschalter auf der Geräterückseite ein. Bei der Inbetriebnahme laufen folgende Vorgänge ab:

- Auf dem Gerätedisplay erscheinen kurzzeitig allgemeine Informationen zum Detektor: Gerätetyp, Firmware-Version und Seriennummer.
- Der Detektor führt einen Selbsttest durch. (Die Dauer des Selbsttests hängt von der Anzahl der installierten Potentiostaten ab. Je nach Anzahl der installierten Potentiostaten kann die Dauer des Selbsttests 6-7 Minuten betragen. Dabei werden alle wesentlichen Baugruppen auf korrekte Funktion überprüft. Während des Selbsttests wird der Teststatus auf dem Detektordisplay angezeigt.
 - ◆ Nach erfolgreichem Selbsttest wechselt die Status-LED auf der Gerätevorderseite von orange zu grün.
 - ◆ Tritt während des Selbsttests ein Fehler auf, ist der Detektor nicht betriebsbereit. Die LED Status auf der Gerätevorderseite leuchtet rot. Wird der Detektor unter Chromeleon betrieben, erscheint die Meldung im Chromeleon Audit Trail. Entfernen Sie alle Zellen vom Detektor. Schalten Sie den Detektor aus, korrigieren Sie den Fehler (→ Seite 101) und schalten Sie den Detektor wieder ein. Wird der Selbsttest auch dann nicht erfolgreich abgeschlossen, wenden Sie sich bitte mit dem genauen Wortlaut der Fehlermeldung aus dem Audit Trail in Chromeleon an den Thermo Fisher Scientific-Kundendienst vor Ort.
- Stellen Sie sicher, dass der Fluss der mobilen Phase besteht, bevor Sie die Zellen anschalten.

Im Normalbetrieb brauchen Sie das Gerät nicht über den Netzschalter auszuschalten. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter aus, wenn Sie dazu aufgefordert werden, zum Beispiel für bestimmte Wartungsarbeiten.

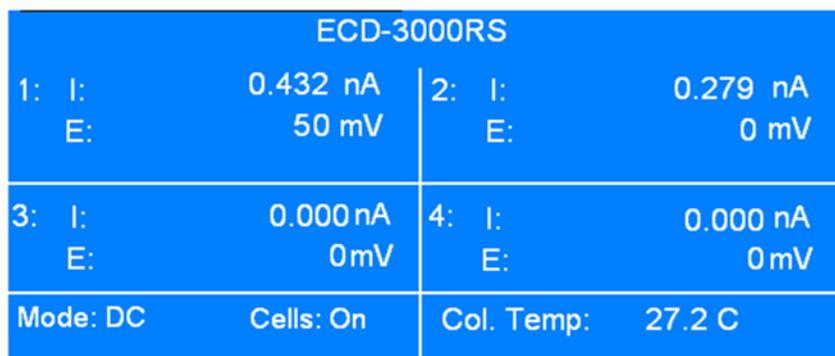
5.2 Statusanzeige

Das Display zeigt die folgenden Status-Informationen an:

- Signaleinheit (gemessene Sensitivity)
- Angelegtes Potential (mV)
- Betriebsmodus (DC oder Pulse)
- Zellen an/aus
- Temperatur des Säulenofens

Statusanzeige mit Potentiostat für den DC-Modus

Nach erfolgreichem Selbsttest nach dem Einschalten eines Detektors mit einem Potentiostaten für den DC-Modus erscheint folgende Statusanzeige auf dem Gerätedisplay.

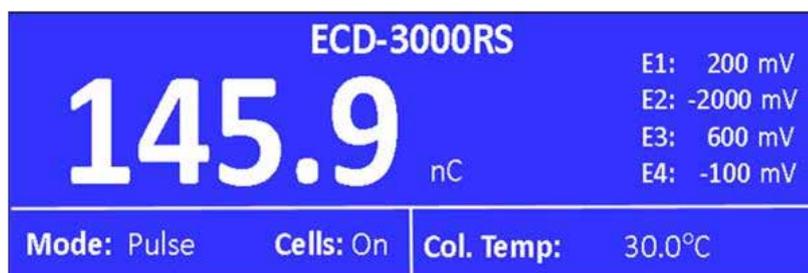


ECD-3000RS			
1: I:	0.432 nA	2: I:	0.279 nA
E:	50 mV	E:	0 mV
3: I:	0.000 nA	4: I:	0.000 nA
E:	0 mV	E:	0 mV
Mode: DC	Cells: On	Col. Temp:	27.2 C

Abb. 20: Statusanzeige im DC-Modus (Beispiel)

Statusanzeige mit Potentiostat für den Pulse-Modus

Nach erfolgreichem Selbsttest nach dem Einschalten eines Detektors mit einem Potentiostaten für den Pulse-Modus erscheint folgende Statusanzeige auf dem Gerätedisplay.



ECD-3000RS			
145.9 nC		E1:	200 mV
		E2:	-2000 mV
Mode: Pulse		E3:	600 mV
		E4:	-100 mV
Cells: On	Col. Temp:	30.0°C	

Abb. 21: Statusanzeige im Pulse-Modus (Beispiel)

5.3 Steuerung über Chromeleon

Vergewissern Sie sich zunächst, dass folgende Voraussetzungen erfüllt sind:

1. Die Chromeleon-Software ist auf dem Rechner installiert und der Lizenzcode ist eingegeben. Der Rechner erfüllt die Systemvoraussetzungen (→ Seite 7).
2. Der Detektor ist über eine USB-Verbindung mit dem Chromeleon-Rechner verbunden.

i Hinweis: Bevor Sie den Detektor mit dem Chromeleon-Rechner verbinden und den Detektor einschalten, sollten Sie sich vergewissern, dass die Chromeleon-Software auf dem Rechner installiert und der Lizenzcode eingegeben ist. Nur dann wird der USB-Treiber für den Detektor automatisch geladen und das Windows-Betriebssystem kann den Detektor erkennen, wenn dieser eingeschaltet wird.

3. Der Detektor ist, wie im Kapitel 3.4 beschrieben, in Chromeleon eingerichtet (→ Seite 28).

Damit der Detektor über Chromeleon gesteuert werden kann, müssen Sie die Zeitbasis, auf welcher der Detektor installiert ist, mit dem Chromeleon-Client verbinden (→ Seite 67).

Das Gerät kann auf zweierlei Art über Chromeleon gesteuert werden:

- *Direkt* über die Parameter und Befehle im Dialogfenster **Commands** (F8-Box, → Seite 68) oder auf einem Steuerfenster (Control Panel) (→ Seite 69)
- *Automatisch* über ein Steuerprogramm (PGM) (→ Seite 70)

5.3.1 Verbinden mit Chromeleon

1. Starten Sie gegebenenfalls den Chromeleon **Server Monitor** und den Chromeleon-Server (→ Seite 28).

2. Starten Sie den Chromeleon-Client über das Chromeleon-Symbol  auf dem Desktop.

Wenn das Chromeleon-Symbol nicht auf dem Desktop vorhanden ist, klicken Sie auf Start in der Taskleiste. Wählen Sie **Programme** (oder **Alle Programme**, abhängig vom Betriebssystem), wählen Sie dann **Chromeleon**, und klicken Sie danach auf **Chromeleon**.

3. Verbinden Sie den Chromeleon-Client mit der Zeitbasis, auf welcher der Detektor installiert ist. Einzelheiten hierzu finden Sie für das Dialogfenster **Commands** (F8) auf der Seite 68 und für das Steuerfenster auf der Seite 69.

Wenn der Detektor korrekt mit Chromeleon verbunden ist:

- leuchtet die LED **Connected** auf der Gerätevorderseite grün.
- stehen weitere Funktionen zur Lebensdauerprognose von Verschleißteilen zur Verfügung (→ Seite 96).

Trennen Sie den Detektor immer über das Kommando **Disconnect** von Chromeleon, ehe Sie ihn am Netzschalter ausschalten.

5.3.2 Direkte Steuerung

Beim direkten Betrieb wählen Sie die Parameter und Befehle im Dialogfenster **Commands** (F8-Box). Direkte Befehle werden mit der Eingabe ausgeführt. Für den Routinebetrieb stehen die meisten Parameter und Befehle auch in einem Steuerfenster zur Verfügung.

Öffnen des Dialogfensters Commands für den Detektor

1. Öffnen Sie ein (beliebiges) Steuerfenster. Die Steuerfenster sind im Chromeleon-Browser in Verzeichnis **Dionex Templates/Panels** abgelegt und können mit einem Doppelklick geöffnet werden.
2. Verbinden Sie das Steuerfenster mit der Zeitbasis, auf welcher der Detektor installiert ist. Wählen Sie dazu im Menü **Control** den Befehl **Connect to Timebase** und legen Sie auf der Seite **Timebase** die Zeitbasis fest. (Das Menü **Control** ist nur sichtbar, wenn ein Steuerfenster geöffnet ist.) Weitere Informationen zum Dialog **Timebase** erhalten Sie über die Schaltfläche **Hilfe**.
3. Drücken Sie F8 oder wählen Sie **Command** im Menü **Control**.
4. Zeigen Sie die Parameter und Befehle für den Detektor an, indem Sie auf das Pluszeichen neben **ECDRS** klicken.

Welche Parameter und Befehle angezeigt werden, hängt ab von

- ◆ der Chromeleon-Version
 - ◆ den in der Detektorkonfiguration festgelegten Optionen (→ Seite 31).
 - ◆ dem Anzeigefilter (**Normal**, **Advanced** oder **Expert**)
5. Ändern Sie den Anzeigefilter, falls erforderlich. Führen Sie in der Befehlsliste einen Rechtsklick aus und wählen Sie den gewünschten Filter im Menü aus.

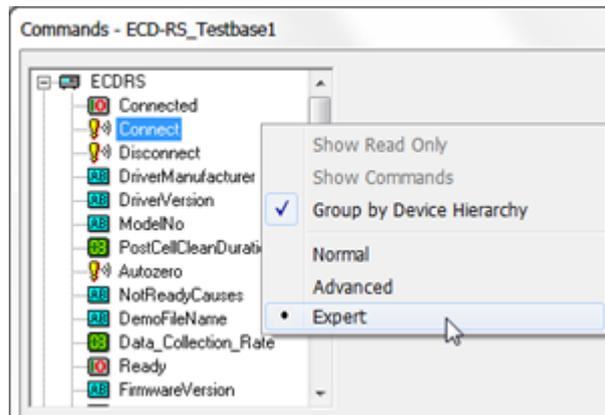


Abb. 22: Dialogfenster Commands

6. Vergewissern Sie sich, dass der Detektor mit Chromeleon verbunden (connected) ist. Verbinden Sie den Detektor gegebenenfalls über den Befehl **Connect**.

Eine Liste aller für den Detektor verfügbaren Kommandos und Parameter finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon. Ergänzend zu den Detektorkommandos und Parametern können Sie über das Dialogfenster **Commands** (F8-Box) auch auf alle Kommandos und Parameter der anderen Geräte zugreifen, die auf der ausgewählten Zeitbasis installiert sind.

Öffnen des Steuerfensters für den Detektor

1. Klicken Sie im Menü **View** auf **Default Panel Tabset** oder klicken Sie auf das entsprechende Symbol in der Werkzeugleiste  und verbinden Sie sich dann mit dem Chromeleon-Server.

Chromeleon erstellt zentrale Steuerfenster (Panel Tabsets) für alle auf dem Server installierten Zeitbasen. Ein Panel Tabset enthält Steuerfenster für die einzelnen Geräte der Zeitbasis sowie ein oder mehrere Steuerfenster für systemweite Funktionen, z.B. für das Erstellen und Ausführung von Sequenzen. Weitergehende Informationen zu Panel Tabsets finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon.

2. Klicken Sie auf dem Panel Tabset für Ihre Zeitbasis die Registerkarte für den Detektor an.
3. Vergewissern Sie sich, dass der Detektor mit Chromeleon verbunden (connected) ist (die LED der Schaltfläche grün). Verbinden Sie das Modul gegebenenfalls über die Schaltfläche **Connect**.

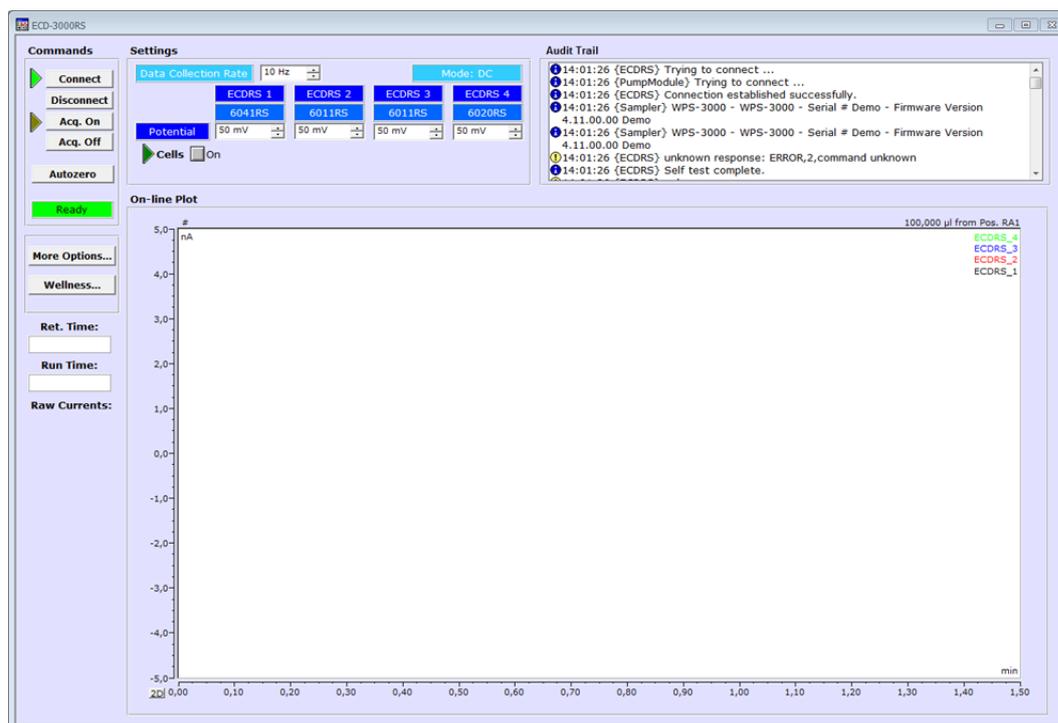


Abb. 23: Steuerfenster für den Detektor (Beispiel, hier: 4-Kanal-Betrieb)

Auf dem Control Panel stehen die Parameter und Befehle zur Verfügung, die für den Routinebetrieb des Detektors benötigt werden. Abhängig vom Betriebsmodus, der beim Einrichten in Chromeleon ausgewählt wurde, kann sich das Steuerfenster für den Detektor von dem Steuerfenster in Abb. 23 unterscheiden.

Alle anderen Parameter und Befehle können Sie über das Dialogfenster **Commands** (F8-Box) ausführen. Sie können das Dialogfenster direkt vom Panel Tabset aus über **Command** im Menü **Control** öffnen.

5.3.3 Automatische Steuerung

Beim automatischen Betrieb wird der Detektor über ein von Ihnen erstelltes Programm (PGM) gesteuert. Ein Programm können Sie automatisch mit Hilfe eines Software-Assistenten erstellen oder manuell, indem Sie ein vorhandenes Programm editieren.

Neben Programmen für die Probenanalyse können Sie auch Programme für andere Zwecke erstellen, zum Beispiel, um das HPLC-System automatisiert herunterzufahren oder um sicherzustellen, dass das System nach einem Stromausfall wie gewünscht weiterarbeitet. Einzelheiten hierzu finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon.

Erstellen eines Programms über den Programm-Assistenten

1. Rufen Sie den Programm-Assistenten auf. Wählen Sie dazu im Menü **File** den Befehl **New** und wählen Sie dann **Program File** aus der Liste.
2. Der Assistent führt Sie durch die Programmerstellung. Nehmen Sie auf den einzelnen Seiten des Assistenten die gewünschten Einstellungen vor oder übernehmen Sie die vorgegebenen Werte. Weitere Informationen zu einer Seite erhalten Sie über die Schaltfläche **Hilfe**.
3. Nach Abschluss des Programm-Assistenten erstellt Chromeleon automatisch das entsprechende Programm.
4. Starten Sie das Programm wie unten beschrieben.

Manuelles Erstellen eines Programms

1. Öffnen Sie ein vorhandenes Programm.

Öffnen Sie das gewünschte Programm mit einem Doppelklick.

- oder -

Wählen Sie im Menü **File** den Befehl **Open**. Wählen Sie im Dialogfenster unter **Object of Type** den Eintrag **Program** und wählen Sie das gewünschte Programm aus.

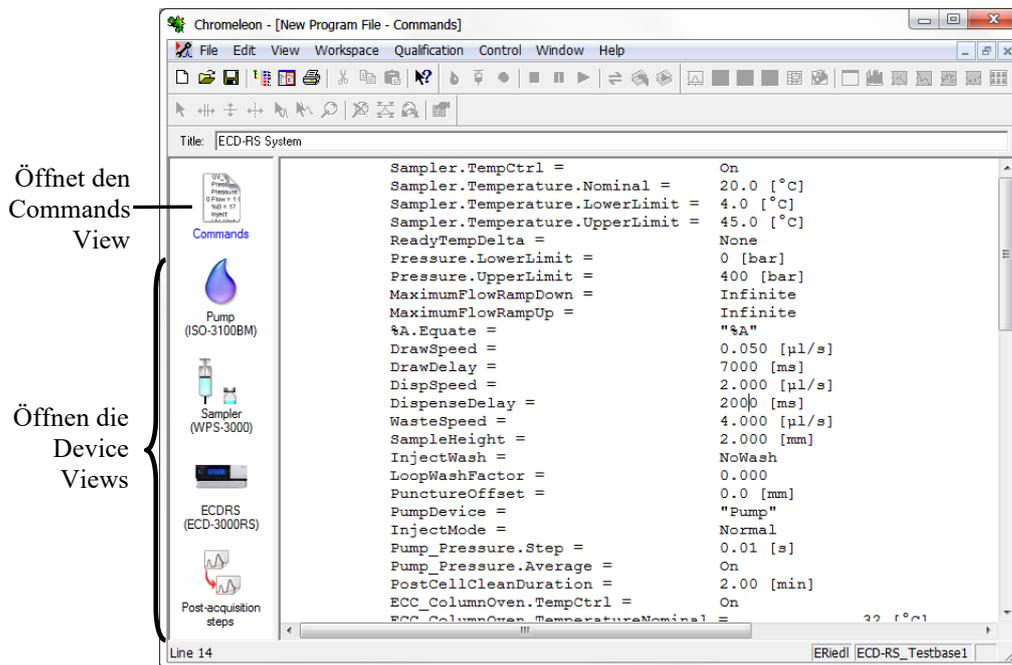


Abb. 24: Chromeleon Programm (hier: Programmansicht im Commands View)

2. Nehmen Sie in dem Programm die gewünschten Änderungen vor.

Die Geräteansichten (Device Views) bieten die einfachste Möglichkeit, ein Programm zu ändern (→ Abb. 24). Klicken Sie ein Gerät an und nehmen Sie die gewünschten Änderungen auf den jeweiligen Geräteseiten vor. Die Eingaben werden direkt in Kommandos mit korrekter Syntax umgewandelt.

Wenn Sie einen Parameter in der Geräteansicht nicht einstellen können, können Sie in die Ansicht **Commands** wechseln und den Parameter dort editieren oder neu eingeben. Die Ansicht **Commands** zeigt das gesamte Programm mit den verschiedenen Befehlen in der zeitlichen Reihenfolge an. Weitere Informationen finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon.

3. Starten Sie das Programm wie unten beschrieben.

Starten eines Programms

Programm zur Probenanalyse

1. Erstellen Sie eine Probentabelle (Sequenz). Die Sequenz muss neben dem Programm auch eine Methode zur Auswertung der Probendaten (Peak-Identifizierung, Flächen- und Stoffmengenbestimmung) enthalten.
2. Weisen Sie das Programm und die Methode den einzelnen Proben in der Tabelle zu.
3. Nehmen Sie die Sequenz in den Batch auf und starten Sie den Batch.

Informationen zu den einzelnen Schritten finden Sie in der *Chromeleon-Hilfe*.

Andere Programme

Nehmen Sie die Programme in den Batch auf und starten Sie den Batch.

5.4 Wichtige Einstellungen für den Betrieb

In der folgenden Tabelle finden Sie die wichtigsten Einstellungen für den Routinebetrieb mit dem Detektor. Sie können diese Einstellungen in der Regel über die Benutzeroberfläche in Chromeleon öffnen.

Einstellung	Beschreibung
Analyse-Potential	<p>Ein Potential ist für eine Analyse geeignet, wenn es das beste Signal bei der Oxidation (oder Reduktion) einer Probe und gleichzeitig minimale Signalstörungen (z.B. elektroaktive Substanzen, die mit der Probe oder dem Eluenten eluieren) aufweist.</p> <p>Beachten Sie Folgendes:</p> <ul style="list-style-type: none">• Wenn Sie einen elektrochemischen Detektor im Bereich der Flüssigkeitschromatographie einsetzen, vergewissern Sie sich, dass Sie das Potential kennen, um die gewünschte elektrochemische Reaktion (Oxidation oder Reduktion) einer zu analysierenden Probe zu erzeugen.• Dieses Potential hängt von vielen Faktoren ab: die Art der verwendeten elektrochemischen Zelle, das Arbeitselektrodenmaterial, der pH-Wert, die Zusammensetzung der mobilen Phase und die chemische Struktur der Probe.• Erstellen Sie ein hydrodynamisches Voltammogramm, um das optimale Potential zu ermitteln. <p>Weitere Informationen zur Optimierung des Potentials finden Sie im Kapitel 5.8.1 (→ Seite 84).</p>

Einstellung	Beschreibung
Autozero	<p>Führen Sie ein Autozero aus, um den Nullstrom neu zu kalibrieren.</p> <p>Wenn Sie ein Autozero ausführen, nimmt der Detektor die Werte aller Kanäle auf und zieht diese kontinuierlich von jedem Signalwert ab. Dadurch werden die Signale aller Kanäle auf null gesetzt. Die Signale bleiben auf null bis sich die Basislinie verändert (z.B. bei der Elution eines Peaks, oder einem Basisliniendrift und/oder -Rauschen). Die Autozero-Funktion hat keinen Einfluss auf den Grundstrom, der auf dem Detektordisplay angezeigt wird.</p> <p>Beachten Sie Folgendes:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Typischerweise sollte ein Autozero vor einer Injektion ausgeführt werden. • Machen Sie nur dann einen Nullabgleich, wenn die Basislinie stabil und flach ist. Wenn sich die Basislinie noch während der Äquilibration stabilisiert, oder wenn ein Rauschen auftritt oder gerade ein Peak gemessen wird, warten Sie bis die Basislinie einigermaßen flach und das Signal mindestens 15 Sekunden lang niedrig ist. • <i>Wenn der Detektor im DC-Modus betrieben wird</i> Um einen optimalen Detektorbetrieb im DC-Modus zu ermöglichen, führen Sie wöchentlich ein Autozero aus, wenn kein Potential an den Zellen anliegt.
Säulenthmostatisierung	<p>Ein- und Ausschalten der Säulenthmostatisierung und Festlegen der Temperatur.</p>
TempCtrl	<p>Schaltet die Temperaturregelung für den Säulenofen ein bzw. aus.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Die Temperaturregelung können Sie einschalten, indem Sie in Chromeleon im Dialogfenster Commands (F8) den Befehl ColumnOven >TempCtrl auswählen und auf On setzen. • Um die Säulenthmostatisierung auszuschalten, setzen Sie TempCtrl auf Off.
TemperatureNominal	<p>Wählen Sie die gewünschte Temperatur für die Säulenthmostatisierung.</p> <p>Wenn die Temperaturregelung ausgeschaltet ist und Sie unter TemperatureNominal einen Wert eingeben, wird TempCtrl automatisch auf On gesetzt.</p>
Datenaufnahmerate	<p>Die Datenaufnahmerate gibt an, wie viele Datenpunkte Chromeleon pro Sekunde (Hz) vom Detektor übernimmt und als Rohdaten abspeichert.</p> <p>Legen Sie die Datenaufnahmerate fest, mit der Datenpunkte vom Detektor empfangen werden.</p>
Filterkonstante	<p>Die Filterzeitkonstante wird angewendet, um das Rauschen im Chromatogramm während der Analyse elektronisch zu reduzieren. Eine kleine Zeitkonstante für den Filter(z. B. 0,2 Sekunden) beseitigt wenig Rauschen, während eine große Zeitkonstante (z. B. 10 Sekunden) zu einer erheblichen "Glättung" des Chromatogramms führt.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Auch wenn eine hohe Filterkonstante ein sehr glattes Chromatogramm erzeugt, kann es dafür sorgen, dass kleine Peaks beim "Glätten" beseitigt werden. • Die Verwendung einer kleinen Zeitkonstante kann wiederum zu einem hohen Basislinienrauschen führen. <p>Hinweise zum Einstellen der Filterkonstante finden Sie in Kapitel 5.8.2 (→ Seite 84).</p>

Einstellung	Beschreibung
Filterkonstante (Fortsetzung)	Um eine Filterkonstante festzulegen, öffnen Sie in Chromeleon das Dialogfenster Commands (F8-Box), und klicken Sie auf das Pluszeichen für die Zelle, um die verfügbaren Befehle zu sehen. Geben Sie unter dem Parameter FilterConstant die gewünschte Filterkonstante ein. Alternativ können Sie die Filterkonstante auf den Steuerfenstern des Detektors eingeben.
Leakerkennung	Bei Auslieferung des Detektors ist die die Funktion zur Erkennung von Undichtigkeiten (Leakerkennung) standardmäßig aktiviert (Enabled). Wenn die Leakerkennung aktiviert ist und eine Undichtigkeit erkannt wird: <ul style="list-style-type: none"> • leuchtet die LED Status auf der Gerätevorderseite rot. • erscheint eine Meldung im Chromeleon Audit Trail. • werden die Zellen abgeschaltet. • wird eine laufende Analyse abgebrochen. Wenn der Leaksensor angesprochen hat, beseitigen Sie die Undichtigkeit und trocknen Sie den Leaksensor (→ Seite 119).
Betriebsmodi	Es stehen unterschiedliche Betriebsmodi zu Verfügung, für die unterschiedliche Potentiostaten und Einstellungen erforderlich sind. Hinweis: Beachten Sie bei der Wahl des Betriebsmodus, dass der Detektor nur entweder im DC- oder im Pulse-Modus betrieben werden kann.
Gleichstrommodus (DC-Modus)	<i>Setzt einen Potentiostaten für DC-Modus voraus</i> Im Gleichstrommodus (DC-Modus) wird der Strom gemessen, während das Potential an den Arbeitselektroden konstant gehalten wird. Weitere Informationen zum DC-Modus und wie der Detektor im DC-Modus betrieben wird finden Sie in Kapitel 5.5 Gleichstrommodus (DC-Modus), Seite 75.
Pulse-Modus	<i>Setzt einen Potentiostaten für Pulse-Modus sowie eine amperometrische Zelle mit einer Edelmetall-Arbeits Elektrode voraus</i> Wenn eine Flüssigchromatographie mit elektrochemischer Detektion im Pulse-Modus verwendet wird, nennt man dies <i>gepulste amperometrische Detektion</i> (PAD). Impulse hoher positiver und hoher negativer Potentiale werden an die Elektrode angelegt. Eine vorprogrammierte Sequenz von Potentialen für einen festgelegten Zeitrahmen wird als Wellenform oder Waveform bezeichnet. Hinweis: Im Pulse-Modus kann immer nur ein Potentiostat für den Pulse-Modus genutzt werden. Weitere Informationen zum Pulse-Modus und wie der Detektor im Pulse-Modus betrieben wird finden Sie in Kapitel 5.6 Pulse-Modus, Seite 78.

5.5 Gleichstrommodus (DC-Modus)

Setzt einen Potentiostaten für DC-Modus voraus

- Funktionsprinzip des DC-Modus → siehe Kapitel 5.5.1 unten
- Festlegen des Potentials im DC-Modus → siehe Kapitel 5.5.2, unten
- Potentialüberschreitungen erlauben → siehe Kapitel 5.5.3, Seite 77

5.5.1 Funktionsprinzip des DC-Modus

Im Gleichstrommodus (DC-Modus) wird der Strom gemessen, während das Potential an den Arbeitselektroden konstant gehalten wird.

Die Elektrodenoberfläche bleibt während der Analyse konstant. Typischerweise bleiben Oxidations- oder Reduktionsprodukte, die während der elektrochemischen Detektion entstehen, aufgelöst. Der Zustand der Elektrode bleibt während der Analyse unverändert.

In manchen Fällen (zum Beispiel bei der Analyse von Alkoholen und Kohlenhydraten) können bei der Oxidation des Analyten Substanzen entstehen, die die Elektrode verunreinigen und im Verlauf der elektrochemischen Reaktion den Strom vermindern. Dies kann zu einem Signalverlust des Analyten führen.

Um diesen Effekt zu vermeiden, kann der Pulse-Modus verwendet werden (→ siehe Kapitel 5.6, Seite 78).

5.5.2 Festlegen des Potentials im DC-Modus

 **Vorsicht:** Achten Sie stets darauf, dass Fluss durch die Zelle besteht, bevor Sie ein Potential an die Zelle anlegen. Legen Sie niemals ohne Fluss ein Potential an eine elektrochemische Zelle an, um Schäden an den Zell-Elektroden zu vermeiden. Stellen Sie sicher, dass der Fluss der für elektrochemische Detektion geeigneten mobilen Phase besteht, bevor Sie die Zelle einschalten, und dass der Fluss eingeschaltet bleibt, wenn ein Potential an die Elektroden angelegt wird, um dauerhafte Schäden an den Zellen zu vermeiden.

Vorbereitungen

1. Stellen Sie sicher, dass folgende Voraussetzungen erfüllt sind:
 - ◆ Die erforderlichen Potentiostaten für den DC-Modus sind installiert und die elektrochemischen Zellen angeschlossen. Informationen zu möglichen Konfigurationen finden Sie in Kapitel 4.3.1 Kombinationsmöglichkeiten von Elektrochemischen Zellen und Potentiostaten, Seite 43.
 - ◆ Der Detektor ist für den Betrieb vorbereitet. Die einzelnen Schritte zur Vorbereitung finden Sie in Kapitel 4.1, Seite 41.

2. Stellen Sie sicher, dass der DC-Modus mit dem gewünschten Signalbereich auf der Registerkarte **Detector** in der Konfiguration ausgewählt ist (→ Kapitel 3.4.3, Seite 31).
3. Beachten Sie die Hinweise für den Betrieb der elektrochemischen Zellen (→ *User Guide* für die jeweilige elektrochemische Zelle).
4. Prüfen und beobachten Sie die Potentialbereiche für die elektrochemischen Zellen: Die Potentialbereiche für die Zellen stehen in Chromeleon im Dialogfenster **Commands** (F8) für jede Zelle unter dem Property **Potential** zur Verfügung.

Gehen Sie wie folgt vor

1. Das Potential ist in Chromeleon auf dem Steuerfenster für den Detektor oder im Dialogfenster **Commands** (F8) einstellbar.
2. Stellen Sie das Potential ein:
 - ◆ Geben Sie auf dem Steuerfenster das gewünschte Potential ein.
 - ◆ Klicken Sie im Dialogfenster **Commands** (F8-Box) auf das Pluszeichen für die jeweilige elektrochemische Zelle, um die verfügbaren Befehle zu sehen. Geben Sie das gewünschte Potential und die Retentionszeit an.

Nachdem ein Potential an die Zelle angelegt wurde:

- ◆ Der Grundstrom steigt anfänglich auf einen Maximalwert an, wird dann schnell sinken, und schließlich langsam sinken, bis er stabil ist. Der schnelle Rückgang des Grundstroms liegt in erster Linie am Ladestrom, wohingegen der langsame Rückgang des Grundstroms mit der Systemäquilibration einhergeht.
- ◆ Der genaue, dauerhaft verbleibende Grundstrom der Basislinie hängt vom angelegten Potential, der Beschaffenheit und dem Zustand der mobilen Phase (Alter, Quelle der Reagenzien, Menge und Beschaffenheit organischer Modifikatoren, etc.), sowie der Temperatur und dem Zustand des Systems ab.
- ◆ Der Grundstrom ist anwendungsspezifisch. Wenn Sie jedoch mit einer bekannten Methode eine neue Zelle verwenden (z.B. nach Tausch der Zelle), sollte der Grundstrom der neuen Zelle ähnlich zu dem bis dahin beobachteten Grundstrom sein.

Abb. 25 unten zeigt einen typischen Grundstrom nach der Äquilibration mit der amperometrischen Zelle 6041RS ultra mit Glaskohlenstoff-Elektrode, als mobile Phase wurde MD-TM verwendet (kommerziell erhältlich von Thermo Fisher Scientific), bei einer Flussrate von 0,5 mL/min und einem angelegten Potential von 300 mV.

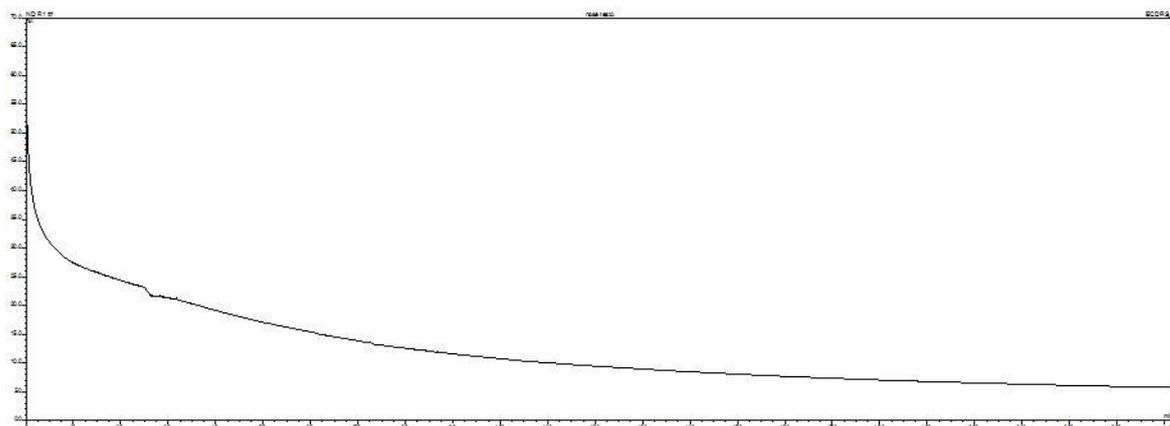


Abb. 25: Typischer Grundstrom nach der Äquilibration
(mit der Zelle 6041RS ultra mit GC-Elektrode)

3. Beobachten Sie beim Durchführen der gewünschten Anwendung die Basislinie. Warten Sie bis die Basislinie stabil und flach ist.

Die Dauer der Stabilisierung hin zu einer flachen Basislinie hängt von der gewünschten Empfindlichkeit ab. Die Stabilisierung dauert länger, wenn eine maximale Empfindlichkeit erzielt werden soll.

5.5.3 Potentialüberschreitungen erlauben

Diese Funktion ermöglicht es, Potentiale an eine elektrochemische Zelle anzulegen, die über den normalen Potentialbereich hinausgehen. Dies kann für einige Applikationen notwendig sein. Bitte berücksichtigen Sie jedoch die nachfolgend aufgeführten Punkte, wenn Sie diese Funktion nutzen möchten:

- Die Zellenleistung wird möglicherweise beeinträchtigt.
- Die Lebensdauer der Zelle wird möglicherweise verkürzt.
- Die Elektroden werden möglicherweise beschädigt.



Vorsicht:

Das Anlegen von Potentialen, die außerhalb des empfohlenen Bereichs liegen, mindert die Zellenleistung und kann die Elektroden in der elektrochemischen Zelle beschädigen. Thermo Fisher Scientific empfiehlt, nur Potentiale in dem Bereich anzulegen, der in dieser Bedienungsanleitung empfohlen wird, um Beschädigungen an den Elektroden zu vermeiden.

5.6 Pulse-Modus

Setzt einen Potentiostaten für Pulse-Modus sowie eine amperometrische Zelle mit einer Edelmetall-Arbeits Elektrode voraus

- Funktionsprinzip des Pulse-Modus → siehe Kapitel 5.6.1 unten
- Auswählen der Parameter im Pulse-Modus → siehe Kapitel 5.6.2, Seite 80

⚠ Vorsicht: Um irreparable Schäden an der Elektrode zu vermeiden, verwenden Sie für den Pulse-Modus ausschließlich Arbeitselektroden aus Edelmetall, wie Gold, in der amperometrischen Zelle. Verwenden Sie keine Arbeitselektroden aus Kohlenstoff oder porösem Graphit für den Pulse-Modus.

5.6.1 Funktionsprinzip der gepulsten amperometrischen Detektion (PAD)

Gepulste amperometrische Detektion - Definition

Wenn eine Flüssigchromatographie mit elektrochemischer Detektion im Pulse-Modus verwendet wird, nennt man dies *gepulste amperometrische Detektion* (PAD). Impulse hoher positiver und hoher negativer Potentiale werden an die Elektrode angelegt. Eine vorprogrammierte Sequenz von Potentialen für einen festgelegten Zeitrahmen wird als Wellenform oder Waveform bezeichnet.

Im Pulse-Modus wird das an die Arbeitselektrode angelegte Potential während der Analyse regelmäßig geändert. Diese regelmäßigen Änderungen "reinigen" oder reaktivieren die Elektrodenoberfläche elektrochemisch, um sie für die nächste Messung vorzubereiten.

i Hinweis: Dieses Funktionsprinzip befasst sich mit der Situation, dass die Leistung der Elektrode während der elektrochemischen Reaktion schnell nachlässt. Im Laufe der Zeit wird die Leistung aller Elektroden aufgrund von Verunreinigungen durch Störsubstanzen in der Probe und/oder der mobilen Phase beeinträchtigt, und die Elektroden müssen gereinigt werden.

Wellenform mit vier Impulsen

Abb. 26 unten zeigt das Beispiel eines Wellenformdiagramms mit vier Impulsen.

Das Diagramm stellt die Zeit (t) dar, in der das jeweilige Betriebspotential (E) mit einer festgelegten Dauer für die Acquisition Delay (AD) angelegt wird. Diese Wellenform wird typischerweise für die Analyse von Kohlenhydraten mit einer Gold-Arbeits Elektrode verwendet.

Die Wellenform wird während des Analyselaufs schnell wiederholt. Der Detektor liest das Stromsignal während jeder Wellenform und schickt es an ein Datensystem zur Datenaufnahme und Integration.

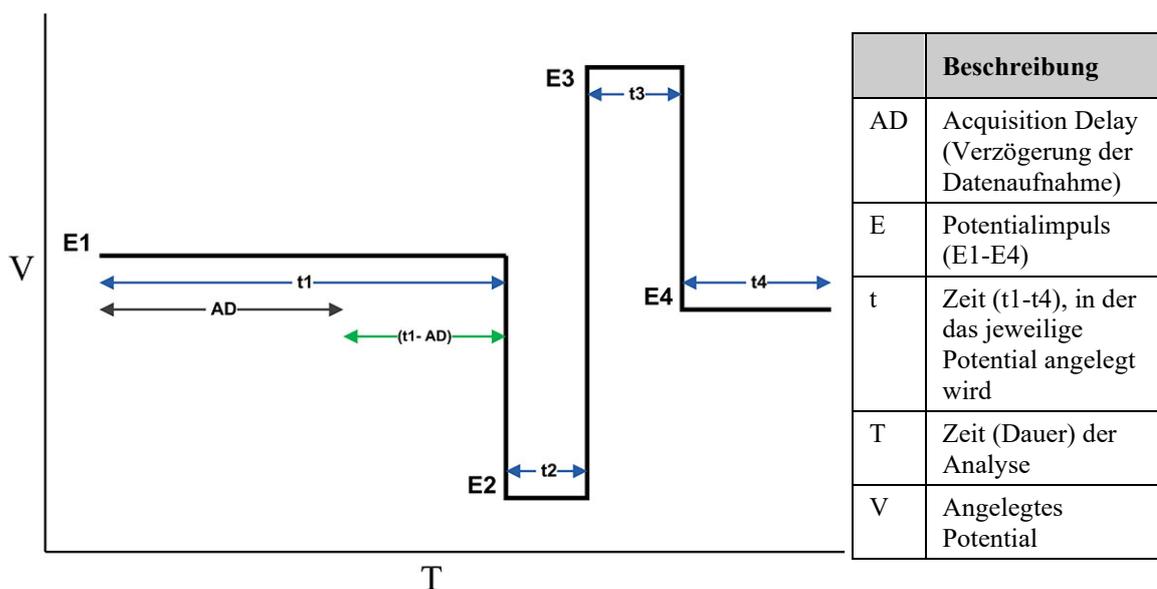


Abb. 26: Schematische Zeichnung einer gepulsten Wellenform mit vier Impulsen im Pulse-Modus

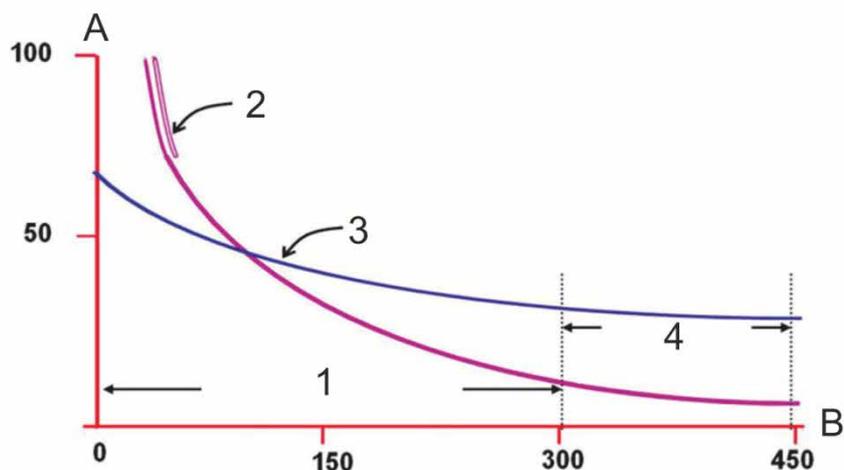
Die typische Wellenform mit vier Impulsen enthält folgende Stufen:

1. Ein Potentialimpuls (E1) wird eine Zeit lang (t_1) an die Elektrode angelegt. Der durch die Oxidation (oder Reduktion) erzeugte Strom der zu analysierenden Substanz wird gemessen.
2. Ein zweiter Potentialimpuls (E2) wird eine Zeit (t_2) lang bei einem hohen negativen Potential angelegt, um die Elektrodenoberfläche zu reduzieren (oxidieren).
3. Ein dritter Potentialimpuls (E3) wird eine Zeit (t_3) lang bei einem hohen positiven Potential angelegt, um die Elektrodenoberfläche zu wieder zu oxidieren (reduzieren).
4. Ein vierter Potentialimpuls (E4) wird eine Zeit (t_4) lang bei einem dazwischen liegendem Potential angelegt, um die Elektrode zu konditionieren, bevor der nächste gepulste Zyklus beginnt.

Acquisition Delay (Verzögerung der Datenaufnahme)

Die Messempfindlichkeit im Pulse-Modus hängt von der Dauer der Zeit ab, in der der Detektor das Stromsignal während des gepulsten Zyklus tatsächlich misst.

Die Acquisition Delay gehört zur Messperiode. Bei der Acquisition Delay wird der Effekt von kapazitiven Strömen auf ein Minimum reduziert. Die Ströme entstehen, wenn sich das analytische Potential, das zuerst angelegt wurde, aufgelöst hat. Das gemessene Stromsignal der Messperiode stammt dann überwiegend vom elektrochemischen Vorgang am Analyten (→ Abb. 27 unten).



Nr.	Beschreibung
A	Stromausschlag
B	Zeit in Millisekunden
1	Acquisition Delay (Verzögerung der Datenaufnahme)
2	Ladestrom der Elektrode
3	Faraday'scher Strom des Analyten

Abb. 27: Abfallender Elektrodenstrom nach dem Laden mit und ohne Analyt

5.6.2 Auswählen der Parameter im Pulse-Modus

i Hinweis: Im Pulse-Modus kann immer nur *ein* Potentiostat für den Pulse-Modus genutzt werden.

Vorbereitungen

- Stellen Sie sicher, dass folgende Voraussetzungen erfüllt sind:
 - ◆ Ein Potentiostat für Pulse-Modus ist installiert, und eine amperometrische Zelle mit einer Edelmetall-Arbeits Elektrode, wie zum Beispiel Gold oder Platin, ist angeschlossen. Informationen zu möglichen Konfigurationen finden Sie in Kapitel 4.3.1 Kombinationsmöglichkeiten von Elektrochemischen Zellen und Potentiostaten, Seite 43.
 - ◆ Der Detektor ist für den Betrieb vorbereitet. Die einzelnen Schritte zur Vorbereitung finden Sie in Kapitel 4.1, Seite 41.
- Stellen Sie sicher, dass der Pulse-Modus mit dem gewünschten Signalbereich auf der Registerkarte **Detector** in der Konfiguration ausgewählt ist (→ Kapitel 3.4.3, Seite 31).
- Beachten Sie die Hinweise für den Betrieb der elektrochemischen Zelle (→ *User Guide* für die jeweilige elektrochemische Zelle).
- Prüfen und beobachten Sie die Potentialbereiche für die elektrochemischen Zelle: Die Potentialbereiche stehen in Chromeleon im Dialogfenster **Commands** (F8) für jede Zelle unter dem Property **Potential** (E1 bis E4) zur Verfügung.

Gehen Sie wie folgt vor

Eine Reihe von Parametern müssen für optimale Bedingungen im Pulse-Modus eingestellt werden:

- Stellen Sie die drei oder vier Potentiale ein
- Legen Sie die Pulsbreite (Zeit) fest, in der die Potentiale jeweils angelegt werden
- Legen Sie die Verzögerung der Datenaufnahme (Acquisition Delay) fest

Hinweise

Beachten Sie bei der Auswahl dieser Parameter die folgenden Hinweise:

- **Analysepotential (E1)**
Stellen Sie als Analysepotential (E1) ein optimales Potential für die zu analysierende Substanz ein. (Sie können Werte aus der Fachliteratur als Startpunkt verwenden und diese mit Hilfe eines hydrodynamischen Voltammogramms optimieren.)
- **Konditionierpotentiale (E2 und E3)**
Das Konditionierpotential (E2 und E3) wird üblicherweise nahe des oberen und unteren Grenzwerts für die mobile Phase gesetzt (d. h., die Potentiale, bei denen eine oxidative (bzw. reduktive) Reaktion der mobilen Phase geschieht. Diese Grenzwerte können aus der Fachliteratur oder mit Hilfe von herkömmlichen voltammetrischen Methoden bezogen werden.
- Halten Sie die Dauer der Potentiale E2, E3 und E4 (Pulsbreite) möglichst niedrig, um die Datenaufnahmedauer zu minimieren und gleichzeitig eine angemessene Reproduzierbarkeit zu erhalten.
- **Acquisition Delay (Verzögerung der Datenaufnahme)**
 - ◆ Die Festlegung einer angemessenen Dauer für die Acquisition Delay ist ein Kompromiss zwischen zwei konkurrierenden Vorgängen.
 - ◆ Der Parameter für die Acquisition Delay kann angepasst werden, um die Zeit, bei der die Datenaufnahme beginnt, zu ändern. Es ist zwar möglich, dass das Vergrößern dieser Aufnahme-Dauer zu einer Verbesserung der Empfindlichkeit führt, dennoch spielen andere Faktoren auch eine Rolle.

Wenn die Dauer der Acquisition Delay zum Beispiel verringert und die Dauer der Datenaufnahme erhöht werden würde, kann der Grundstrom auch ansteigen. In diesem Fall würde sich das Basislinienrauschen erhöhen, wodurch die Empfindlichkeit stark gemindert werden würde.

5.7 Starten und Stoppen der Datenaufnahme

Sie können die Datenaufnahme in Chromeleon starten und stoppen. Darüber hinaus können Sie die Datenaufnahme am Gerätedisplay verfolgen.

Datenaufnahme über Chromeleon starten oder stoppen

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** (F8) für den Detektor.
2. Legen Sie das analytische Potential fest (→ Seite 75).
3. Geben Sie den Befehl **AcqOn**, um die Datenaufnahme zu starten.
Geben Sie den Befehl **AcqOff**, um die Datenaufnahme zu beenden.

In Chromeleon können bis zu 4 Datenkanäle angezeigt und gespeichert werden.

Verfolgen der Datenaufnahme am Gerätedisplay

Sie können die Datenaufnahme am Gerätedisplay verfolgen. Auf dem Display werden das angelegte Potential (mV) und die Empfindlichkeit (nA oder μ A) angezeigt.

ECD-3000RS			
1: I:	0.432 nA	2: I:	0.279 nA
E:	50 mV	E:	0 mV
3: I:	0.000 nA	4: I:	0.000 nA
E:	0 mV	E:	0 mV
Mode: DC	Cells: On	Col. Temp:	27.2 C

Abb. 28: Anzeige während der Datenaufnahme im DC-Modus (Beispiel)

5.8 Optimieren der Detektorleistung

Die Leistungsfähigkeit des Detektors lässt sich mit Hilfe ausgewählter Betriebsparameter optimieren. Die Tabelle zeigt, welche Parameter dies sind und auf welche Leistungsdaten sie sich auswirken, und gibt darüber hinaus Hinweise, was bei der Einstellung zu beachten ist.

Parameter	Auswirkung auf	Auf Seite...
Analysepotential	Selektivität, Basislinienrauschen, Empfindlichkeit	siehe unten
Filterkonstante	Empfindlichkeit, Basislinienrauschen	84
Grundstrom	Empfindlichkeit, Reproduzierbarkeit, Basislinienrauschen	85
Datenaufnahmerate	Auflösung der Peaks, Speicherplatz, ggf. Basislinienrauschen	88
Selektivität	Auflösung des Peaks, Response	88
Screening-Betrieb	Selektivität, Basislinienrauschen	89
Redox-Betrieb	Selektivität, Empfindlichkeit	93

In Chromeleon können Sie diese Parameter manuell im Dialogfenster **Commands** (F8) für den Detektor (→ Seite 68) und auf dem **Panel Tabset** (→ Seite 69) festlegen. Ändern Sie den Anzeigefilter, falls erforderlich, um alle Parameter sehen zu können (→ Kapitel 5.3.2, Seite 68).

Verwendung coulometrischer Zellen zur Optimierung

Die coulometrischen Zellen 6020RS omni und 6011RS ultra können auf verschiedene Weise zur Optimierung der Detektorleistung verwendet werden, zum Beispiel für niedrigere Grundströme, stabile Basislinien und bessere Selektivität, wenn Sie mit coulometrischer und amperometrischer Detektion verwendet werden.

Weitere Informationen zu den coulometrischen Zellen 6020RS omni und 6011RS ultra finden Sie im *User Guide* für coulometrische Zellen.

Informationen zum Screening- und Redox-Betrieb siehe Seitenverweise oben.

5.8.1 Analyse-Potential

Hinweise für ein optimales Potential

Berücksichtigen Sie folgendes für ein optimales Potential:

- Das beste, anzulegende Potential kann typischerweise bestimmt werden, indem Sie eine hydrodynamisches Voltammogramm (HDV) erstellen und das Potential wählen, kurz bevor das Plateau der Signalkurve beginnt. Indem Sie das niedrigste mögliche anzulegende Potential wählen, kann die maximale Signal-Empfindlichkeit genutzt werden.
- Typischerweise müssen die chromatographischen Bedingungen festgelegt sein, bevor die endgültigen Detektoreinstellungen vorgenommen werden können. Beachten Sie, dass Faktoren, die die Trennung beeinflussen (z.B. die Ionenstärke und die organischen Modifikatoren), die elektrochemischen Eigenschaften der Probe verändern können.
- Der Eluent und Pufferlösungen sollten keine Bestandteile enthalten, die beim Analyse-Potential oxidiert oder reduziert werden. Achten Sie wenn möglich auf eine Differenz von 50 mV zwischen dem Analyse-Potential für die zu analysierende Probe und dem Reaktions-Potential der Substanzen in der mobilen Phase.

Hydrodynamisches Voltammogramm

Ein hydrodynamisches Voltammogramm (HDV), auch oft als Strom-Spannungs-Kurve (engl. current-voltage curve) oder CV-Kurve bezeichnet, ist eine Darstellung des Reaktionsstroms (Reaktionssignals oder Ansprechverhalten), der bei der Elektrolyse einer elektrochemisch aktiven Substanz an der Arbeitselektrode abhängig vom angelegten Potential erzeugt wird.

Erstellen Sie ein hydrodynamisches Voltammogramm (HDV) vor der Verwendung einer neu angeschlossenen elektrochemischen Zelle (oder einer neuen Arbeitselektrode mit anderem Elektrodenmaterial), um das optimale Potential für die gewünschte Anwendung zu ermitteln. Im *User Guide* für die entsprechende Zelle finden Sie die entsprechenden Schritte.

5.8.2 Filterkonstante

Beachten Sie folgenden Hinweise bei der Wahl der Filterkonstante:

- Als Faustregel gilt: die Filterkonstante sollte auf einen Wert gesetzt sein, der 1/4 bis 1/16 der Basisbreite des schmalsten Peaks (in Sekunden gemessen) beträgt, um eine Peakverkleinerung zu vermeiden. Es können auch höhere Filterkonstanten verwendet werden.
- Beachten Sie, dass wenn die Standards und Proben unter den gleichen Bedingungen detektiert werden, die Einstellung der Filterkonstante die analytischen Ergebnisse nicht beeinträchtigt, so lange der Peak deutlich erkennbar ist.

- Wenn der Peak der zu analysierenden Probe sehr deutlich und kurz nach der Injektion zu sehen ist, ist eine niedrige Filterkonstante (z.B. 2 Sekunden) ratsam.
- Eine Filterkonstante von 5 Sekunden ist für die meisten Anwendungen ausreichend.
- Eine größere Filterkonstante kann die Peakhöhe verringern, besonders bei einer niedrigen Peakbreite.
- Verwenden Sie kleine Zeitkonstanten für den Filter in den ersten Minuten der chromatographischen Messung, und größere Zeitkonstanten später in der Messung.

5.8.3 Basislinienoptimierung

Beachten Sie folgende Regeln, um eine stabile und ruhige Basislinie zu erhalten:

- Fördern Sie die mobile Phase nicht im Kreislauf wenn Sie Daten aufnehmen oder das System für eine Analyse verwenden.
- Stellen Sie sicher, dass das Ende des Waste-Schlauchs in den Abfallbehälter eintaucht. Aus dem Waste-Schlauch sollte keine Flüssigkeit heraustropfen. Durch das Tropfen können Unregelmäßigkeiten in der Basislinie entstehen.
- Zelle, Säule und andere Komponenten im Flusspfad sollten vor plötzlichen thermischen Schwankungen und elektrischen Störungen geschützt werden.
- Verwenden Sie saubere und gut vorbereitete Lösungsmittel. Prüfen Sie regelmäßig die Daten, um sicherzustellen, dass die mobile Phase und das System nicht verunreinigt sind.

Zudem trägt der Grundstrom signifikant zum Basislinienrauschen bei. Weitere Informationen zum Grundstrom und wie dieser minimiert werden kann finden Sie in Kapitel 5.8.4 (→ Seite 85).

5.8.4 Grundstrom und Basislinienrauschen

Basislinienrauschen steht in Abhängigkeit von Grundstrom. Der Grundstrom kann entweder ein Faraday'scher Strom (nach dem Faraday'schem Gesetz), oder nicht-Faraday'scher Strom sein. Die Elektrolyse von Verunreinigungen in der mobilen Phase ist eine typische Quelle für Faraday'schen Strom. Nicht-Faraday'scher Strom umfasst Ladestrom (wenn ein angelegtes Potential verändert wird), elektronisches Rauschen, Rauschen durch Verbindungen, thermische Effekte, etc.

Der Grundstrom ist typischerweise hoch nachdem das Potential an die Arbeitselektrode(n) angelegt wurde. Dieser Grundstrom geht in erster Linie mit den kapazitiven Effekten nach einer Veränderung des angelegten Potentials einher. Der Strom wird schnell sinken, je mehr sich die Elektroden stabilisieren.

Wenn ein höheres Potential angelegt wird, kann der daraus entstehende höhere Grundstrom die Lebensdauer der Arbeitselektrode(n) verringern.

Deutliche Veränderungen im Grundstrom können darauf hindeuten, dass ein Problem im System aufgetreten ist.

Optimierungsfaktoren

Basislinienrauschen und Grundstrom hängen von einer Vielzahl von Faktoren ab, die optimiert werden können. Beachten Sie folgenden Hinweise zur Minimierung des Grundstroms:

Faktor	Beschreibung
Analytische Säule	Neue Säulen müssen mehrere Stunden lang oder über Nacht ausgespült werden, bevor Sie an die elektrochemischen Zellen angeschlossen werden, um Metall-Verunreinigungen aus den Fritten an den Schlauchenden, dem Säulenkörper sowie Überreste von Katalysatoren von der Verdichtung des Säulenmaterials zu entfernen. Prüfen Sie den Einfluss der Säule, indem Sie den Grundstrom beobachten.
	Verwenden Sie für jede Analyse eine eigene Säule, um eine wechselseitige Verunreinigung der Säule zu vermeiden.
Angelegtes Potential	Je höher das angelegte Potential ist, desto höher ist der Grundstrom und das Basislinienrauschen. Eluenten mit einem hohen organischen Anteil erzeugen bei einem vorgegebenem Potential typischerweise einen niedrigeren Grundstrom als sehr wässrige Eluenten. Mobile Phasen mit einer hohen Elektrolyt-Konzentration haben typischerweise einen hohen Grundstrom. Vergewissern Sie sich, dass alle Bestandteile der mobilen Phase mit dem angelegten Potential kompatibel sind.
	Senken Sie das elektrochemische Potential leicht, wenn das angelegte analytische Potential nahe des Plateaus der HDV-Kurve liegt.
	Das Basislinienrauschen steigt bei höheren angelegten Potentialen aufgrund der Oxidation bzw. Reduktion von Bestandteilen der mobilen Phase (z.B. durch die Elektrolyse des Wassers). Dies hängt vom Material der Arbeitselektrode, der Zusammensetzung der mobilen Phase und dem angelegten Potential ab. Vergewissern Sie sich, dass Sie das Oxidations- und/oder Reduktionpotential jedes Bestandteils der von Ihnen eingesetzten mobilen Phase kennen. Diese Bestandteile sollten bei dem Analysepotential nicht elektroaktiv sein.
	Warten Sie bis sich die Basislinie stabilisiert hat, bevor Sie eine Analyse durchführen.
Reinheit der Glasbehälter für die mobile Phase	Die Reinheit der Glasbehälter für die mobile Phase. Vergewissern Sie sich, dass die Glasbehälter vollständig trocken sind. Decken Sie offene Behälter mit einer Aluminiumfolie ab, damit kein Staub oder andere Partikel eindringen können. Verwenden Sie keine Seife zum Reinigen der Behälter, da sich Seifenrückstände auf den Oberflächen der Behälter in der mobilen Phase auflösen und als Reagenz zur Ionenpaarbildung wirken können.
Entgasen	Unzureichendes Entgasen der mobilen Phase führt bei hohen Oxidations- bzw. Reduktionspotentialen zu Problemen.
	Wenn Sie den Detektor mit sehr hohen oder negativen Potentialen betreiben, achten Sie auf eine effektive Entgasung des Eluenten.

Faktor	Beschreibung
Metalloberflächen im fluidischen System	<p>Alle fluidischen Oberflächen sollten reaktionsarm sein, und die Anzahl der Metalloberflächen sollten minimal gehalten werden. Viele herkömmliche Komponente in HPLC-Systemen besitzen Metalloberflächen, die redox-aktive Übergangsmetalle in die mobile Phase abgeben können. Dadurch kann ein hoher Grundstrom erzeugt werden, und die Auto-Oxidation von Substanzen, die die Zelle beschädigen können, wird erleichtert. Passivieren Sie solche Komponente regelmäßig. Weitere Informationen zur Passivierung finden Sie in Kapitel 10.1 (→ Seite 131).</p>
	<p>Vergewissern Sie sich, dass die mobile Phase nicht durch das System verunreinigt wird. Reduzieren Sie deshalb die Anzahl der Komponente aus Edelstahl im HPLC-System auf ein Minimum. Metallkomponenten können Korrosionsstellen aufweisen, die zu einem höheren Rauschen und einem Signalverlust führen können.</p>
Mikroben	<p>Das mikrobielle Wachstum in Eluenten mit niedrigen organischen Anteilen. Verwenden Sie Lithium-Salze, oder, falls nicht verfügbar, den Modifikator "Reagent MB" (typischerweise 100 µL je Liter mobiler Phase), wenn Sie die mobile Phase mit < 3 % organischem Modifikator ansetzen, um mikrobielles Wachstum zu vermeiden. Fragen zum Lösungsmittel "Reagent MB" beantwortet Ihnen gern die Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation.</p>
Qualität der mobilen Phase	<p>Die Qualität des Wassers und des organischen Modifikators (z.B. Methanol oder Acetonitril), die in der mobilen Phase verwendet werden. Stellen Sie sicher, dass Sie die mobile Phasen mit Wasser, Lösungsmitteln und Modifikatoren höchster Qualität verwenden und dass Verunreinigungen minimal gehalten werden.</p>
	<p>Die Qualität der Salze in der mobilen Phase. Verwenden Sie nur mobile Phasen mit Salzen von höchster Qualität und stellen Sie sicher, dass Verunreinigungen durch Übergangsmetalle minimal gehalten werden. Elektroaktive Verunreinigungen von gerade mal 0,001 % können einen Grundstrom erzeugen, der Analysen mit einer hohen Empfindlichkeit beeinträchtigen kann.</p>
	<p>Reduzieren Sie Verunreinigungen in der mobilen Phase auf ein Minimum. Beachten Sie die Hinweise zur Mobilen Phase für den Detektor in Abschnitt 4.6.1, Seite 60.</p>
	<p>Mit einer coulometrischen Zelle 6020RS omni können von elektroaktiven Verunreinigungen verursachte Störungen verringert werden (→ Kapitel 5.9, Seite 89).</p>
Fördern der mobilen Phase im Kreislauf	<p>Besonders bei Messungen von unreinen, biologischen Proben und/oder bei Verwendung von Standards mit hoher Konzentration kann das Fördern des Eluenten im Kreislauf eine Ursache für Grundstrom und Basislinienrauschen sein.</p>
	<p>Fördern Sie den Eluenten nicht im Kreislauf, besonders, wenn Sie unreine Proben mit hohen Konzentrationen analysieren.</p>

 **Hinweis:** Verwenden Sie für eine optimale Detektorleistung eine biokompatible Pumpe, wie die UltiMate 3000 ISO3000BM Pumpe.

5.8.5 Datenaufnahmerate

Die Datenaufnahmerate gibt an, wie viele Datenpunkte Chromeleon pro Sekunde (Hz) vom Detektor übernimmt und als Rohdaten abspeichert.

Beachten Sie dabei Folgendes:

- Sie können Daten mit einer maximalen Datenrate von 100 Hz aufnehmen (unter Steuerung mit Chromeleon 7.1 oder höher sogar bis zu 200 Hz).
- Jeder Peak sollte in der Regel durch wenigstens 20 Datenpunkte definiert werden. Für Chromatogramme mit koeluisierenden Peaks oder einem geringen Signal/Rausch-Verhältnis werden 40 Punkte pro Peak empfohlen.
- Wählen Sie eine niedrigere Datenaufnahmerate (beispielsweise 1,0 Hz), wenn alle Peaks verhältnismäßig breit sind. Dies spart zudem Speicherplatz und beschleunigt die Darstellung der Daten in Chromeleon.
- Bei einer zu niedrigen Datenaufnahmerate werden Peakanfang und Peakende nicht genau bestimmt.
- Wählen Sie eine höhere Datenaufnahmerate (beispielsweise 20,0 Hz), wenn die interessanten Peaks weniger als einige Sekunden breit sind. Ist die Rate zu hoch, benötigen die Daten gegebenenfalls mehr Speicherplatz als nötig und die Verarbeitungszeit für die Post-run-Analyse verlängert sich.

5.8.6 Selektivität

Wenn in der Probe mehrere elektroaktive Substanzen vorhanden sind, wird eine chromatographische Trennung angewendet, damit nur eine Substanz zu einer vorgegebenen Zeit detektiert werden. Ist dies der Fall, sollten Sie das Potential so festlegen, dass Sie die maximale Reaktion der zu analysierenden Substanz erhalten.

Wenn Sie mehr als eine Substanz in der Probe analysieren möchten und die chromatographische Auflösung gut ist, sollte das angelegte Potential in der Regel dem optimalen Potentialwert der Substanz entsprechen, die das höchste Potential benötigt. Die gemessene Empfindlichkeit entspricht der Menge des zu analysierenden Analyten. Sie müssen dazu möglicherweise das angelegte Potential optimieren.

Wenn zwei (oder mehr) elektroaktive Substanzen koeluisieren, verwenden Sie eine 6011RS ultra coulometrische analytische Zelle mit zwei Arbeitselektroden und legen Sie das Potential so fest, dass der Reaktionsstrom der zu analysierenden Substanz optimiert und der Reaktionsstrom der Störsubstanz minimiert wird. Wenn der Grenzstrom der zu analysierenden Substanz beispielsweise bei 550 mV liegt, aber eine Störsubstanz, die mit der zu analysierenden Substanz koeluisiert, ein Oxidationspotential von 775 mV hat, müssen Sie möglicherweise einen etwas niedrigeren Potentialwert wählen.

Die Selektivität kann mit der coulometrischen Zelle 6020RS omni verbessert werden (→ *User Guide für coulometrische Zellen*).

5.9 Screening-Betrieb

Im Screening-Betrieb werden potentielle elektrochemische Störungen mit Hilfe von elektrochemischem Screening bereits vor der analytischen Zelle eliminiert bzw. herausgefiltert. Dabei wird die coulometrische Zelle 6020RS omni oder die coulometrische analytische Zelle 6011RS als Screening-Zelle verwendet.

Idealerweise sollte die chromatographische Trennung in der elektrochemischen Detektion dem Detektor zu einer vorgegebenen Zeit eine einzige Substanz zur Verfügung stellen. Die mobile Phase sollte keine anderen elektroaktiven Substanzen enthalten. Das angelegte Potential sollte auf den Grenzwert für den interessanten Peak gesetzt werden, und eine einfache, direkte Messung sollte durchgeführt werden können.

Die chromatographische Trennung einer Probe kann jedoch manchmal sehr schwierig sein, wobei nicht sichergestellt ist, dass die Trennung dem Detektor nur eine einzige elektroaktive Substanz zu einer vorgegebenen Zeit zur Verfügung stellt. In diesem Fall führt eine Störsubstanz dazu, dass das Signal ansteigt, das für die interessante Substanz gemessen wurde, was wiederum zu einem fehlerhaften Ergebnis führt.

Gleichzeitig kann die mobile Phase Spuren von elektroaktiven Verunreinigungen enthalten, die den Grundstrom erhöhen und dadurch die Nachweisgrenze der Analyse verringern.

Das Ausmaß dieser Bedenken steht in Beziehung zu dem Potential, das für die Analyse der interessanten Substanz benötigt wird. Wenn ein großes Potential benötigt wird, können Störungen von Bedeutung sein.

Folgende Screening-Arten sind möglich:

- Screening der mobilen Phase mit der coulometrischen Zelle 6020RS omni (→ Kapitel 5.9.1, Seite 89)
- Screening des Analyten nach störenden und koeluierenden Substanzen mit der coulometrischen Zelle 6020RS omni oder 6011RS ultra (→ Kapitel 5.9.2, Seite 91)
- Screening-Betrieb parallel zum analytischen Betrieb mit der coulometrischen Zelle 6011RS ultra (→ Kapitel 5.9.3, Seite 92)

 **Hinweis:** Im Screening-Betrieb muss der DC-Modus verwendet werden.

5.9.1 Screening der Mobilen Phase mit der Coulometrischen Zelle 6020RS Omni

Wann

Die coulometrische Zelle 6020RS omni kann dazu verwendet werden, die mobile Phase des Systems zu reinigen und Störungen zu entfernen.

Erforderliche Teile

- Coulometrische Zelle 6020RS omni sowie eine analytische elektrochemische Zelle
- 2 Potentiostaten für den DC-Modus
- *Abhängig vom Betriebsdruck*
Kapillaren aus dem Kapillar- und Fittingkit oder dem nanoViper-Kapillarkit

Gehen Sie wie folgt vor

Für das Screening der mobilen Phase mit der coulometrischen Zelle 6020RS omni wird die folgende Konfiguration empfohlen:

1. Installieren Sie mindestens zwei Potentiostaten für DC-Modus (→ *Installationsanleitung* zum Potentiostaten). Wählen Sie für die Potentiostaten jeweils eine passende Bay aus, je nach Applikation.

 Hinweis: Bei der empfohlenen Konfiguration ist die coulometrische Zelle 6020RS omni in Bay D installiert.

2. Installieren Sie die coulometrische Zelle 6020RS omni und die jeweilige analytische Zelle (→ *User Guide* für die jeweilige elektrochemische Zelle) und schließen Sie die Kapillaren an (→ Kapitel 4.4, Seite 47).

Beachten Sie Folgendes:

- ◆ Die coulometrische Zelle 6020RS omni wird im Flussweg zwischen Pumpe und Autosampler installiert. In dieser Position reinigt und konditioniert die Zelle die mobile Phase elektrochemisch, bevor die mobile Phase mit der injizierten Probe gemischt wird und in die analytische Säule gelangt.
- ◆ Die coulometrische Zelle 6020RS omni ist für Drücke bis zu 620 bar (9000 psi, 62 MPa) ausgelegt.
- ◆ Die empfohlene Konfiguration mit der coulometrischen Zelle 6020RS omni in Bay D des Detektors ist in Kapitel 4.4.2 (→ Seite 49) beschrieben.
- ◆ Die In-Line-Filter können bei Bedarf installiert werden. Beachten Sie die Hinweise zum maximalen Betriebsdruck für In-Line-Filter wie in Kapitel 4.4.3 (→ Seite 55) genannt.

3. Legen Sie das Potential für die coulometrische Zelle 6020RS omni fest.
Das Potential für die coulometrische Zelle 6020RS omni wird typischerweise auf einen Wert oberhalb des Potentials gesetzt, das an die erste Arbeitselektrode der coulometrischen analytischen Zelle 6011RS ultra angelegt wird.

 Hinweis: Wenn Sie die Zelle 6020RS omni im Flussweg vor dem Autosampler anschließen, wählen Sie ein Potential für die Zelle, das 25 – 50 mV größer ist als das Potential, das an die erste analytische Elektrode angelegt ist, die für die Anwendung verwendet wird.

5.9.2 Screening von Störenden oder Koeluierenden Substanzen

Wann

Um die meisten elektroaktiven Störungen zu entfernen, wenn das Potential der Grenzwertwelle der Störsubstanz entspricht.

Erforderliche Teile

- Coulometrische Zelle 6020RS omni sowie eine analytische elektrochemische Zelle
 - ❗ **Hinweis:** Alternativ können Sie die coulometrische analytische Zelle 6011RS ultra als Screening-Elektrode verwenden. Für die Zelle 6011RS ultra wird empfohlen, den ersten Kanal als zusätzlichen Screening-Kanal zu verwenden. Weitere Informationen finden Sie in Kapitel 5.9.3 (→ Seite 92).
- 2 Potentiostaten für den DC-Modus
- *Abhängig vom Betriebsdruck*
Kapillaren aus dem Kapillar- und Fittingkit oder dem nanoViper-Kapillarkit

Gehen Sie wie folgt vor

Für das Screening nach störenden und koeluierenden Substanzen mit der coulometrischen Zelle 6020RS omni wird folgende Konfiguration empfohlen:

1. Installieren Sie mindestens zwei Potentiostaten für DC-Modus (→ *Installationsanleitung* zum Potentiostaten). Wählen Sie für die Potentiostaten jeweils eine passende Bay aus, je nach Applikation.

❗ **Hinweis:** Bei der empfohlenen Konfiguration ist die coulometrische Zelle 6020RS omni in Bay D installiert.

2. Installieren Sie die coulometrische Zelle 6020RS omni und die jeweilige analytische Zelle (→ *User Guide* für die jeweilige elektrochemische Zelle) und schließen Sie die Kapillaren an (→ Kapitel 4.4, Seite 47).

Beachten Sie Folgendes:

- ◆ Die coulometrische Zelle 6020RS omni wird im Flussweg nach dem Autosampler installiert. In dieser Position können mit Hilfe der Zelle die meisten elektroaktiven Störungen entfernt werden, wenn das Potential der Grenzwertwelle der Störsubstanz entspricht.
- ◆ Die coulometrische Zelle 6020RS omni ist für Drücke bis zu 620 bar (9000 psi, 62 MPa) ausgelegt.
- ◆ Die empfohlene Konfiguration mit der coulometrischen Zelle 6020RS omni in Bay D des Detektors ist in Kapitel 4.4.2 (→ Seite 49) beschrieben.

- ◆ Wenn die Störungen aufgrund von Verunreinigungen in der injizierten Probe vorhanden sind, die bei einem größeren (kleineren) Potential als das der interessanten Substanz bzw. Substanzen oxidiert (reduziert) werden, verwenden Sie zusätzlich eine coulometrische Zelle 6020RS omni vor der analytischen Zelle.

Installieren Sie in diesem Fall eine zusätzliche coulometrische Zelle 6020RS omni direkt vor der analytischen Zelle. Die genaue Bay-Position der zusätzlichen coulometrischen Zelle 6020RS omni und der analytischen Zelle hängt von der Säulenlänge ab.

- ◆ Die In-Line-Filter können bei Bedarf installiert werden. Beachten Sie die Hinweise zum maximalen Betriebsdruck für In-Line-Filter wie in Kapitel 4.4.3 (→ Seite 55) genannt.

3. Legen Sie das Potential für die coulometrische Zelle 6020RS omni so fest, dass störende oder koeluiierende Substanzen aus der Probe oxidiert (oder reduziert) und die interessanten Analyte nicht beeinträchtigt werden.

Das Potential der Screening-Elektrode sollte auf das größtmögliche Potential gesetzt sein, bei dem keine Oxidation (Reduktion) des interessanten Analyten stattfindet. Dadurch werden alle gelösten Substanzen im Probenfluss (einschließlich der mobilen Phase) mit einem formellen Potential, das kleiner als das des interessanten Analytes ist, auch einer Elektrolyse unterzogen.

- i Hinweis:** Wenn Sie die coulometrische Zelle 6020RS omni im Flussweg vor dem Autosampler anschließen, wählen Sie ein Potential für die Zelle, das 25 – 50 mV größer ist als das Potential, das an die erste analytische Elektrode angelegt ist, die für die Anwendung verwendet wird.

5.9.3 Screening mit der Coulometrischen Analytischen Zelle 6011RS ultra

Wann

Mit der coulometrischen analytischen Zelle 6011RS ultra stehen die folgenden Möglichkeiten zum Filtern von Störungen zur Verfügung:

- Die erste Arbeitselektrode einer Zelle 6011RS ultra mit zwei Arbeitselektroden kann als Screening-Elektrode und die zweite Arbeitselektrode als analytische Elektrode verwendet werden.
- Alternativ kann die erste Elektrode bei einem Potential als analytische Elektrode verwendet werden. Die zweite Elektrode kann auch als analytische Elektrode bei einem größeren Potential verwendet werden, um einen anderen Analyten zu messen. In diesem Fall dient die erste Elektrode sowohl als Screening-Elektrode, als auch als analytische Elektrode.

Erforderliche Teile

- Coulometrische analytische Zelle 6011RS ultra
- 1 Potentiostat für den DC-Modus
- *Abhängig vom Betriebsdruck*
Kapillaren aus dem Kapillar- und Fittingkit oder dem nanoViper-Kapillarkit

Gehen Sie wie folgt vor

Um Störungen mit der coulometrischen analytischen Zelle 6011RS ultra zu filtern, wird die folgende Konfiguration benötigt:

1. Installieren Sie den Potentiostaten für DC-Modus (→ *Installationsanleitung* zum Potentiostaten). Wählen Sie für den Potentiostaten eine passende Bay aus, je nach Applikation.

 **Hinweis:** Bei der empfohlenen Konfiguration ist die coulometrische Zelle 6011RS ultra in Bay C installiert.

2. Installieren Sie die coulometrische Zelle 6011RS ultra und die jeweilige analytische Zelle (→ *User Guide* für coulometrische Zellen) und schließen Sie die Kapillaren an (→ Kapitel 4.4, Seite 47).

Beachten Sie Folgendes:

- ◆ Die empfohlene Konfiguration mit der coulometrischen Zelle 6011RS ultra in Bay C des Detektors ist in Kapitel 4.4.2 (→ Seite 49) beschrieben.
 - ◆ Die In-Line-Filter können bei Bedarf installiert werden. Beachten Sie die Hinweise zum maximalen Betriebsdruck für In-Line-Filter wie in Kapitel 4.4.3 (→ Seite 55) genannt.
3. Legen Sie die Screening- und Analyse-Potentiale für die Elektroden in der coulometrischen analytischen Zelle 6011RS ultra fest.
Das Potential der ersten Arbeitselektrode der Zelle 6011RS ultra wird typischerweise circa 50 mV höher eingestellt als das Potential, das an die zweite, analytische Elektrode angelegt wird.

5.10 Reduktions-/Oxidations-Betrieb (Redox)

5.10.1 Arbeiten im Redox-Betrieb

Wann

Wenn der Analyt sowohl einer Oxidation als auch einer Reduktion (Redox) unterzogen werden kann, wie zum Beispiel biogene Amine, kann der Redox-Betrieb dazu genutzt werden, sehr selektive Analysen durchzuführen.

Erforderliche Teile

Für den Redox-Betrieb werden zwei unabhängig kontrollierbare Elektroden in Reihe benötigt. Die erste Elektrode im Flussweg dient als Derivatisierungsmittel, um den Analyten in eine Form zu bringen, die einfacher detektierbar ist und von der zweiten Elektrode gemessen wird.

- Coulometrische Zelle 6020RS omni und coulometrische analytische Zelle 6011RS ultra
- 2 Potentiostaten für den DC-Modus
- *Abhängig vom Betriebsdruck*
Kapillaren aus dem Kapillar- und Fittingkit oder dem nanoViper-Kapillarkit

Konfigurationsbeispiel

Im Folgenden wird ein Beispiel für eine Konfiguration im Redox-Betrieb erläutert:

- Die erste Elektrode wird zur Oxidation des Analyten verwendet.
- Die zweite Elektrode wird eingesetzt, um das Oxidationsprodukt zu reduzieren (oder umgekehrt).
- Die coulometrische Zelle 6020RS omni kann verwendet werden, um den Redox-Betrieb mit dem Detektor zu vereinfachen: Positionieren Sie die Zelle 6020RS omni im Flussweg zwischen den Auslass der analytischen Säule und den Einlass der analytischen Zelle, die für die Quantifizierung verwendet wird.

Gehen Sie wie folgt vor (anhand des Konfigurationsbeispiels)

Für den Redox-Betrieb wird die folgende Konfiguration benötigt:

1. Installieren Sie mindestens zwei Potentiostaten für DC-Modus (→ *Installationsanleitung* zum Potentiostaten). Wählen Sie für die Potentiostaten jeweils eine passende Bay aus, je nach Applikation.
2. Installieren Sie die coulometrische Zelle 6020RS omni und die coulometrische analytische Zelle 6011RS ultra (→ *User Guide* für die jeweilige elektrochemische Zelle) und schließen Sie die Kapillaren an (→ Kapitel 4.4, Seite 47). Beachten Sie Folgendes:
 - ◆ Die coulometrische Zelle 6020RS omni ist für Drücke bis zu 620 bar (9000 psi, 62 MPa) ausgelegt.
 - ◆ Die In-Line-Filter können bei Bedarf installiert werden. Beachten Sie die Hinweise zum maximalen Betriebsdruck für In-Line-Filter wie in Kapitel 4.4.3 (→ Seite 55) genannt.
3. Legen Sie die Screening- und Analyse-Potentiale für die Elektroden in beiden Zellen fest. Siehe die Bedingungen für das Festlegen der Potentiale im Redox-Betrieb in Kapitel 5.10.2, Seite 95.

5.10.2 Bedingungen für das Festlegen der Potentiale im Redox-Betrieb

Um den Redox-Betrieb erfolgreich einsetzen zu können, beachten Sie Folgendes beim Festlegen der Potentiale:

- Die erste Reaktion muss
 - ◆ umkehrbar sein, mit einem hohen Ertrag (idealerweise sollte der Ertrag 99,9 % oder höher sein).
 - ◆ kleine Abweichungen bei den chromatographischen Bedingungen und der Probenzusammensetzung erlauben.
- Das angelegte Potential für den ersten Oxidations- oder Reduktionsvorgang muss dem Grenzstromwert entsprechen.
- Das Elektrolyseprodukt
 - ◆ sollte eine ausreichend lange Lebensdauer besitzen, sodass es sich auf dem Weg von einer Zelle zur anderen nicht zersetzt.
 - ◆ muss in der mobilen Phase löslich sein.
- Die Analyten müssen anfänglich einer Redox-Reaktion bei einem konstanten Oxidationszustand unterzogen werden.

i Hinweis: Ein zusätzlicher Vorteil des Redox-Betriebs ist eine mögliche Verbesserung der Empfindlichkeit.

Beispiel: Potentialeinstellungen für die Zelle 6020RS omni für den Redox-Betrieb

Dieses Beispiel beschreibt die Analyse einer Substanz, die ein großes Halbwellen-Oxidationspotential besitzt, zum Beispiel 1200 mV:

- Um die Substanz in einer direkten Oxidation zu detektieren, muss ein Potential angelegt werden, das mindestens +50 - 100 mV größer (positiver) ist als das benötigte Halbwellenpotential.
- Das Signal-Rausch-Verhältnis einer solchen Messung kann sehr schlecht sein, wenn die mobile Phase Spurenverunreinigungen enthält, die bei 1300 mV oxidiert werden. Auch die Lebensdauer der Zelle würde verringert werden.
- Mit dem Redox-Betrieb kann eine Reduktion des Oxidationsprodukts bei einem angemessenerem Potential ausgelöst werden, als die Oxidation des ursprünglichen Stoffes. Wenn dies der Fall ist, kann die Anwesenheit von Spurenverunreinigungen im Eluenten weniger wichtig werden. Folglich wird das Signal durch diese Verunreinigungen vermindert. Der Grundstrom nimmt ab, und das Signal-Rausch-Verhältnis, und folglich auch die Nachweisgrenze, nehmen zu.

Beispiel: Selektive Auflösung mit Hilfe des Redox-Betriebs mit der coulometrischen Zelle 6020RS omni

Wenn eine Probe elektroaktive Substanzen enthält, die in der analytischen Säule koeluiieren, besteht die Möglichkeit, diese Substanzen selektiv aufzulösen:

- Das Potential der coulometrischen Zelle 6020RS omni wird so eingestellt, dass beide Substanzen oxidiert werden.
- Das Potential der analytischen Zelle(n) wird so eingestellt, dass nur eine Substanz analysiert wird. Folglich kann eine schwierige chromatographische Trennung aufgelöst werden.

5.11 Überwachung der Systemfunktionen

Dieses Kapitel gibt einen kurzen Überblick über einige spezielle Funktionen, die für den Detektor in Chromeleon zur Verfügung stehen und die der Qualifizierung, Dokumentation und Überwachung der Systemfunktionen dienen. Einige dieser Funktionen stehen auf dem Steuerfenster für den Detektor zur Verfügung. Weitergehende Informationen zu den genannten Funktionen finden Sie in der Chromeleon-Hilfe.

Diese Funktionen können Sie (soweit nicht anders angegeben) über das Dialogfenster **Commands** (F8) aufrufen. Zusätzlich stehen einige dieser Funktionen auch auf dem Steuerfenster für den Detektor zur Verfügung. Weitergehende Informationen zu den genannten Funktionen finden Sie in der *Chromeleon-Hilfe*.

Funktion	Beschreibung
Aufzeichnen der Säulenofen-Temperatur	Bei der Installation des Detektors in Chromeleon ist das Kontrollkästchen ECC_ColumnOven auf der Seite Signals standardmäßig aktiviert. Damit wird der entsprechende Kanal für die Aufnahme der Säulenofen-Temperatur in Chromeleon erzeugt. Der Kanal steht dann im Dialogfenster Commands für den Detektor zur Verfügung.
Überwachen von Verschleißteilen	Predictive Performance (= aktive Überwachung der wichtigsten Verschleißteile) unterstützt Funktionen zur Lebensdauerprognose von Verschleißteilen sowie zur Kontrolle und Dokumentation von Service- und (Re-)Qualifizierungsmaßnahmen. <i>Dialogfenster Commands (F8-Box)</i> Im Dialogfenster Commands finden Sie möglicherweise weitere Parameter zur Predictive Performance. Eine vollständige Liste der für den Detektor verfügbaren Befehle und Zähler finden Sie in der <i>Chromeleon-Hilfe</i> .

Funktion	Beschreibung
SmartChip-Technologie	<p>Der Chip speichert einmalige Informationen über die alle Zellen, einschließlich Zellenart und Seriennummer. Wenn die Zelle an den Potentiostaten angeschlossen wird, geschieht mit Hilfe der Chipidentifikation Folgendes:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Informationen werden direkt an das angeschlossene Chromatographie-Datensystem übertragen, damit die Daten für die Methodvalidierung elektronisch nachverfolgbar sind. • Der Detektor wird automatisch mit sicheren, bewährten Parametern konfiguriert, wie Potentialgrenzen, um unbeabsichtigte Schäden an den Elektroden zu vermeiden. <p>Wenn eine UltiMate 3000-Pumpe (mit Ausnahme der LPG-3400XRS) über das Mini-DIN-Signalkabel mit dem Digital I/O-Anschluss 2 des Detektors verbunden ist, werden Probleme im Pumpenfluss wie Unterbrechungen an den Chip in der Zelle gemeldet und das Potential an der Zelle abgeschaltet.</p> <p>Die Zelleninformationen in der Chromeleon Serverkonfiguration unter View Cell Data (es öffnet sich die Seite Cell Properties) zeigen die Eigenschaften der Zelle seit der letzten Aktualisierung an. Klicken Sie auf Read Smart Cells, bevor Sie das Dialogfenster Cell Properties öffnen, um die Zellendaten zu aktualisieren und den aktuellsten Stand der Zelleninformationen zu erhalten.</p>
Cells Off	<p>Wenn eine UltiMate 3000 Pumpe (außer der LPG-3400XRS Pumpe) über das Mini-DIN-Kabel an den Digital-I/O-Anschluss des Detektors angeschlossen ist, wird das an die Zellen angelegte Potential automatisch abgeschaltet, wenn der Pumpenfluss während einer Analyse gestoppt wird. Die Ursache kann zum Beispiel ein Fehler in der Pumpe oder auch ein manuelles Stoppen des Pumpenflusses sein.</p> <p>Anmerkung: Auf den Konfigurationsseiten muss das Kontrollkästchen für den Input der Funktion Cells Off (= ECDRS_Input_3) nicht zwingend ausgewählt sein, damit diese Funktion ausgeführt wird. Die Ausführung der Funktion Cells Off erfolgt automatisch.</p> <p>Wenn das Kontrollkästchen ECDRS_Input_3 ausgewählt ist, können Sie die Funktion dieses Inputs im Dialogfenster Commands (F8-Box) oder auf dem Detektordisplay überwachen.</p> <p>Informationen zu den Konfigurationsseiten in Chromeleon finden Sie im Kapitel 3.4.3.3, Seite 31.</p>

Funktion	Beschreibung
Operational Qualification und Performance Qualification	Sie können die Leistungsfähigkeit des Systems mit Hilfe der Operational und Performance Qualification kontrollieren und dokumentieren. Alle erforderlichen Materialien sowie eine detaillierte Anleitung zur Durchführung sind auf Anfrage erhältlich.

5.12 Außerbetriebnahme des Detektors

Beachten Sie für die Außerbetriebnahme und den Transport des Detektors die folgenden Hinweise.

Allgemeine Hinweise zu elektrochemischen Zellen

Beachten Sie folgende Hinweise, wenn Sie den Betrieb der elektrochemischen Zellen unterbrechen:

- Schalten Sie das Potential am Detektor oder den gesamten Detektor ab, bevor Sie den Pumpenfluss anhalten.
- Spülen Sie den Detektor bzw. die Detektoren von Lösungsmitteln frei, bevor Sie die Zelle entfernen.
- Bewahren Sie nicht verwendete elektrochemische Zellen über einen längeren Zeitraum stets in der staubdichten Original-Verpackung auf.
- Beachten Sie die Informationen zur Aufbewahrung der jeweiligen elektrochemischen Zellen (→ siehe *User Guide* für die jeweilige Zelle).
- *amperometrische analytische Zelle 6041RS ultra*
Achten Sie zusätzlich darauf, dass die Zelle immer mit Arbeitselektrode und Dichtung zusammengebaut ist, auch bei Betriebsunterbrechungen.

Allgemeine Hinweise zum Detektor

- Schalten Sie die Temperaturregelung für den Säulenofen aus.
- Schalten Sie den Detektor aus, wenn dieser langfristig außer Betrieb genommen werden soll.
- *Detektor transportieren*
 - ◆ Entfernen Sie die Potentiostaten aus dem Detektor (→ Kapitel 7.2, Seite 114).

- ◆ Versenden Sie den Detektor immer ohne elektrochemische Zellen und Potentiostaten und installieren Sie die dafür vorgesehene Abdeckung über den Bay-Öffnungen. Verschließen Sie den Eingang und Ausgang der Zelle mit den Stopfen, die bei Auslieferung an der elektrochemischen Zelle installiert waren. Die Zelle muss in der original Zellen-Verpackung versendet werden.
- ◆ Versenden Sie den Detektor immer in der Originalverpackung und beachten Sie die *Verpackungsvorschrift*. Erfolgt der Versand des Gerätes nicht in der Originalverpackung, entfällt die Gerätegarantie. Ist die Originalverpackung nicht mehr verfügbar, können Sie geeignete Geräteverpackungen über die Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation. Die Verpackungsvorschrift ist im Ordner "Installation and Qualification Documents for Chromatography Instruments" enthalten und auch auf Anfrage erhältlich.

5.13 Wartung und Wartungsintervalle

5.13.1 Allgemeine Informationen

Der Detektor ist aus hochwertigen Bauteilen und Materialien gefertigt und benötigt daher nur einen geringen Wartungsaufwand. Alle Oberflächen sind beständig gegen schwache Säuren, Basen und organische Lösungsmittel. Dennoch sollten Sie verschüttete oder verspritzte Flüssigkeiten sofort mit einem weichen, fusselfreien Tuch oder Papier aufsaugen (nicht trockenreiben). Eine längere Einwirkung kann Schäden verursachen.

Wartung zwischen den Analysen

Wenn der Detektor eingeschaltet wird, werden mehrere chromatographische und elektrochemische Gleichgewichte hergestellt. Wenn Sie den Detektor ausschalten und wieder einschalten, warten Sie bis sich diese Gleichgewichte wieder hergestellt haben, um eine optimale Leistung zu erzielen. Wenn Sie Analysen mit sehr hoher Sensitivity (z.B. 50 nA oder weniger) durchführen möchten, kann es mehrere Stunden oder länger dauern, bis sich diese Gleichgewichte wiederhergestellt haben.

Um die Ausfallzeiten des Detektors während des Nichtgebrauchs zu minimieren, wird empfohlen, die Zellen angeschaltet zu lassen und die mobile Phase bei einer niedrigen Flussrate im Kreislauf zu fördern.

5.13.2 Wartungsintervalle

Folgende Wartungsarbeiten sollten Sie in regelmäßigen Intervallen durchführen, um die optimale Funktionsfähigkeit und maximale Verfügbarkeit Ihres Detektors sicherzustellen. Dabei soll Ihnen die untenstehende Tabelle als Orientierungshilfe dienen, welche Arbeiten Sie wann durchführen sollten. Wie häufig diese Arbeiten durchgeführt werden müssen, hängt von einer Vielzahl von Faktoren ab.

Häufigkeit	Was ist zu tun...
Täglich	Überprüfen Sie die Fluidik auf eventuelle Undichtigkeiten sowie Anzeichen einer Blockade.
	Wenn Sie mit Pufferlösungen arbeiten, sollten Sie das System nach Abschluss der Arbeiten gründlich mit einer Flüssigkeit spülen, die keine Puffer/Salze enthält.
	Überprüfen Sie den Füllstand der Eluentenflaschen. Für die geplante Analyse sollte ausreichend Lösungsmittel vorhanden sein.
	<i>Nur dünnsschichtige Platin-Elektroden</i> Elektrochemische Behandlung der Arbeitselektrode täglich vor der Probenanalyse. Weitere Informationen zur elektrochemischen Behandlung finden Sie im User Guide für amperometrische Zellen.
Regelmäßig	Überprüfen Sie den Schlauch, der zur Ableitung von Flüssigkeit aus dem Innenraum an den Ablauf rechts unterhalb des Detektors angeschlossen ist (→ Seite 42). Der Schlauch darf nicht abgeknickt sein und an keiner Stelle höher liegen als der Anschluss-Stutzen. Entleeren Sie den Abfallbehälter, wenn erforderlich.
	Überprüfen Sie die Schlauchverbindungen auf mögliche Beschädigungen (Knicke, Risse, Schnitte, Blockierung).
	Tauschen Sie die Graphit- und PEEK-Filterelemente in den In-Line-Filtern mindestens vierteljährlich aus. Siehe Kapitel 7.4.1, Seite 116.
	Tauschen Sie die Dichtungen der amperometrischen Zelle regelmäßig. Weitere Informationen über den Austausch finden Sie im User Guide für amperometrische Zellen.
	Kalibrieren Sie den Nullstrom der Signalkanäle der Zellen über den Befehl Autozero in Chromeleon neu (→ Seite 75).
Jährlich	Lassen Sie den Detektor einmal jährlich vom Kundendienst auf Verschmutzung, Abnutzung, usw. prüfen.

6 Fehlersuche

6.1 Überblick

Die folgenden Funktionen helfen Ihnen bei der Erkennung und Behebung von Fehlern, die beim Betrieb des Detektors oder eines UltiMate 3000-Systems auftreten können.

Status anzeigen und LEDs

Die Statusanzeigen auf der Gerätevorderseite lassen Sie auf den ersten Blick erkennen, ob der Detektor eingeschaltet und mit Chromeleon verbunden ist. Darüber hinaus können Sie erkennen, ob der Detektor korrekt arbeitet (→ Seite 14).

Verhalten des Detektors im Fehlerfall

Wird während des Betriebs des Detektors ein kritischer Fehler erkannt, dann

- leuchtet die LED **Status** auf der Gerätevorderseite rot,
- schalten die Zellen ab
- wird gegebenenfalls die laufende Analyse abgebrochen.

Wird der Detektor unter Chromeleon betrieben, wird der Fehler im Chromeleon Audit Trail protokolliert (→ Seite 102).

Achten Sie in diesem Fall auf den Chromeleon Audit Trail und führen Sie geeignete Abhilfemaßnahmen durch. Es kann helfen, wenn Sie den Detektor in Chromeleon trennen und neu verbinden, und den Detektor aus- und einschalten.

Der Zustand "Cells Off"

Wenn eine Pumpe über den Digital-I/O-Anschluss 2 des Detektors angeschlossen ist, und der Pumpenfluss abgeschaltet wird, wird das an die Zellen angelegte Potential automatisch abgeschaltet (Funktion Cells Off, → Kapitel 5.11, Seite 96).

In Chromeleon wird der Fehler im Chromeleon Audit Trail protokolliert (→ Seite 102).

Beheben Sie das Problem, bevor Sie mit der Analyse fortfahren:

- Prüfen Sie die Pumpe. Beheben Sie gegebenenfalls die Fehlerzustände in der Pumpe.
- Prüfen Sie die fluidischen Komponenten im System auf Blockierungen. Beseitigen Sie die Blockierungen.

Starten Sie den Pumpenfluss erneut, wenn der Fehler behoben wurde. Schalten Sie dann das Potential bzw. die elektrochemischen Zellen wieder an.

Mögliche Störungen

Hinweise zu Störungen, die beim Betrieb eines UltiMate 3000-Systems auftreten können, finden Sie im Kapitel Mögliche Störungen (→ Seite 105).

Wenn Sie den Fehler nicht mit Ihren Mitteln beheben können, wenden Sie sich an den Thermo Fisher Scientific-Kundendienst vor Ort.

6.2 Meldungen im Chromeleon Audit Trail

Wird der Detektor unter Chromeleon betrieben und ein Fehler tritt auf, können folgenden Meldungen im Chromeleon Audit Trail erscheinen.

Meldung	Abhilfe
Bad calibration table detected.	Der DC-Potentiostat ist möglicherweise defekt. Schalten Sie den Detektor aus und wieder ein, um zu überprüfen, ob der Potentiostat defekt ist. Wenn die Meldung weiterhin erscheint, tauschen Sie den Potentiostaten aus (→ Seite 114).
Cannot obtain the CAZ zero offset value.	Der Potentiostat ist möglicherweise defekt. Schalten Sie den Detektor aus und wieder ein, um zu überprüfen, ob der Potentiostat defekt ist. Wenn die Meldung weiterhin erscheint, tauschen Sie den Potentiostaten aus (→ Seite 114).
Cannot obtain the potential offset value.	Der Potentiostat ist möglicherweise defekt. Schalten Sie den Detektor aus und wieder ein, um zu überprüfen, ob der Potentiostat defekt ist. Wenn die Meldung weiterhin erscheint, tauschen Sie den Potentiostaten aus (→ Seite 114).
Cell bay leakage detected. Cells have been turned off. Address the problem; disconnect then re-connect to clear the error.	Der Leaksensor hat eine Undichtigkeit erkannt. Überprüfen Sie alle Zellen auf mögliche Undichtigkeiten. Ziehen Sie die Verbindungen, falls erforderlich, nach. Trocknen Sie den Leaksensor (→ Seite 119).
Cell serial number does not match the saved cell serial number.	Eine oder mehrere Zellen wurden installiert, ohne dass die Zell-Daten im Chromeleon Serverkonfigurationsprogramm aktualisiert wurden. Lesen Sie die Zell-Daten ein und aktualisieren Sie sie (→ Seite 31).
DC mode configured, but no DC Potentiostat module(s) present. Please check configuration using the Server Configuration.	Ein DC-Potentiostat fehlt oder ist nicht korrekt eingebaut. Installieren Sie einen DC-Potentiostaten oder installieren Sie bestehende Potentiostaten neu. Schalten Sie den Detektor aus und wieder ein. Folgen Sie den Anweisungen in der Meldung und aktualisieren Sie die Konfigurationseinstellungen (→ Seite 31).
Expected a detector with serial number {X} but found one with serial number {Y}. Please check the configuration using the Server Configuration.	Wobei {X} = Seriennummer des erwarteten Detektors, und {Y} = Seriennummer des Detektors, der mit Chromeleon verbunden ist. Die Gerätekonfiguration ist nicht korrekt. Öffnen Sie Chromeleon und vergleichen Sie die Seriennummer im Dialogfenster Commands mit der Seriennummer auf der Rückseite des Detektors, der mit dem Datensystemrechner verbunden ist.
Failed to close USB.	Die USB-Verbindung zwischen dem Detektor und dem Chromeleon-Server ist unterbrochen. Überprüfen Sie die USB-Verbindung. Die Stromversorgung des Detektors ist unterbrochen. Prüfen Sie die Verbindung des Detektors zum Stromnetz.

Meldung	Abhilfe
Failed to open USB.	Die USB-Verbindung zwischen dem Detektor und dem Chromeleon-Server ist unterbrochen. Überprüfen Sie die USB-Verbindung. Die Stromversorgung des Detektors ist unterbrochen. Prüfen Sie die Verbindung des Detektors zum Stromnetz.
Failed to read/write USB.	Die USB-Verbindung zwischen dem Detektor und dem Chromeleon-Server ist unterbrochen. Überprüfen Sie die USB-Verbindung. Die Stromversorgung des Detektors ist unterbrochen. Prüfen Sie die Verbindung des Detektors zum Stromnetz.
Failed to start the column heater.	Der Säulenofen ist möglicherweise defekt. Schalten Sie den Detektor aus und wieder ein, um zu überprüfen, ob der Säulenofen defekt ist. Erscheint die Meldung erneut, ist der Säulenofen möglicherweise defekt. Wenden Sie sich an den Kundendienst.
Identification chip data is in conflict with Server Configuration setup. Please check the Server Configuration.	Eine oder mehrere Zellen wurden installiert, ohne dass die Zell-Daten im Chromeleon Serverkonfigurationsprogramm aktualisiert wurden. Lesen Sie die Zell-Daten ein und aktualisieren Sie sie (→ Seite 31).
Input Cells Off signal received from pump. Cells have been turned off. Address the problem; disconnect then reconnect to clear the error.	Beheben Sie das Problem, bevor Sie mit der Analyse fortfahren. Siehe Kapitel 6.1, Seite 101.
Leakage detected.	Der Leaksensor hat eine Undichtigkeit erkannt. Überprüfen Sie alle Zellen auf mögliche Undichtigkeiten. Ziehen Sie die Verbindungen, falls erforderlich, nach. Trocknen Sie den Leaksensor (→ Seite 119).
Pulse mode configured, but no Pulse/Scan Potentiostat module(s) present. Please check configuration using the Server Configuration.	Ein oder mehrere Potentiostaten fehlen oder sind nicht korrekt eingebaut. Installieren Sie den Pulse-Potentiostaten oder installieren Sie den bestehenden Potentiostaten neu. Schalten Sie den Detektor aus und wieder ein. Folgen Sie den Anweisungen in der Meldung und aktualisieren Sie die Konfigurationseinstellungen (→ Seite 31).
Self test failed on logic board with error code {X}, expanded below.	Wobei {X} = Fehlercode-Ziffer(n). Der Säulenofen ist möglicherweise defekt. Wenden Sie sich an den Kundendienst.
Self test failed on PStat {X} channel {Y (Y)} with error code {Z}, expanded below.	Wobei {X} = Bay, in der der Potentiostat installiert ist, {Y} = Kanal der Zelle, und {Z} = Fehlercode-Ziffern. Der Potentiostat ist möglicherweise defekt. Schalten Sie den Detektor aus und wieder ein, um zu überprüfen, ob der Potentiostat defekt ist. Wenn die Meldung weiterhin erscheint, tauschen Sie den Potentiostaten aus (→ Seite 114). Das Mainboard ist möglicherweise defekt, wenden Sie sich an den Kundendienst.

Meldung	Abhilfe
The cell identification data for at least one cell does not agree with the configuration, or could not be read. Please check configuration using the Server Configuration. It is recommended that the cells be reread.	Eine oder mehrere Zellen wurden installiert, ohne dass die Zell-Daten im Chromeleon Serverkonfigurationsprogramm aktualisiert wurden. Folgen Sie den Anweisungen in der Meldung, lesen Sie die Zell-Daten ein und aktualisieren Sie sie (→ Seite 31).
The channels configured in the Server Configuration do not agree with the potentiostat module(s) found in the system. Please check configuration using the Server Configuration.	Ein oder mehrere Potentiostaten wurden installiert oder entfernt, ohne dass die die Detektorkonfiguration aktualisiert wurde. Folgen Sie den Anweisungen in der Meldung und aktualisieren Sie die Konfigurationseinstellungen (→ Seite 31).
The serial number of the cell in bay {X} does not agree with value from Server Configuration.	Wobei {X} = Bay, in der die Zelle angeschlossen ist. Eine oder mehrere Zellen wurden installiert, ohne dass die Zell-Daten im Chromeleon Serverkonfigurationsprogramm aktualisiert wurden. Lesen Sie die Zell-Daten ein und aktualisieren Sie sie (→ Seite 31).
The working electrode material of the cell in bay {X} does not agree with values from the Server Configuration. The driver will disconnect to prevent damage to the cell.	Wobei {X} = Bay, in der die Zelle angeschlossen ist. Eine oder mehrere Zellen wurden installiert, ohne dass die Zell-Daten im Chromeleon Serverkonfigurationsprogramm aktualisiert wurden. Lesen Sie die Zell-Daten ein und aktualisieren Sie sie (→ Seite 31).
Timeout reading/writing USB.	Die USB-Verbindung zwischen dem Detektor und dem Chromeleon-Server ist unterbrochen. Überprüfen Sie die USB-Verbindung. Die Stromversorgung des Detektors ist unterbrochen. Prüfen Sie die Verbindung des Detektors zum Stromnetz.

6.3 Mögliche Störungen

In der nachfolgenden Tabelle finden Sie Hinweise zu Störungen, die beim Betrieb eines UltiMate 3000-Systems auftreten können, sowie deren mögliche Ursachen und entsprechende Abhilfemaßnahmen. Weitere Informationen finden Sie auch in den Handbüchern zu den anderen Modulen eines UltiMate 3000-Systems.

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Keine Anzeige im Display.	Das Gerät ist nicht am Stromnetz angeschlossen. Der Netzschalter ist ausgeschaltet. Die Sicherungen sind durchgebrannt. Die Ersatzsicherung brennt sofort durch. Fehler in der Elektronik.	Schließen Sie das Netzkabel an. Schalten Sie den Detektor ein. Ersetzen Sie die Sicherungen (→ Seite 120). Wenden Sie sich an den Kundendienst. Wenden Sie sich an den Kundendienst.
Probleme bei der Steuerung unter Chromeleon	Es besteht keine Verbindung zum Chromeleon-Rechner. Die USB-Schnittstelle am Rechner ist nicht betriebsbereit. Der Chromeleon-Rechner arbeitet sehr langsam.	Prüfen Sie das USB-Kabel und die Verbindung zum Rechner. Überprüfen Sie den USB-Port am Rechner. Sie muss den Standard USB 2.0 erfüllen. Stellen Sie sicher, dass die Systemvoraussetzungen erfüllt sind (→ Seite 20).
Die Status LED leuchtet rot.	Der Selbsttest ist fehlgeschlagen.	Siehe Kapitel 6.2 (→ Seite 102).
Kein Fluss	Im System tritt eine Undichtigkeit auf. Es gibt eine Luftblase im Flussweg. Weitere Ursachen siehe im Handbuch der jeweiligen Pumpe.	Beheben Sie die Ursache für die Undichtigkeit. Leiten Sie einen Waschvorgang ein (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>). Die Waschflüssigkeit ist nicht entgast. Entgasen Sie die Waschflüssigkeit (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).
Im System herrscht ein hoher Gegendruck.	Fluidische Teile im System (Kapillaren, Filter, Säule) sind durch Niederschläge blockiert, oder Kapillaren abgeknickt. Die Zelle ist verstopft.	Überprüfen Sie die Kapillaren im System schrittweise vom Detektor zur Pumpe, entfernen Sie die Blockade oder tauschen Sie die Kapillaren aus. Entfernen Sie die Zelle vom Detektor und überprüfen Sie den Gegendruck. Stellen Sie die Zellenleistung wieder her (→ <i>User Guide</i> für die Zelle).

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Im System herrscht ein hoher Gegendruck. (Fortsetzung)	Schmutzpartikel aus der mobilen Phase, der Säule oder injizierten Proben haben sich angesammelt.	Wechseln Sie die Filterelemente der In-Line-Filter (→ Seite 116). Filtern Sie die mobile Phase ausreichend. Verwenden Sie eine mobile Phase mit einer ausreichenden Menge eines organischen Lösungsmittels, um mikrobielles Wachstum zu vermeiden. Beachten Sie die allgemeinen Hinweise zur mobilen Phase (→ Seite 60). Verwenden Sie frisch vorbereitete Lösungsmittel. Verunreinigungen durch Mikroorganismen in der mobilen Phase können zur Verstopfung des Filters führen.
Schlechte Peakform (Doppelpeak)	Coulometrische Zellen Zelleneingang und -ausgang wurden vertauscht.	Prüfen Sie, dass Zelleneingang und -ausgang korrekt angeschlossen sind.
Starke Basisliniendrift	Die Trennsäule ist verschmutzt. Das System ist nicht ausreichend äquilibriert. Die verwendeten Eluenten sind verunreinigt oder nicht homogen. Die Umgebungsbedingungen sind instabil. Die mobile Phase wird im Kreislauf verwendet. Die elektrochemische Zelle ist verunreinigt. Die mobile Phase ist verunreinigt.	Reinigen oder ersetzen Sie die Säule. Spülen Sie das System, bis ein stabiles Gleichgewicht erreicht ist. Sorgen Sie vor der Analyse für ein vollständiges Durchmischen der Eluenten. Tauschen Sie den Eluenten aus und überprüfen Sie die Eluentenfilter. Achten Sie bei wässrigen Eluenten auf eine evtl. Verunreinigung durch Mikroorganismen. Sorgen Sie für gleichmäßige Temperatur und Luftfeuchtigkeit. Vermeiden Sie Zugluft. Fördern Sie die mobile Phase direkt in ein Abfallgefäß während Datenaufnahmen und/oder laufenden Analysen. Reinigen Sie die Zelle (→ <i>User Guide</i> für die Zelle). Gegebenenfalls muss die Zelle getauscht werden (→ <i>User Guide</i> für die Zelle). Verwenden Sie einen frisch vorbereiteten Eluenten. Achten Sie auf HPLC-Qualität.
Starkes Rauschen, unregelmäßige Schwankungen der Basislinie	In der Pumpe treten Druckschwankungen auf. Es gibt Luftblasen im System.	Entlüften und überprüfen Sie die Pumpe (→ <i>Pumpenhandbuch</i>). Entlüften Sie das System (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
<p>Starkes Rauschen, unregelmäßige Schwankungen der Basislinie (Fortsetzung)</p>	<p>Der Eluent ist verunreinigt, oder nicht von ausreichender Qualität.</p> <p>Der Gasgehalt des Eluenten ist zu hoch.</p> <p>Der Detektor ist defekt.</p> <p>Es ist ein Problem mit der Zelle aufgetreten.</p> <p>Das System ist nicht geerdet.</p> <p>Die mobile Phase ist verunreinigt.</p>	<p>Verwenden Sie einen frisch vorbereiteten Eluenten. Achten Sie auf HPLC-Qualität.</p> <p>Entgasen Sie den Eluenten und/oder installieren Sie einen Restriktor am Ausgang der Zelle, achten Sie dabei aber auf die Druckspezifikation und die allgemeinen Hinweise zur jeweiligen Messzelle (→ <i>User Guide</i> für die Zelle).</p> <p>Wenden Sie sich an den Kundendienst.</p> <p>Reinigen Sie die Zelle (→ <i>User Guide</i> für die Zelle). Gegebenenfalls muss die Zelle getauscht werden (→ <i>User Guide</i> für die Zelle).</p> <p>Alle Systemkomponente müssen geerdet sein.</p> <p>Verwenden Sie einen frisch vorbereiteten Eluenten. Achten Sie auf HPLC-Qualität.</p>
<p>Periodische Schwankungen der Basislinie, Pulsation</p>	<p>In der Pumpe treten Druckschwankungen auf.</p> <p>Es gibt Luftblasen im System.</p>	<p>Entlüften und überprüfen Sie die Pumpe (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).</p> <p>Entlüften Sie das System (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).</p>
<p>Peak-Tailing</p>	<p>Das Extrasäulenvolumen ist zu groß.</p> <p>Die Kapillarverbindungen sind schlecht.</p> <p>Coulometrische Zellen Zelleneingang und -ausgang wurden vertauscht.</p>	<p>Verwenden Sie kurze Kapillaren mit geeignetem Innendurchmesser.</p> <p>Verwenden Sie andere Kapillaren, z.B. Viper-Kapillaren.</p> <p>Prüfen Sie, dass Zelleneingang und -ausgang korrekt angeschlossen sind.</p>
<p>Peakverbreiterung, hohe Totzeit</p>	<p>Es wird eine Kapillare zum Detektor mit einem zu großen Innendurchmesser verwendet.</p> <p>Der Eluentenfilter ist verstopft.</p> <p>Die Kapillaren sind verstopft, oder die Kapillarverbindungen schlecht.</p> <p>In der amperometrischen Zelle sind ungeeignete Dichtungen eingebaut.</p>	<p>Verwenden Sie eine andere Kapillare.</p> <p>Prüfen Sie, ob die Filter durchlässig sind. Tauschen Sie gegebenenfalls die Filterfritte aus (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).</p> <p>Tauschen Sie die Kapillaren. Verwenden Sie andere Kapillaren, z.B. Viper-Kapillaren.</p> <p>Verwenden Sie eine Dichtung mit kleinerem Volumen.</p>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
<p>Peakverbreiterung, hohe Totzeit (Fortsetzung)</p>	<p>Die Probenschleife ist verstopft.</p> <p>Coulometrische Zellen Zelleneingang und -ausgang wurden vertauscht.</p> <p>Die Trennsäule ist überladen oder verschmutzt.</p> <p>Das Laufmittel hat sich verschlechtert oder verändert.</p> <p>Die Response Time wurde zu groß gewählt.</p>	<p>Tauschen Sie die Probennadel aus (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Prüfen Sie, dass Zelleneingang und -ausgang korrekt angeschlossen sind.</p> <p>Reinigen oder ersetzen Sie die Säule.</p> <p>Verwenden Sie einen frisch vorbereiteten Eluenten.</p> <p>Wählen Sie eine geeignete Response Time, z.B. mit Hilfe des Chromeleon Programmassistenten.</p>
<p>Reproduzierbar auftretende Störpeaks im Chromatogramm.</p>	<p>Die Degaserkanäle sind verschmutzt.</p> <p>Die verwendeten Laufmittel sind alt oder verunreinigt oder sie sind nicht ausreichend rein.</p> <p>Es treten Verschmutzungen im System auf.</p>	<p>Spülen Sie die Degaserkanäle (→ <i>Handbuch zum Solvent Rack oder Pumpenhandbuch</i>).</p> <p>Verwenden Sie frische und geeignete Laufmittel.</p> <p>Reinigen Sie die Anlage mit einem geeigneten Lösungsmittel.</p>
<p>Einzelne breitere Störpeaks im Chromatogramm.</p>	<p>Verspätete Elution aus einer vorausgegangenen Analyse.</p>	<p>Verlängern Sie die Laufzeit. Erhöhen Sie die Elutionsstärke des Gradienten (höherer organischer Anteil). Spülen Sie die Säule nach dem Probenlauf.</p>
<p>Spikes</p>	<p>Es gibt Luftblasen in der elektrochemischen Zelle.</p> <p>Es treten elektrische Störungen von anderen Instrumenten oder Geräten in der Nähe auf.</p> <p>Die Säulentemperatur liegt deutlich über dem Siedepunkt der mobilen Phase.</p>	<p>Überprüfen Sie die fluidischen Verbindungen auf Dichtigkeit. Entgasen Sie die mobile Phase und/oder installieren Sie einen Restriktor am Ausgang der Zelle, achten Sie dabei aber auf die Druckspezifikation und die allgemeinen Hinweise zur jeweiligen Messzelle (→ <i>User Guide</i> für die Zelle).</p> <p>Isolieren Sie die Stromzufuhr von den anderen Geräten. Installieren Sie ggf. eine unterbrechungsfreie Stromversorgung (USV).</p> <p>Installieren Sie einen Restriktor und/oder Nachsäulenwärmetauscher (→ <i>TCC-3000RS-Handbuch</i>) am Ausgang der Zelle, achten Sie dabei aber auf die Druckspezifikation und die allgemeinen Hinweise zur jeweiligen Messzelle (→ <i>User Guide</i> für die Zelle).</p>
<p>Negative Peaks</p>	<p>Lösungsmittel der Probe und mobile Phase unterscheiden sich in der Zusammensetzung.</p>	<p>Lösen Sie die Probe in der mobilen Phase.</p>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Hoher Grundstrom – DC-Modus	Es gibt elektroaktive Verunreinigungen in der mobilen Phase.	Erhöhen Sie das Potential um 50 bis 100 mV. Der Grundstrom des Laufmittels wird erheblich ansteigen, wenn eine Substanz im Laufmittel elektrolysiert wird. <i>Nur coulometrische Zellen</i> Wenn der Strom der ersten Elektrode höher als der der zweiten Elektrode ist, ist eine Verunreinigung der mobilen Phase aufgetreten.
	Es gibt elektroaktive Verunreinigungen in der mobilen Phase.	Senken Sie wenn möglich das Potential und vermeiden Sie es, Triethylamin und andere organische Amine als chromatographische Modifikatoren zu verwenden, da diese elektroaktive Verunreinigungen enthalten können. Weitere Informationen zum Grundstrom finden Sie in Kapitel 5.8.3 (→ Seite 85).
	Eine elektroaktive Substanz aus der Säule eluiert.	Es wird möglicherweise ein frisches Laufmittel oder eine neue Säule verwendet. Warten Sie eine Stunde lang bis sich das System mit dem neuen Laufmittel äquilibriert hat bzw. bis die Basislinie stabil ist (bei einem Laufmittel mit einem Reagenz zur Ionenpaarbildung kann die Äquilibrierung über Nacht andauern) und überprüfen Sie den Grundstrom erneut. Entfernen Sie die Säule aus dem System und starten Sie den Pumpenfluss. Wenn der Grundstrom sinkt, reinigen oder ersetzen Sie die Säule.
	Adsorption an der Elektrode	Bei einigen elektrochemischen Reaktionen können Produkte entstehen, die an der Elektrodenoberfläche adsorbiert werden. Dadurch kann die Empfindlichkeit der Elektroden beeinträchtigt werden. Kehren Sie das Potential um, um die Leistung der Elektrode wiederherzustellen.
	Systemkomponente geben Verunreinigungen ab.	Reinigen Sie die Zelle (→ <i>User Guide</i> für die Zelle). Überprüfen Sie die Eluentenfilter, Endfritten der Säule und tauschen Sie diese gegebenenfalls aus. Passivieren Sie die Systemkomponenten (→ Seite 131).

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Verlust der Response	<p>Die zu analysierenden Substanzen sind nicht ausreichend stabil.</p> <p>Das optimale Potential für die Zelle (Elektrode) hat sich verändert.</p> <p>Der pH-Wert des Laufmittels hat sich verändert.</p> <p>Elektrochemische Zelle oder Arbeitselektrode sind alt oder beschädigt.</p> <p>Das Potential wurde falsch gewählt.</p>	<p>Einige Substanzen können sich im Laufe der Zeit zersetzen. Überprüfen Sie die Stabilität der Substanzen regelmäßig, und verwenden Sie stets frisches Laufmittel.</p> <p>Erstellen Sie ein neues HDV, um das Potential zu optimieren (→ Seite 84). Führen Sie eine elektrochemische Behandlung der Zelle durch (→ <i>User Guide</i> für die Zelle).</p> <p>Überprüfen Sie den pH-Wert des Laufmittels. Verwenden Sie stets frische Laufmittel, wenn der pH-Wert falsch ist. Verwenden Sie eine frisch vorbereitete mobile Phase.</p> <p>Versuchen Sie, die Zellenleistung wiederherzustellen (→ <i>User Guide</i> für die Zelle).</p> <p>Wählen Sie ein anderes Potential.</p>
Schlechte Präzision der Peakflächen	<p>Der Autosampler saugt Luft an.</p> <p>Es gibt eine Luftblase in der Dosierspritze oder der Autosampler-Fluidik.</p> <p>Es gibt eine Luftblase im Flussweg.</p> <p>Die Ansauggeschwindigkeit ist zu hoch.</p> <p>Der Gasgehalt der Probe ist zu hoch oder gesättigt.</p> <p>Die Probennadel ist verstopft oder die Nadelspitze ist verformt.</p> <p>Der Autosampler, das Injektionsventil oder das Spritzenventil sind undicht.</p>	<p>Es ist zu wenig Probe vorhanden, die Nadelhöhe ist nicht korrekt eingestellt oder es gibt zu viele Replikate (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Spülen Sie die Spritze (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Die Waschflüssigkeit ist nicht entgast. Entgasen Sie die Waschflüssigkeit (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Leiten Sie einen Waschvorgang ein (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Wählen Sie eine niedrigere Ansauggeschwindigkeit (DrawSpeed) (→ <input type="checkbox"/> <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Wählen Sie eine niedrigere Ansauggeschwindigkeit (DrawSpeed) (→ <input type="checkbox"/> <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Entgasen Sie die Probe, wenn möglich.</p> <p>Tauschen Sie die Probennadel aus (→ <input type="checkbox"/> <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>→ <i>Autosampler-Handbuch</i></p>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Schlechte Präzision der Peakflächen (Fortsetzung)	Es tritt Verschleppung auf.	Spülen Sie die Nadel mit einem geeigneten Lösungsmittel (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).
	Die Kapillarverbindungen sind nicht korrekt befestigt oder undicht.	Kontrollieren und ziehen Sie die Fittingverbindungen nach. Tauschen Sie gegebenenfalls den Nadelsitz aus (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>). Tauschen Sie gegebenenfalls die Probennadel aus (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).
	Es gibt Totvolumina in den Kapillarverbindungen.	Tauschen Sie die Fittings aus. Achten Sie auf korrekte Installation der Kapillarverbindungen. Verwenden Sie wenn möglich Viper-Kapillarverbindungen.
	Die Kolbendichtringe sind undicht.	Tauschen Sie die Dichtungen aus (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).
	Es befindet sich Luft im Arbeitskolben.	Entlüften und überprüfen Sie die Pumpe (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).
	Die Pumpe pulsiert.	Verwenden Sie entgasetes Lösungsmittel.
	Der Gradient ist nicht reproduzierbar.	Ändern Sie den Gradienten. Prüfen Sie die Pumpenfunktion und Entgasung. Überprüfen Sie die Ansaugfritten auf Verstopfung. Tauschen Sie die Fritten gegebenenfalls aus.
	Die Probe ist instabil und zerfällt.	Verwenden Sie eine neue Probe oder ändern Sie die Bedingungen. Kühlen Sie die Probe im Autosampler.
	Basislinienschwankungen	s. Störung "Schwankungen der Basislinie"
	Die Umgebungsbedingungen sind instabil.	Sorgen Sie für gleichmäßige Temperatur und Luftfeuchtigkeit (evtl. Säulentermostat). Thermostatisieren Sie die Säule. Vermeiden Sie Zugluft.
Es treten Verschmutzungen an anderen Stellen im System auf.	Reinigen Sie die Anlage mit einem geeigneten Lösungsmittel.	

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Schlechte Präzision der Peakflächen (Fortsetzung)	Es gibt einen Verlust im Ansprechverhalten der Zelle.	Stellen Sie gegebenenfalls die Zellenleistung wieder her (→ <i>User Guide</i> für die Zelle). <i>Coulometrische Zellen</i> Tauschen Sie die Zelle aus (→ <i>User Guide</i> für die Zelle). <i>Amperometrische Zelle</i> Tauschen Sie die Arbeitselektrode aus (→ <i>User Guide</i> für die Zelle).

7 Service

7.1 Allgemeine Hinweise und Sicherheitsmaßnahmen

In den nachfolgend beschriebenen Abschnitten erhalten Sie detaillierte Informationen zu all jenen Wartungsarbeiten, die Sie als Anwender ausführen können. Weitergehende Wartungsarbeiten dürfen nur vom Thermo Fisher Scientific-Kundendienst ausgeführt werden.



Warnung:

Die fluidischen Komponenten des Gerätes können mit gesundheitsschädlichen Lösungsmitteln gefüllt sein. Tragen Sie eine geeignete Schutzausrüstung. Spülen Sie die fluidischen Komponenten mit einem geeigneten Lösungsmittel von gesundheitsschädlichen Substanzen frei.

Informationen zum richtigen Umgang mit konkreten Substanzen und Empfehlungen für konkrete Gefahrensituationen entnehmen Sie bitte dem Sicherheitsdatenblatt der Substanzen, mit denen Sie umgehen. Beachten Sie die Richtlinien der Guten Laborpraxis (GLP).

Bevor Sie Service- und Reparaturarbeiten ausführen, beachten Sie die folgenden Hinweise:

- Beachten Sie bei allen Wartungs- und Reparaturarbeiten die in dieser Anleitung angegebenen Sicherheitshinweise.
- Verwenden Sie ausschließlich die von Thermo Fisher Scientific für das Gerät autorisierten Original-Ersatzteile.
- Falls der Detektor zur Reparatur zurückgeschickt werden muss, wenden Sie sich zunächst an den Thermo Fisher Scientific Kundendienst vor Ort. Für die Rücksendung ist eine RMA- (Return Material Authorization) Nummer erforderlich. Der Transport des Detektors darf nur in der Originalverpackung unter Beachtung der Verpackungsvorschrift (auf Anfrage erhältlich) erfolgen. Erfolgt die Einsendung nicht in der Originalverpackung, verfällt die Gerätegarantie.

Ist die Originalverpackung nicht mehr verfügbar, können Sie geeignete Geräteverpackungen über die Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation bestellen. Die Verpackungsvorschrift ist im Ordner "Installation and Qualification Documents for Chromatography Instruments" enthalten und auch auf Anfrage erhältlich.

Hinweise zur Außerbetriebnahme des Detektors erhalten Sie auf Seite 98.

7.2 Ausbauen des Potentiostaten

Erforderliche Teile

Nur wenn der Potentiostat ausgetauscht werden soll

- Potentiostat für Dual-Channel DC-Modus
–oder–

- Potentiostat für den Pulse-Modus

Anmerkung: Für den Betrieb dieses Potentiostaten wird eine amperometrische Zelle mit einer Edelmetall-Arbeits Elektrode, zum Beispiel Gold, benötigt.

Informationen zu den Spezifikationen des Potentiostaten finden Sie in Abschnitt 8, Seite 123.



Hinweis: Nachdem Sie einen Potentiostaten eingebaut haben, führen Sie einen Widerstandstest mit der SimulatorRS-Zelle durch, bevor Sie andere elektrochemische Zellen oder QualifierRS-Zellen an den Potentiostaten anschließen.

Erforderliche Werkzeuge

- Schutzmaßnahmen vor elektrostatischen Entladungen



Vorsicht: Ergreifen Sie geeignete Schutzmaßnahmen vor elektrostatischen Entladungen (ESD), um einen Leistungs- oder Funktionsverlust zu vermeiden.

Tauschen Sie den Potentiostaten nicht aus, wenn der Detektor eingeschaltet ist, um dauerhafte Schäden am Potentiostaten und/oder Detektor zu vermeiden.

- Torx™ Schraubendreher, Größe T10 (im Zubehör des Detektors enthalten)

Vorbereitungen

1. Schalten Sie den Detektor aus, um mögliche Schäden am Detektor und Potentiostaten zu vermeiden.
2. Entfernen Sie zuerst die elektrochemische Zelle vom Potentiostaten. Folgen Sie für den Ausbau den Anweisungen im *User Guide* für die jeweilige elektrochemische Zelle.

Gehen Sie wie folgt vor

1. Lösen Sie mit dem Torx-Schraubendreher (Größe T10) die 2 Schrauben, mit denen der Potentiostat an der Innenwand des Detektors befestigt ist. Bewahren Sie die Schrauben für den Einbau des neuen Potentiostaten auf.

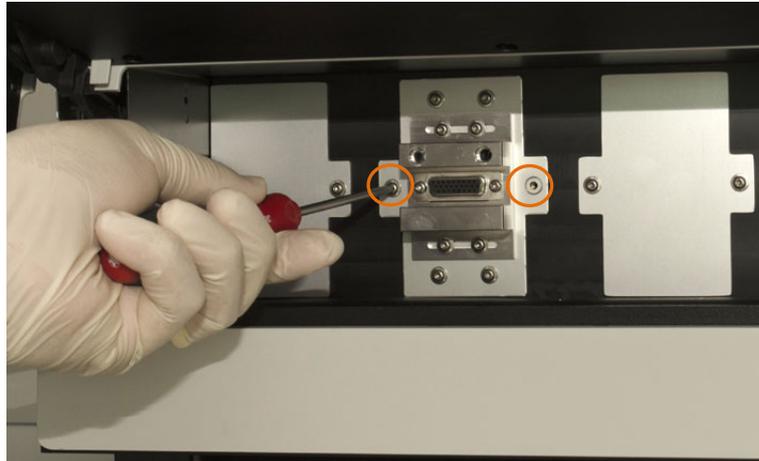


Abb. 29: Befestigungsschrauben lösen

2. Entfernen Sie den Potentiostaten aus der Bay: Greifen Sie den Potentiostaten dazu vorsichtig mit einer Hand und ziehen Sie ihn zu sich. Halten Sie dabei gegebenenfalls die Innenwand des Detektors mit der anderen Hand fest.



Abb. 30: Potentiostaten aus der Bay herausziehen (hier: Bay B)

3. Führen Sie die weiteren Schritte abhängig vom weitere Vorgehen aus:
 - ◆ *Wenn die Bay auf der Detektor-Vorderseite frei bleibt*
Installieren Sie die mitgelieferte Abdeckung über der Bay, um zu verhindern, dass Staub in die Bay und somit an die empfindliche Detektorelektronik gelangen.
 - a) Setzen Sie die Abdeckung so auf, dass die Löcher für die Schrauben an der richtigen Stellen sind.

b) Ziehen Sie die 2 Schrauben mit dem Torx-Schraubendreher (Größe T10) fest, um die Abdeckung zu befestigen.

◆ *Wenn ein neuer bzw. anderer Potentiostat installiert werden soll*

Folgen Sie den Schritten in der *Installationsanleitung* zum Potentiostaten.

Führen Sie nach dem Tausch unbedingt einen Widerstandstest als Betriebsprüfung für den Potentiostaten durch. Siehe Kapitel 4.3.3, Seite 44.

7.3 Elektrochemische Zellen

Für die elektrochemischen Zellen stehen ebenfalls Wartungs- und Service-Prozeduren zur Verfügung, unter anderem zum Wiederherstellen der Zellenleistung, zur Wartung, und zum Tausch der Zellen.

Diese Prozeduren finden Sie im *User Guide* für die jeweilige elektrochemische Zelle, welcher der Zelle beiliegt.

7.4 In-Line-Filter

7.4.1 Wechseln der Inline-Filter-Elemente

Wann

Tauschen Sie die Filter in regelmäßigen Abständen aus, um eine optimale Detektorleistung zu ermöglichen. Wie oft die Filterelemente getauscht werden sollten, hängt von der Menge der Schmutzpartikel im Eluenten und der Probe ab, sowie der Menge des Feinstaubes, der von der analytischen Säule erzeugt wird. Mikrobielles Wachstum kann beispielsweise in Eluenten mit niedrigem organischen Anteil (< 3%) auftreten und zu einem hohen Grundstrom und einer verminderten Zellenleistung führen.

Erforderliche Teile

Filterelement, abhängig vom In-Line-Filter:

- Graphit-Filterelement für den Graphit-In-Line-Filter
- PEEK-Filterelement für den PEEK-In-Line-Filter

Zusätzlich erforderliche Teile

Entionisiertes Wasser

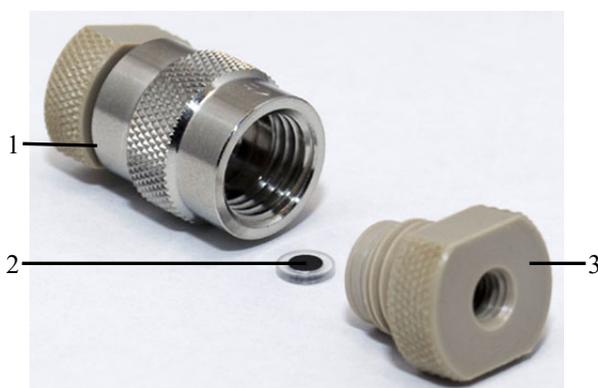
Vorbereitungen

1. Schalten Sie das Potential an den elektrochemischen Zellen aus.
2. Schalten Sie den Pumpenfluss ab. Warten Sie bis der Systemdruck auf null gesunken ist, bevor Sie Komponenten aus dem Flussweg des Systems entfernen.

- ⚠ Vorsicht:** Öffnen Sie keine Fittingverbindungen auf der Hochdruckseite der Säule bis der Systemdruck auf null gesunken ist. Der schnelle Druckeinbruch kann zu Beschädigungen an unterschiedlichen Komponenten im gesamten System führen. Warten Sie immer bis der Systemdruck auf null gesunken ist, bevor Sie fluidische Verbindungen öffnen.

Gehen Sie wie folgt vor

1. Entfernen Sie die Kapillaren vom Filterhalter, der das Filterelement enthält.
2. Öffnen Sie den Filterhalter, indem Sie die Überwurfmutter mit den Fingern gegen den Uhrzeigersinn drehen.



Nr.	Beschreibung
1	Filterhalter
2	Graphit-Filterelement
3	Überwurfmutter

Abb. 31: In-Line-Filter (hier mit Graphit-Filterelement)

3. Entfernen Sie das gebrauchte Filterelement aus dem Filterhalter. Falls notwendig, können Sie ein kleines Kunststoffstäbchen oder -stift verwenden, um das Filterelement vorsichtig zu entfernen.
4. Spülen Sie den Filterhalter mit entionisiertem Wasser.
5. Installieren Sie das Filterelement und schließen Sie den In-Line-Filter in Flussrichtung wie auf dem Filterhalter angezeigt an das System an. Folgen Sie den jeweiligen Anweisungen für den entsprechenden In-Line-Filter:
 - ◆ Anschließen des Graphit-In-Line-Filters, → Kapitel 4.4.3.1, Seite 55
 - ◆ Anschließen des PEEK-In-Line-Filters, → Kapitel 4.4.3.2, Seite 57
6. Schließen Sie den In-Line-Filter wieder im Flussweg an. Informationen zu den Flusswegverbindungen finden Sie in Kapitel 4.4.2, Seite 49.

7.4.2 Wechseln der In-Line-Filter

Erforderliche Teile

Abhängig vom In-Line-Filter, der getauscht werden soll:

- In-Line-Filter Kit mit Graphit-Filterelementen
- In-Line-Filter Kit mit PEEK-Filterelementen

Vorbereitungen

1. Schalten Sie das Potential an den elektrochemischen Zellen aus.
2. Schalten Sie den Pumpenfluss ab. Warten Sie bis der Systemdruck auf null gesunken ist, bevor Sie Komponenten aus dem Flussweg des Systems entfernen.

⚠ Vorsicht: Öffnen Sie keine Fittingverbindungen auf der Hochdruckseite der Säule bis der Systemdruck auf null gesunken ist. Der schnelle Druckeinbruch kann zu Beschädigungen an unterschiedlichen Komponenten im gesamten System führen. Warten Sie immer bis der Systemdruck auf null gesunken ist, bevor Sie fluidische Verbindungen öffnen.

Gehen Sie wie folgt vor

1. Entfernen Sie die Kapillaren vom Filterhalter, der das Filterelement enthält.
2. Legen Sie den neuen In-Line-Filter bereit.



Abb. 32: Filterhalter mit Überwurfmutter

3. Installieren Sie das Filterelement und schließen Sie den In-Line-Filter in Flussrichtung wie auf dem Filterhalter angezeigt an das System an. Folgen Sie den jeweiligen Anweisungen für den entsprechenden In-Line-Filter:
 - ◆ Anschließen des Graphit-In-Line-Filters, → Kapitel 4.4.3.1, Seite 55
 - ◆ Anschließen des PEEK-In-Line-Filters, → Kapitel 4.4.3.2, Seite 57

7.5 Trocknen des Leaksensors

Wann

Der Leaksensor im Detektor spricht an, wenn er Flüssigkeit ausgesetzt ist. Beseitigen Sie die Ursache für die Undichtigkeit und trocknen Sie den Leaksensor.

Erforderliche Utensilien

Tuch oder Papiertuch

Gehen Sie wie folgt vor

1. Halten Sie den Detektorbetrieb an:
 - a) Schalten Sie das Potential an den elektrochemischen Zellen aus.
 - b) Schalten Sie den Pumpenfluss ab.
 - c) Trennen Sie den Detektor in Chromeleon.
 - d) Schalten Sie den Detektor aus.
2. Überprüfen Sie, ob aus einer der elektrochemischen Zellen Flüssigkeit austritt. Ist dies der Fall, ziehen Sie die Anschlüsse an der elektrochemischen Zelle nach. Gegebenenfalls muss die Zelle getauscht werden (→*User Guide* für die jeweilige elektrochemische Zelle).
3. Saugen Sie mit einem Tuch die Flüssigkeit auf, die sich am unteren Ende des Leaksensors in der Auffangwanne gesammelt hat.

 **Vorsicht:** Achten Sie darauf, den Sensor nicht zu verbiegen oder zu beschädigen.



Abb. 33: Leaksensor

4. Lassen Sie dem Sensor einige Minuten Zeit, sich auf die Umgebungstemperatur einzustellen.

5. Schalten Sie den Detektor ein und verbinden Sie ihn in Chromeleon. Warten Sie den Selbsttest (→ Kapitel 5.1, Seite 65) ab.
6. Wird nach dem Einschalten des Detektors kein Fehler gemeldet, kann der Betrieb wieder aufgenommen werden.

i Hinweis: Die LED **Status** auf der Gerätevorderseite bleibt rot, bis der Sensor trocken ist. Der Detektorbetrieb kann erst fortgesetzt werden, wenn die Ursache der Undichtigkeit vollständig behoben wurde.

7.6 Wechseln der Sicherungen

STOP Warnung: Schalten Sie den Detektor am Netzschalter aus. Ziehen Sie den Netzstecker.

Erforderliche Teile

2 Sicherungen, 1 A, träge (5 x 20 mm) aus dem Sicherungskit

Informationen zu dem Kit finden Sie im Kapitel 9.3 (→ Seite 129).

Gehen Sie wie folgt vor

1. Hebeln Sie mit einem kleinen Schraubendreher den Sicherungshalteschlitten aus der Netzbuchse.

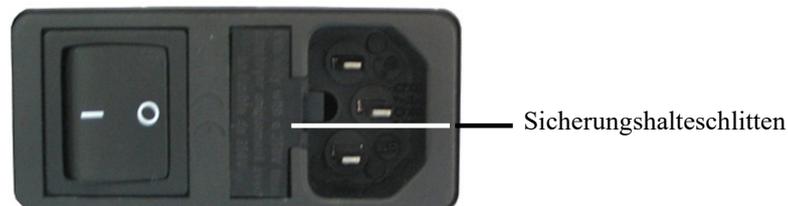


Abb. 34: Sicherungshalteschlitten

2. Wechseln Sie die Sicherungen.

STOP Warnung: Setzen Sie immer zwei neue Sicherungen ein.
Verwenden Sie nur die unten angegebenen Sicherungen.

3. Setzen Sie den Sicherungshalteschlitten wieder auf.
4. Stecken Sie das Netzkabel wieder an und schalten Sie den Detektor ein.

7.7 Aktualisieren der Detektorfirmware

Die aktuelle Firmware-Version ist bei Auslieferung des Detektors installiert. Welche Firmware-Version im Detektor installiert und welche in Chromeleon enthalten ist, können Sie wie folgt feststellen:

- *In Chromeleon*
Öffnen Sie im Programm Server Configuration die Konfigurationsseiten für den Detektor (→ Seite 31). Auf der Registerkarte **General** wird die Firmware-Version angezeigt.
- Navigieren Sie im Windows-Explorer zu der Datei **IQReport.log** im Ordner IQ Ihrer Chromeleon-Installation. Suchen Sie in der Datei nach **ECDRS FW**.

 **Hinweis:** Die Informationen zu den Firmware-Versionen erhalten Sie auch, wenn Sie die Detektorfirmware über Chromeleon aktualisieren (siehe unten).

Wenn eine neue Firmware-Version für den Detektor verfügbar ist, wird diese zusammen mit der nächsten Service Release zu Chromeleon ausgeliefert und in den entsprechenden Release Notes beschrieben.

Die neue Firmware wird *nicht* automatisch auf den Detektor übertragen, wenn Sie die Service Release installieren. Übertragen Sie die neue Firmware wie folgt:

 **Vorsicht:** Damit die Aktualisierung erfolgreich durchgeführt werden kann, darf die Kommunikation zwischen Chromeleon und dem Detektor während der Übertragung keinesfalls unterbrochen oder der Detektor ausgeschaltet werden.

1. Vergewissern Sie sich zunächst, dass folgende Voraussetzungen erfüllt sind:
 - ◆ Der Detektor ist mit Chromeleon verbunden ("connected").
 - ◆ Der Chromeleon-Server befindet sich im Modus *running idle*. Es laufen also keine Prozesse auf dem Chromeleon Server-PC oder in Chromeleon.
2. Starten Sie das Programm **Server Configuration** (→ Seite 30).
3. Markieren Sie den Detektor in der Zeitbasis mit einem Rechtsklick und wählen Sie im Menü den Punkt **Properties**.
4. Auf der Registerkarte **General** (→ Seite 32) wird unter Firmware die Firmware-Version angezeigt, die in Chromeleon für den Detektor zur Verfügung steht. Stehen in Chromeleon mehrere Firmware-Versionen für den Detektor zur Verfügung, können Sie die gewünschte Version aus der Liste **Firmware** auswählen.

5. Klicken Sie auf die Schaltfläche **Download**. Eine Meldung informiert Sie über die aktuell im Detektor installierte Firmware-Version und gibt an, welche Version bei einem Download von Chromeleon auf den Detektor übertragen wird.

 **Hinweis:** Wenn die Firmware im Detektor eine neuere Version ist als in Chromeleon, sollten Sie die Firmware-Version aus Chromeleon *nicht* auf den Detektor übertragen. Ältere Firmware-Versionen sind gegebenenfalls nicht mit neuerer Hardware kompatibel.

6. Klicken Sie **Yes**, wenn Sie die Übertragung starten möchten. (Klicken Sie **No**, wenn Sie die Aktualisierung nicht durchführen möchten.)

Für die Übertragung muss sich der Chromeleon-Server im Modus running idle befinden. Die Übertragung kann einige Minuten dauern. Sie ist abgeschlossen, wenn im Fenster **Messages Server** in der Serverkonfiguration die Meldung **Download finished successfully** erscheint. Die Meldung erscheint auch im Chromeleon Audit Trail.

Wird der Download nicht erfolgreich abgeschlossen, erscheinen entsprechende Meldungen im Audit Trail. Schalten Sie den Detektor in diesem Fall aus und wieder ein. Führen Sie den Download wie oben beschrieben erneut durch. Führt dies nicht zum Erfolg, wenden Sie sich an den Kundendienst.

 **Hinweis:** Sie können den Firmware-Download im Chromeleon Audit Trail verfolgen.

7. Wenn der Firmware-Download erfolgreich abgeschlossen ist, speichern Sie die Konfiguration und verlassen Sie das Serverkonfigurationsprogramm.
8. Stoppen Sie den **Server Monitor** und starten Sie ihn neu.
9. Öffnen Sie im Serverkonfigurationsprogramm die Konfigurationsseiten für den Detektor und konfigurieren Sie den Detektor (→ Seite 31). Wenn während der Konfiguration ein Problem auftritt, entfernen Sie den Detektor von der Zeitbasis und fügen Sie ihn neu hinzu.

 **Hinweis:** Klicken Sie in Chromeleon auf dem Panel Tabset auf **Wellness**, um zu überprüfen, ob die Firmware korrekt aktualisiert wurde.

8 Technische Daten

In der folgenden Tabelle finden Sie die Spezifikationen für den Detektor. Die Spezifikationen der elektrochemischen Zellen finden Sie im entsprechenden *User Guide* für die jeweilige elektrochemische Zelle.

Spezifikation	DC-Modus	Pulse-Modus
Detektionsart:	Elektrochemische Detektion	
Betriebsmodus:	Gleichstrom (DC) Festgelegtes Potential	Pulse (PAD) Regelmäßige Potentialänderungen
Potential-Steuerung (Potentiostat):	Bis zu 4 Kanäle (1 oder 2 Zweikanal-Potentiostaten für den DC-Modus erforderlich)	Ein Kanal mit einer Wellenform mit 4 Potentialen (Potentiostat für Pulse-Modus erforderlich)
DC-Potentialbereich:	max. ± 3300 mV in 1 mV-Schritten (zulässiger Bereich wird durch Zellentyp festgelegt)	± 3300 mV in 1 mV-Schritten (pro Pulse-Segment)
Signalbereich:	10 pA bis 100 μ A	10 pA bis 100 μ A
Automatisches Gain-Ranging:	Wird unterstützt	Nicht unterstützt
Acquisition Delay:	n. V.	50 ms bis 1 ms – 5 ms
Pulsbreite (Zeit):	n. V.	T1 = Acquisition Delay +5 ms bis 1000 ms T2 = 4 ms bis 1000 ms T3 = 0 ms bis 1000 ms T4 = 0 ms bis 1000 ms
Potential-Auflösung:	1 mV	1 mV
Typisches Rauschen:	< 750 fA (0,75 pA) mit Simulationszelle SimulatorRS (DC-Modus), Filterkonstante: 5 Sekunden	< 2 %-Pkt.
Rauschfilterung:	Fortschrittliches mehrstufiges, digitales Filtern; einstellbare Filterkonstante	Einstellbar: keine, geringe, mittlere, hohe Filterung
Datenaufnahmerate:	2 Hz, 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 50 Hz, 100 Hz; bis zu 200 Hz (unter Chromeleon 7.1 oder höher)	
Autozero:	Wird unterstützt	
Säulenofen:	Integrierte Temperatursteuerung mit Leakerkennung	
Temperaturbereich:	Einstellbarer von Umgebungstemperatur +5 °C bis +40 °C	
Steuerung:	Alle Parameter und Funktionen sind Software-gesteuert, USB 2.0 3 LEDs (Power, Connected, Status) zur Statusüberwachung	

Spezifikation	DC-Modus	Pulse-Modus
GLP:	In Chromeleon: Automatische Gerätequalifikation (AutoQ™) und Überwachung der System Performance Alle Systemparameter werden im Audit Trail protokolliert. Qualifikationsüberwachung mit Hilfe von Chromeleon und Zellen-ID-Chips.	
Sicherheitsmerkmale:	Leakerkennung, SmartChip-Technologie zur Beschränkung des Potentials und Zellenüberwachung; automatisches Abschalten der Zellen	
Anzeige:	Mehrzeiliges LCD zur Anzeige von Systemparametern 3 LEDs (Power, Connected und Status) zur Statusangabe	
E/A-Schnittstellen:	3 TTL-Eingänge (Cells Off, Autozero, External Start), 3 Relaisausgänge (Kontaktschluss zu externen Geräten)	
Geräterückseite:	AC-Anschluss, Netzschalter, USB-Anschluss, Digital I/O-Anschluss (3 TTL-Eingänge, 3 Relaisausgänge)	
Leistungsaufnahme:	100 - 120 V AC, 220 - 240 V AC, ± 10%; 50 - 60 Hz; max. 100 VA	
Umgebungsbedingungen:	Verwendungsbereich: Innenraum Temperaturbereich: 10 °C bis 35 °C (50 °F bis 95 °F) Luftfeuchtigkeit: 80% relative Feuchte, nicht kondensierend Betriebshöhe: Maximal 2000 m über Normalnull Überspannungskategorie: II Verschmutzungsgrad: 2	
Abmessungen (H × B × T):	19 × 42 × 51 cm	
Gewicht:	Circa 12,5 kg mit 1 eingebauten Potentiostaten für DC-Modus	

Technische Daten: Oktober 2019
Änderungen vorbehalten.

9 Zubehör, Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien

Zubehör, Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien werden laufend dem neuesten technischen Standard angepasst. Eine Änderung der Bestellnummern ist deshalb nicht auszuschließen. Es ist jedoch sichergestellt, dass bei Bestellung der aufgeführten Bestellnummern stets voll kompatible Teile geliefert werden.

Fragen zu Zubehören, Ersatzteilen und Verbrauchsmaterialien beantwortet Ihnen gern die Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation.

9.1 Standardzubehör

Das folgende Standardzubehör ist im Lieferumfang enthalten.

Die Bestellnummer bezieht sich immer auf die jeweilige Verpackungseinheit. Wenn nicht anders angegeben, ist die Verpackungseinheit 1 Stück. Weitere Fragen beantwortet Ihnen gerne die Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation.

Beschreibung	Best-Nr.	Menge im Zubehör
Zubehör für den ECD-3000RS Detektor		
6-adriges Mini-DIN Kabel Zum Anschluss einer UltiMate 3000 Pumpe (außer LPG-3400XRS Pumpe). Weitere Informationen finden Sie auf Seite 27.	6070.9911	1
Befestigungsschrauben für Bay-Abdeckungen (Größe Torx T10)	----	8
Teile für den Anschluss des Detektors an das Drainagesystem:		
T-Anschluss Drainage-System	----	1
L-Anschluss Drainage-System	----	2
Wellschlauch (11,4 mm AD x 8,3 mm ID)	----	1 m
In-Line-Filter Kit mit Graphit-Filterelementen, mit <ul style="list-style-type: none"> • 1 In-Line-Filterhalter, PEEK • 5 Filterelementen, Graphit • 2 Überwurfmutter für Filterhalter, mit Schneidring (PEEK, 1/16") 	70-0893	1
In-Line-Filter Kit mit PEEK-Filterelementen, mit <ul style="list-style-type: none"> • 1 In-Line-Filterhalter, PEEK • 5 Filterelementen, PEEK • 2 Überwurfmutter für Filterhalter, mit Schneidring (PEEK, 1/16") 	70-4093	1

Beschreibung	Best-Nr.	Menge im Zubehör
Kapillaren und Fittings, mit		
Kapillare, PEEK (ID x AD 0,005" x 1/16"), rot	6081.1410	2 m
Kapillare, PEEK (ID x AD 0,015" x 1/16"), grau (als Waste-Leitung)	6081.1420	1,5 m
Kapillare, PEEK (ID x AD 0,18 mm x 1/16")	6827.5002	1,5 m
Kapillare, Viper, PEEK (ID x L 90 µm x 75 mm)	6041.9075	1
Überwurfmutter, lang, dichtend, mit Schneidring (PEEK, AD 1/16")	70-4859	2
Überwurfmutter, kurz, dichtend, mit Schneidring (PEEK, AD 1/16")	70-4746	10
Fitting, zweiteilig, fingerfest (PEEK, 1/16" AD), RheFlex™	6000.0011	4
Kapillarschneider für PEEK-Kapillaren	6300.0401	1
Schraubendreher, Torx, Größe 10, für Schrauben an Bay-Abdeckungen	----	1
Sicherungskit ECD-RS (2 Sicherungen, 1A, träge, 5 x 20 mm)	70-6666	1
Simulationszelle SimulatorRS, mit Installationsanleitung	6070.4100	1
USB-Kabel Typ A auf Typ B, 5m	6911.0002	1

9.2 Optionales Zubehör

Beschreibung	Best-Nr.	Bemerkung
Coulometrische analytische Zelle 6011RS ultra Coulometrische Zelle mit zwei Arbeitselektroden für die Detektion mehrerer Analyten	6070.2400	Informationen zur Installation finden Sie im <i>User Guide</i> für Coulometrische Zellen.
Coulometrische Zelle 6020RS omni Coulometrische Zelle mit einer Arbeitselektrode, empfohlen für die Detektion eines einzelnen Analyten, Screening von Störungen, oder die Umwandlung von Analyten	6070.2100	Informationen zur Installation finden Sie im <i>User Guide</i> für Coulometrische Zellen.
Amperometrische analytische Zelle 6041RS ultra, für analytische Zwecke Mit <ul style="list-style-type: none"> • Dünnschichtiger amperometrischer Zelle für die Einkanal-Detektion • Dichtungen • Antistatischer Pinzette <i>Anmerkung:</i> Die amperometrische Zelle 6041RS wird ohne Arbeitselektrode ausgeliefert. Wählen Sie die benötigte Arbeitselektrode für die Zelle aus.	6070.3000	Informationen zur Installation finden Sie im <i>User Guide</i> für amperometrische Zellen und Arbeitselektroden.
Adapter für dünnsschichtige Elektrode (ohne Elektrode)	6070.3005	Informationen zur Installation finden Sie im <i>User Guide</i> für amperometrische Zellen und Arbeitselektroden.
Kapillarkit, nanoViper, für UltiMate 3000-Systeme mit ECD-3000RS Detektor	6041.5105	Mit folgenden nanoViper-Kapillaren, PEEK, ID x L: <ul style="list-style-type: none"> • 2 Kapillaren 0,1 mm x 75 mm • 1 Kapillare 0,1 mm x 150 mm • 2 Kapillaren 0,1 mm x 250 mm • 1 Kapillare 0,1 mm x 450 mm • 1 Kapillare 0,15 mm x 250 mm • 1 Kapillare 0,15 mm x 450 mm • 1 Kapillare 0,15 mm x 550 mm • 1 Kapillare 0,15 mm x 750 mm Installationsanleitung wird mitgeliefert.
Drainage-Kit für UltiMate 3000 Systeme	6040.0005	Das Kit enthält alle für den Anschluss erforderlichen Komponenten sowie eine detaillierte Installationsanleitung.
Polier-Kit für GC- und Au-Arbeitselektroden, mit <ul style="list-style-type: none"> • 1 Polierscheibe auf Glasplatte • 1 Flasche Tonerde-Suspension, 25 mL 	6070.3110	Informationen zur Installation finden Sie im <i>User Guide</i> für amperometrische Zellen und Arbeitselektroden.
Potentiationstat für den Pulse-Modus	6070.1420	Enthält eine Installationsanleitung.

Beschreibung	Best-Nr.	Bemerkung
Potentiostat für den DC-Modus	6070.1400	Enthält eine Installationsanleitung.
Simulationszelle Pulse QualifierRS für den Pulse-Modus	6070.4300	Enthält eine Installationsanleitung.
Simulationszelle QualifierRS für den DC-Modus	6070.4200	Für OQ/PQ-Zwecke, einschließlich Installationsanleitung.
Simulationszelle SimulatorRS für den Widerstandstest, einschließlich Installationsanleitung	6070.4100	Enthält eine Installationsanleitung.
Kit dünnsschichtige Arbeitselektrode Platin (Pt), enthält <ul style="list-style-type: none">• Dünnsschichtige Arbeitselektrode, Platin (Pt)• Adapter für dünnsschichtige Elektrode	6070.3510	Informationen zur Installation finden Sie im <i>User Guide</i> für amperometrische Zellen und Arbeitselektroden.
Dünnsschichtige Arbeitselektrode, Platin (Pt) (ohne Adapter)	6070.3500	Informationen zur Installation finden Sie im <i>User Guide</i> für amperometrische Zellen und Arbeitselektroden.
Arbeitselektrode (Plattentyp), Bor-dotierter Diamant (BDD)	6070.3100	Informationen zur Installation finden Sie im <i>User Guide</i> für amperometrische Zellen und Arbeitselektroden.
Arbeitselektrode (Plattentyp), Glaskohlenstoff (GC), hocheffizient	6070.3200	Informationen zur Installation finden Sie im <i>User Guide</i> für amperometrische Zellen und Arbeitselektroden.
Arbeitselektrode (Plattentyp), Gold (Au)	6070.3300	Informationen zur Installation finden Sie im <i>User Guide</i> für amperometrische Zellen und Arbeitselektroden.

9.3 Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien

Die Bestellnummer bezieht sich immer auf die jeweilige Verpackungseinheit. Wenn nicht anders angegeben, ist die Verpackungseinheit 1 Stück.

Informationen zum Anschluss der Kapillaren finden Sie in Kapitel 4.4.2 (→ Seite 49).

Beschreibung	Best-Nr.														
Bay-Abdeckung, mit 2 Befestigungsschrauben	6070.1411														
Dichtung, Volumen: 25 nL, BoPET, 5 Dichtungen Für die amperometrische analytische Zelle 6041RS	6070.2528														
Dichtung, Volumen: 50 nL, BoPET, 5 Dichtungen Für die amperometrische analytische Zelle 6041RS	6070.2529														
Filterelement-Set, Graphit, 5 Filterelemente	70-0898														
Filterelement-Set, PEEK, 5 Filterelemente	70-3824														
Fitting, zweiteilig, fingerfest (PEEK, 1/16" AD), RheFlex™, 4 Fittings	6000.0011														
In-Line-Filter Kit mit Graphit-Filterelementen, mit <ul style="list-style-type: none"> • 1 In-Line-Filterhalter, PEEK • 5 Filterelementen, Graphit • 2 Überwurfmutter für Filterhalter, mit Schneidring (PEEK, 1/16") 	70-0893														
In-Line-Filter Kit mit PEEK-Filterelementen, mit <ul style="list-style-type: none"> • 1 In-Line-Filterhalter, PEEK • 5 Filterelementen, PEEK • 2 Überwurfmutter für Filterhalter, mit Schneidring (PEEK, 1/16") 	70-4093														
Kapillare, PEEK (ID x AD 0,18 mm x 1/16"), L 2,0 m	6827.5002														
Kapillare, PEEK (ID x AD 0,005" x 1/16"), rot, L 2,0 m	6081.1410														
Kapillare, PEEK (ID x AD 0,015" x 1/16"), grau, L 1,5 m (als Waste-Leitung)	6081.1420														
Kapillaren, nanoViper, für UltiMate 3000-Systeme mit ECD-3000RS Detektor Bestellinformationen für das Kapillarkit finden Sie in Kapitel 9.2, Seite 127.															
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="padding: 5px;">Kapillare, nanoViper, ID x L 0,1 x 150 mm, PEEK Für die Verbindung zwischen der coulometrischen Zelle 6011RS und der amperometrischen analytischen Zelle 6041RS.</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">6041.5811</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Kapillare, nanoViper, ID x L 0,1 x 250 mm, PEEK, 2 Kapillaren</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">6041.5812</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Kapillare, nanoViper, ID x L 0,1 x 450 mm, PEEK</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">6041.5814</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 250 mm, PEEK</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">6041.5819</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 450 mm, PEEK</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">6041.5821</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 550 mm, PEEK</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">6041.5822</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 750 mm, PEEK Zum Beispiel für den Anschluss einer LPG-3400-Pumpe an den Graphit-In-Line-Filter.</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">6041.5823</td> </tr> </table>	Kapillare, nanoViper, ID x L 0,1 x 150 mm, PEEK Für die Verbindung zwischen der coulometrischen Zelle 6011RS und der amperometrischen analytischen Zelle 6041RS.	6041.5811	Kapillare, nanoViper, ID x L 0,1 x 250 mm, PEEK, 2 Kapillaren	6041.5812	Kapillare, nanoViper, ID x L 0,1 x 450 mm, PEEK	6041.5814	Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 250 mm, PEEK	6041.5819	Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 450 mm, PEEK	6041.5821	Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 550 mm, PEEK	6041.5822	Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 750 mm, PEEK Zum Beispiel für den Anschluss einer LPG-3400-Pumpe an den Graphit-In-Line-Filter.	6041.5823	
Kapillare, nanoViper, ID x L 0,1 x 150 mm, PEEK Für die Verbindung zwischen der coulometrischen Zelle 6011RS und der amperometrischen analytischen Zelle 6041RS.	6041.5811														
Kapillare, nanoViper, ID x L 0,1 x 250 mm, PEEK, 2 Kapillaren	6041.5812														
Kapillare, nanoViper, ID x L 0,1 x 450 mm, PEEK	6041.5814														
Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 250 mm, PEEK	6041.5819														
Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 450 mm, PEEK	6041.5821														
Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 550 mm, PEEK	6041.5822														
Kapillare, nanoViper, ID x L 0,15 x 750 mm, PEEK Zum Beispiel für den Anschluss einer LPG-3400-Pumpe an den Graphit-In-Line-Filter.	6041.5823														

Beschreibung	Best-Nr.
Kapillar- und Fittingkit für ECD-3000RS-Detektor, mit <ul style="list-style-type: none"> • Kapillare, PEEK (ID x AD 0,18 mm x 1/16"), L 1,5 m • Kapillare, PEEK (ID x AD 0,005" x 1/16"), rot, L 2,0 m • Kapillare, PEEK (ID x AD 0,015" x 1/16"), grau, L 1,0 m (als Waste-Leitung) • Überwurfmutter, lang, dichtend, mit Schneidring (PEEK, AD 1/16", 2 Überwurfmuttern) • Überwurfmutter, kurz, dichtend, mit Schneidring (PEEK, AD 1/16", 10 Überwurfmuttern) • Fitting, zweiteilig, fingerfest (PEEK, 1/16" AD), RheFlex™, 4 Fittinge 	6070.4800
Kapillarschneider für PEEK-Kapillaren	6300.0401
Kit für Zellen-Waste-Leitung, mit <ul style="list-style-type: none"> • Kapillare (PEEK, 0,015" x 1/16" (ID x AD), L 1,5 m, grau) • 2 Fittingschrauben (PEEK, 1/16") 	6070.4900
Mini-DIN-Kabel, 6-adrig Zum Anschluss einer UltiMate 3000 Pumpe (außer LPG-3400XRS Pumpe). Weitere Informationen finden Sie auf Seite 27.	6070.9911
Netzkabel, Australien	6000.1060
Netzkabel, China	6000.1080
Netzkabel, Dänemark	6000.1070
Netzkabel, EU	6000.1000
Netzkabel, Indien/SA	6000.1090
Netzkabel, Italien	6000.1040
Netzkabel, Japan	6000.1050
Netzkabel, Schweiz	6000.1030
Netzkabel, UK	6000.1020
Netzkabel, US	6000.1001
Säulenraum-Abdeckplatte	6070.1502
Sicherungskit ECD-RS (2 Sicherungen, 1A, träge, 5 x 20 mm)	70-6666
Überwurfmutter, lang, dichtend, mit Schneidring (PEEK, AD 1/16")	70-4859
Überwurfmutter, kurz, dichtend, mit Schneidring (PEEK, AD 1/16", 10 Überwurfmuttern)	70-4746
USB-Kabel, Typ A auf Typ B, High-Speed USB 2.0 (Kabellänge: 1 m)	6035.9035
USB-Kabel, Typ A auf Typ B, High-Speed USB 2.0 (Kabellänge: 5 m)	6911.0002

10 Anhang

10.1 Passivierung

Wann

In einem System können viele Komponenten aus Metall wie poliertes Edelstahl vorhanden sein (z.B. Pumpenkomponente, Kapillaren, Fittinge, Pulsdämpfer, Filter, etc.). Die Oberflächen dieser Komponente enthalten Eisenoxide, die sich langsam in der mobilen Phase auslösen oder anderweitig entfernen. Da diese Oxide elektrochemisch aktiv und detektierbar sein können und einen hohen Grundstrom und/oder Basisliniendrift erzeugen können, müssen diese Systemkomponente gründlich gereinigt (*passiviert*) werden, um die Leistung des Detektors zu optimieren und unerwünschte Oxidationen im System zu vermeiden.

Wenn Sie den Detektor in einem System mit Komponenten aus Metall (z.B. Stahl) einsetzen, passivieren Sie die Komponente und Geräte, bevor Sie sie mit dem Detektor verwenden. Beachten Sie hierzu die Spezifikationen zu den medienberührten Teilen von jedem Gerät, das im System angeschlossen wird.

Erforderliche Utensilien

- Eluenten-Mischung aus 50 % Isopropanol und 50 % Wasser
- Wasser in HPLC-Qualität
- 6N Salpetersäure
- 2 % Ethylendiamintetraacetat (EDTA)

Vorbereitungen



Vorsicht:

Bevor Sie ein Instrument passivieren, prüfen Sie, dass diese Maßnahme keine Systemkomponente beeinträchtigt.

Wenn Sie ein Gerät zur Lösungsmittelzuführung (z.B. eine Pumpe) oder eine andere Komponente in einem bestehenden System passivieren möchten, entfernen Sie die Trennsäule und alle elektrochemischen Zellen aus dem System, bevor Sie mit der Passivierung beginnen.

Gehen Sie wie folgt vor

1. Entfernen Sie alle elektrochemischen Zellen, In-Line-Filter und Trennsäulen fluidisch aus dem System.
2. Spülen Sie das Gerät oder System mit Lösungsmitteln in der folgenden Reihenfolge, wobei jeder Spülvorgang bei 1 mL/min 30 Minuten lang andauern sollte:
 - a) Eluenten-Mischung aus 50 % Isopropanol und 50 % Wasser
 - b) Wasser in HPLC-Qualität
 - c) 6N Salpetersäure



Warnung:

Um Verletzungen an Augen und Haut zu vermeiden, sollten Sie beim Umgang mit Salpetersäure stets geeignete Schutzkleidung und eine Schutzbrille tragen.

3. Spülen Sie das Gerät oder System mit Wasser in HPLC-Qualität bei 1,0 mL/min, bis der pH-Wert des Eluenten circa 5,0 ist.
4. Spülen Sie das Gerät oder System mit Lösungsmitteln in der folgenden Reihenfolge:
 - a) 2 % Ethylendiamintetraacetat (EDTA)
 - b) Wasser in HPLC-Qualität
5. Wenn das System organische Rückstände enthält, die nicht wasserlöslich sind, spülen Sie das System mit einem organischen Lösungsmittel wie Methanol, um die Rückstände zu entfernen. Spülen Sie danach das System mit Wasser in HPLC-Qualität. Wenn die für die Analyse verwendete mobile Phase nicht mit Wasser mischbar ist, verändern Sie schrittweise die Eluenten-Zusammensetzung, sodass der Eluent mit Wasser mischbar wird.
6. Spülen Sie das Gerät oder System mit Wasser in HPLC-Qualität bei 1,0 mL/min, bis der pH-Wert des Eluenten circa 5,0 ist.

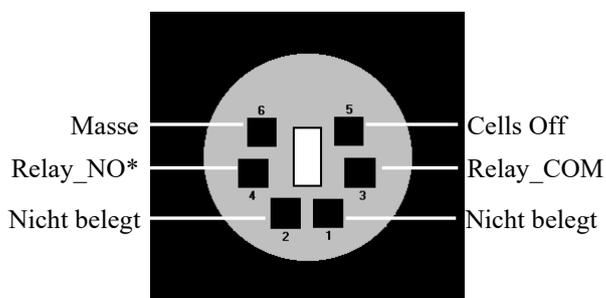


Hinweis:

Beachten Sie, dass Sie zur Passivierung kleiner Metallkomponenten, wie Schneidringen, Metall-Kapillaren und -Fittinge, eine Spritze verwenden können, um die Komponente wie oben beschrieben zu spülen.

10.2 Anschlussbelegung Digital I/O

Über die beiden Digital I/O-Buchsen stehen drei digitale Eingänge und drei Relaisausgänge zur Verfügung, die zur Übertragung von digitalen Signalen mit externen Geräten verwendet werden können.



* NO = Normally open (Arbeitskontakt)
COM = Common contact (gemeinsamer Kontakt)

Ist das Relais nicht aktiviert oder ist Detektor ausgeschaltet, besteht keine Verbindung zwischen COM und NO. Wenn der Relais aktiviert ist, wird eine Verbindung zwischen

Abb. 35: Mini-DIN Digital I/O-Anschluss

Verwenden Sie das entsprechende Mini-DIN-Kabel aus dem Zubehör des Detektors, um eine UltiMate 3000 Pumpe (außer LPG-3400XRS Pumpe*) am Digital I/O-Port auf der Rückseite des Detektors anzuschließen.

Informationen zu den Funktionen der Pins und zum Label der Kabeladern, finden Sie in der nachfolgenden Tabelle.

Pin	Signalname	Signalpegel	Bemerkung
1	Nicht belegt	---	---
2	Nicht belegt	---	---
3	Relay_COM	potentialfrei	Mittelkontakt (Digital I/O-Port 2)
4	Relay_NO	potentialfrei	Schließkontakt (Digital I/O-Port 2)
5	Cells Off	TTL	Digitaleingang (Digital I/O-Port 1)
6	GND	Masse	Bezugspotential (Digital I/O-Port 1)

Abb. 36: Anschlussbelegung (Buchse und Kabel)

i Hinweis: Der Eingang verfügt über einen Pullup-Widerstand.

11 Index

A	
Ablauf.....	42
Acquisition Delay (Verzögerung der Datenaufnahme).....	79, 81
Allow Research Potentials (DC-Modus).....	77
Analyse-Potential.....	72, 84
Anhang	
Digital I/O Anschlussbelegung	133
Passivierung	131
Anschluss	
Digital I/O	19, 27, 133
Flussweg	16
Netzkabel	26
USB.....	26
Äquilibrierung.....	59
Elektrochemische Zellen.....	59
System.....	59
Arbeits Elektroden.....	12, 43
Auflösung des Peaks	83
Aufstellen des Detektors.....	25
Auspacken.....	23
Außerbetriebnahme.....	98
Autozero	73
B	
Basislinien-Autozero	73
Basislinienoptimierung	85
Basislinienrauschen	83, 85
Batch.....	72
Bays	17
Bedienungsanleitung.....	1
Betrieb	65
Allgemeine Hinweise	60
Gerätedisplay	14
Hinweise zur Lösungsmittel-Zuführung	62
Hinweise zur mobilen Phase	60
Sicherheitsmaßnahmen	3
wichtige Einstellungen.....	72
Betriebsmodi.....	74
Betriebsmodus	
Gleichstrom (DC).....	75
Pulse-Modus	78
C	
CE-Kennzeichnung.....	8
Cell Properties (Dialogfenster).....	36
Chromeleon.....	20, 67
Cell Properties (Dialogfenster)	36
Cells Off.....	97
Detector (Registerkarte).....	33
Detektor installieren.....	30
Detektor konfigurieren.....	31
Erstinstallation	31
General (Registerkarte).....	32
Inputs (Registerkarte)	38
Installationsprogramm	28
Konfiguration ändern.....	31
Konfigurationsseiten.....	31
Lizenz	20, 67
Predictive Performance.....	96
Programm erstellen	71
Programm-Assistent	71
Server Configuration Program.....	28, 30
Server Monitor.....	28, 30
Signals (Registerkarte).....	37
Steuerung automatisch.....	70
Steuerung direkt.....	68
USB-Treiber	28
Verbinden	67
wichtige Einstellungen.....	72
Commands (Dialogfenster)	68
Control Panel.....	69
cTUVus-Zeichen	8
D	
Datenaufnahme.....	82
Datenaufnahmerate.....	73, 88
DC-Modus	75
Allow Research Potentials	77
Funktionsprinzip	75
Potential	75
DCMSLink	39
Detektor	
Display.....	14, 66
Drainage.....	42
Einschalten.....	65
Konfiguration.....	12
Überblick	9
Detektorkonfiguration (Chromeleon).....	31
Detektorleistung optimieren	83
Device View (Geräteansicht).....	71
Dialogfenster Commands	68
Digital I/O.....	16, 133
Anschlussbelegung	133
Installation	19, 27
Display	66
Drainage	42
E	
Einschalten	65
Elektrischer Anschluss	26
Elektrochemische Zellen	

