

Thermo Scientific Dionex UltiMate 3000-Serie

**Fluoreszenz-Detektoren
FLD-3100 und FLD-3400RS**

**Bedienungsanleitung
(Originalbedienungsanleitung)**



Version: 1.3

Datum: September 2013

© 2013 Thermo Fisher Scientific Inc.

Dok-Nr. 4820.7801



EG KONFORMITÄTSERKLÄRUNG

(Original-Konformitätserklärung)

Geräteart: Thermo Scientific Dionex UltiMate 3000 - Detektor

Typen: **FLD-3100** und **FLD-3400RS**

Die Dionex Softron GmbH bescheinigt hiermit, dass die oben beschriebenen Produkte den entsprechenden Anforderungen der folgenden Richtlinien entsprechen:

- Niederspannungsrichtlinie 2006/95/EG
- EMV Richtlinie 2004/108/EG

Zur Beurteilung der Erzeugnisse hinsichtlich der elektrischen Sicherheit wurde folgende Norm herangezogen:

- DIN EN 61010-1:2010
Sicherheitsbestimmungen für elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte Teil 1: Allgemeine Anforderungen

Zur Beurteilung der Erzeugnisse hinsichtlich der Elektromagnetischen Verträglichkeit (EMV) wurde folgende Norm herangezogen:

- DIN EN 61326:2006
Elektrische Betriebsmittel für Leittechnik und Laboreinsatz
EMV-Anforderungen

Diese Erklärung wird verantwortlich für den Hersteller

Dionex Softron GmbH
Part of Thermo Fisher Scientific Inc.
Dornierstraße 4
82110 Germering

abgegeben durch den Managing Director, Rüdiger Obst, und
den Vice President HPLC, Fraser McLeod.

Germering, den 02.09.2013

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	1
1.1	Über die Bedienungsanleitung	1
1.2	Sicherheit	3
1.2.1	Symbole am Gerät und in der Bedienungsanleitung	3
1.2.2	Sicherheitsmaßnahmen	4
1.3	Verwendungszweck des Gerätes	8
2	Überblick	11
2.1	Kurzbeschreibung	11
2.2	Funktionsprinzip	12
2.3	Gerätekonfiguration	15
2.4	Innenansicht	16
2.5	Gerätevorderseite	17
2.6	Geräterückseite	18
2.6.1	Netzschalter	18
2.6.2	Sicherungsschlitten	18
2.6.3	USB-Anschluss	19
2.6.4	Analogausgänge (Optional)	19
2.7	Fluidische Anschlüsse	19
2.8	Messzellen	20
2.9	Lampe	21
2.10	Leaksensor	21
2.11	Detektorsteuerung	22
2.12	Wellness, Predictive Performance und Diagnose	23
3	Installation	25
3.1	Anforderungen an den Standort	25
3.2	Auspacken	26
3.3	Position des Detektors im UltiMate 3000-System	27
3.4	Verbinden des Detektors	28
3.4.1	Allgemeine Informationen	28
3.4.2	Anschluss des USB-Kabels	28
3.4.3	Anschluss des Netzkabels	30
3.4.4	Anschluss der Analogausgänge (Optional)	30
3.5	Einrichten des Detektors in Chromeleon	33
3.5.1	Laden des USB-Treibers für den Detektor	33
3.5.2	Installieren des Detektors	35
3.5.3	Konfigurieren des Detektors	36
3.6	Einrichten des Detektors in DCMSLink	40
4	Vorbereitung für den Betrieb (Inbetriebnahme)	41
4.1	Übersicht	41
4.2	Hinweise zum Anschluss von Kapillaren	42

4.3	Anschließen der Systemdrainage	43
4.4	Einbau einer Messzelle	44
4.5	Äquilibrieren des Systems	47
4.6	Allgemeine Hinweise zum Detektorbetrieb	48
4.6.1	Mobile Phasen	48
4.6.2	Zuführung der Mobilten Phase	49
4.6.3	Messzellen	49
5	Betrieb und Wartung.....	51
5.1	Einschalten des Detektors	51
5.2	Displayanzeige	51
5.3	Menüs am Gerätedisplay	53
5.3.1	Detektor-Menüs	54
5.3.2	Aufbau der Menüs	55
5.3.3	Menü Main.....	57
5.3.4	Menü Configuration.....	58
5.3.5	Menü Diagnostics	59
5.3.6	Menü Service	59
5.4	Steuerung über Chromeleon.....	60
5.4.1	Verbinden mit Chromeleon	60
5.4.2	Direkte Steuerung	61
5.4.3	Automatische Steuerung.....	63
5.4.4	SmartStartup und SmartShutdown	67
5.5	Einstellungen für den Betrieb	68
5.5.1	Erkennen von Undichtigkeiten im Detektor (Leakerkennung).....	68
5.5.2	Anpassen von Helligkeit und Kontrast der Displayanzeige	68
5.6	Betriebsmodi des Detektors	69
5.6.1	Single-Channel Mode	69
5.6.2	Multi-Channel Mode (nur FLD-3400RS).....	69
5.6.3	Zero Order Mode	70
5.6.4	2D-Scans	70
5.6.5	3D-Scans (nur ab Chromeleon 7.1)	73
5.7	Optimieren der Detektorleistung.....	74
5.7.1	Optimale Anregungs- und Emissionswellenlänge bestimmen	75
5.7.2	Sensitivity (Detektorempfindlichkeit)	78
5.7.3	Filterrad-Einstellung (nur FLD-3400RS)	82
5.7.4	Response Time und Datenaufnahmerate (Data Collection Rate).....	83
5.7.5	Multi-Channel Performance	84
5.7.6	Messzellen-Temperatur	85
5.7.7	Lampen-Modus.....	85
5.7.8	Basislinienverhalten.....	86
5.8	Überwachung der Systemfunktionen.....	87
5.8.1	Wellenlängenkalibrierung und -verifizierung.....	87
5.8.2	Aufzeichnen der Messzellen-Temperatur.....	89
5.8.3	Aktive Überwachung von Verschleißteilen (Predictive Performance))	89
5.8.4	Operational Qualification und Performance Qualification.....	89

5.9	Außerbetriebnahme des Detektors.....	90
5.10	Wartung und Wartungsintervalle.....	92
6	Fehlersuche.....	93
6.1	Übersicht.....	93
6.2	Meldungen auf dem Gerätedisplay.....	94
6.3	Mögliche Störungen.....	98
7	Service.....	105
7.1	Allgemeine Hinweise und Sicherheitsmaßnahmen.....	105
7.2	Lampe.....	106
7.3	Messzelle.....	107
7.3.1	Spülen der Messzelle.....	107
7.3.2	Tauschen der Messzelle.....	108
7.4	Trocknen des Leaksensors.....	111
7.5	Wechseln der Sicherungen.....	112
7.6	Aktualisieren der Detektorfirmware.....	113
8	Technische Daten.....	115
9	Zubehör, Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien.....	117
9.1	Standardzubehör.....	117
9.2	Optionales Zubehör.....	118
9.3	Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien.....	119
10	Anhang: Gebräuchliche Mobile Phasen.....	121
11	Index.....	123

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™ Dionex™ Detektors benötigen. Dennoch sollten Sie, bevor Sie mit dem Detektor arbeiten, die gesamte Anleitung einmal gründlich durchlesen, um sich einen Überblick zu verschaffen.

Alle Beschreibungen innerhalb dieses Handbuchs beziehen sich auf folgende Varianten der Fluoreszenz-Detektoren der UltiMate™ 3000-Serie:

- FLD-3100
- FLD-3400RS

Für die Beschreibungen innerhalb dieses Handbuchs gelten die folgenden Konventionen:

- Für die Beschreibung wird der Ausdruck "der Detektor" oder "das Gerät" verwendet. Bezieht sich eine Beschreibung nur auf eine bestimmte Version, ist dies entsprechend gekennzeichnet.
- Wenn nicht anders angegeben, gelten alle Beschreibungen der Viper™-Kapillarverbindungen ebenso für nanoViper™- und gegebenenfalls andere Viper-Kapillarverbindungen.
- Die Geräteausstattung kann je nach Geräteversion variieren. Daher müssen nicht alle Beschreibungen auf das ausgelieferte Gerät zutreffen.
- Die optische Ausführung einzelner Bauteile kann gegebenenfalls von den Abbildungen im Handbuch abweichen. Dies hat jedoch keinen Einfluss auf die Beschreibungen.
- Die Beschreibungen in dieser Anleitung beziehen sich auf die Firmware-Version 1.41 und Chromeleon™-Version 6.80 Service Release 13. Wenn Sie den Detektor unter Chromeleon 7 betreiben möchten, beachten Sie die Hinweise auf Seite 22.

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

Analyst ist ein eingetragenes Warenzeichen von AB Sciex.

Compass und Hystar sind Warenzeichen von Bruker Daltonics.

Empower ist ein Warenzeichen von Waters Corp.

PEEK ist ein Warenzeichen von Victrex PLC.

LiChrosolv ist ein registriertes Warenzeichen von Merck KGAA.

Windows und Windows Vista sind eingetragene Warenzeichen von Microsoft Corp.

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

1.2 Sicherheit

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

1.2.1 Symbole am Gerät und in der Bedienungsanleitung

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

Symbol	Beschreibung
	Wechselstrom
	Stromversorgung eingeschaltet (–) bzw. ausgeschaltet (O)
	Heiße Oberfläche
	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 unter WEEE-Information im Ordner "Installation and Qualification Documents for Chromatography Instruments".

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.

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

 **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*

- **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.

- **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. Beachten Sie, dass sich fließende Lösungsmittel in Kapillaren selbsttätig aufladen können. 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.

- **Heiße Oberflächen**
 - ◆ Während des Betriebs werden die Lampen und die sie umgebenden Teile sehr heiß. Um Verletzungen auszuschließen, warten Sie nach dem Ausschalten des Gerätes, bis die Lampen abgekühlt sind. Beginnen Sie erst dann mit den Wartungsarbeiten.
 - ◆ Messzellen können während des Betriebs sehr heiß werden. Um Verletzungen auszuschließen, warten Sie bis die Messzelle abgekühlt ist, ehe Sie die Messzelle tauschen.
- Ziehen Sie den Netzstecker, ehe Sie Abdeckungen am Gerät entfernen. Einige Bauteile im Innern des Gerätes können Spannung führen. Das Gehäuse darf nur vom Thermo Fisher Scientific-Kundendienst 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.
- Wenn Sie den Detektor anheben oder bewegen möchten, greifen Sie seitlich unter den Boden oder heben Sie den Detektor an den Seiten an. Heben Sie den Detektor nicht am Frontdeckel 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 Peroxide bildende Lösungsmittel und Pufferlösungen nach Arbeitsende aus.
- Spülen Sie bei der Umstellung des Lösungsmittels 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 und beheben Sie die Ursache für die Undichtigkeit.
- Verwenden Sie nur handelsübliche Lösungsmittel in HPLC-Qualität bzw. Fluoreszenz-Qualität (für höchste Empfindlichkeit) und Puffer, die kompatibel mit den medienberührten Teilen des Detektors sind.

- Beachten Sie bei längeren Betriebsunterbrechungen (= mehrere Tage) und wenn Sie den Detektor zum Versand vorbereiten die Hinweise zur Außerbetriebnahme des Detektors (→ Seite 90).
- Setzen Sie den Detektor nur entsprechend der bestimmungsgemäßen Nutzung des Gerätes 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 für Laborforschungsaufgaben in der HPLC (High-Performance Liquid Chromatography) und UHPLC (Ultra-High Performance Liquid Chromatography) entwickelt. 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.

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™, Compass™/HyStar™ oder Analyst®. Dazu muss zusätzlich zum jeweiligen Datensystem die Software DCMS^{Link} (Thermo Scientific Dionex Chromatography Mass Spectrometry Link) installiert werden.
- Empower™. Dazu muss zusätzlich zum jeweiligen Datensystem die entsprechende Thermo Scientific Dionex Instrument Integration Software installiert werden.

Weitere Fragen beantwortet Ihnen gern die Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation für Dionex HPLC-Produkte.

Beachten Sie Folgendes:

- Der Detektor darf nur mit den von Thermo Fisher Scientific empfohlenen Zubehörteilen und Ersatzteilen (→ Seite 117) und innerhalb seiner technischen Spezifikationen (→ Seite 115) betrieben werden.
- Achten Sie auf spezifische Eigenschaften der Lösungsmittel, wie Viskosität, Siedepunkt und UV-Absorption. Beachten Sie auch die Hinweise zur Lösungsmittelkompatibilität der anderen Module Ihres UltiMate 3000-Systems. Entsprechende Informationen finden Sie in den Bedienungsanleitungen zu den einzelnen Modulen.
- Pufferkonzentrationen: Typischerweise bis zu 1 mol/L (< 0,1 mol/L Chlorid-Ionen).
- Beachten Sie auch die Hinweise zur Lösungsmittelkompatibilität und zu den Pufferkonzentrationen der anderen Module Ihres UltiMate 3000-Systems. Entsprechende Informationen finden Sie in den Bedienungsanleitungen zu den einzelnen Modulen.

Fragen zur bestimmungsgemäßen Nutzung des Gerätes beantworten wir Ihnen gern.



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.

2 Überblick

2.1 Kurzbeschreibung

Der Detektor ist ein hochwertiger Baustein modularer HPLC-Systeme und Teil des UltiMate 3000-Systems.

- Über eine Xenon-Blitzlampe wird ein Wellenlängenbereich von 200 bis 880 nm angeregt.
- Mit der einzigartigen Dual-PMT-Option sind Emissionswellenlängen im nahen infraroten Bereich (bis zu 900 nm) möglich, *ohne* dass der Detektor an Empfindlichkeit im UV/Vis-Bereich verliert.
- Datenaufnahmeraten im Single-Channel-Modus bis zu 100 Hz (FLD-3100) bzw. 200 Hz (FLD-3400RS unter Chromeleon 7) ermöglichen schnelle Trennungen in der UHPLC. Wellenlängenschaltungen werden in kürzester Zeit (< 250 ms) durchgeführt.
- Der Detektor bietet höchste Empfindlichkeit (Signal-/Rauschverhältnis höher als 550 für das Raman-Spektrum von Wasser, über die gesamte Lebenszeit der Lampe). Dadurch können auch kleinste Peaks erkannt werden.
- Die Messzellen verfügen über eine aktive Temperaturregelung, um eine verbesserte Reproduzierbarkeit bei schwankenden Umgebungstemperaturen zu gewährleisten.
- Der Detektor besitzt einen optischen Filter zur Unterdrückung des bei Gitterspektrometern auftretenden Lichtanteils höherer Ordnungen und von Streulicht. Beim FLD-3400RS kann der vom Filter unterdrückte Wellenlängenbereich vom Benutzer ausgewählt werden.
- Der FLD-3400RS kann gleichzeitig auf bis zu vier Kanälen mit unabhängigen Einstellungen (Wellenlängen, Sensitivity, Filterrad) 2D-Daten messen.
- Der Detektor kann über das Chromatographie-Management-System Chromeleon gesteuert werden. Damit 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 23).
- 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

Fluoreszenz-Detektoren gehören zu den optischen Detektoren. In einem Fluoreszenz-Detektor wird die Probe mit Licht einer definierten Wellenlänge bestrahlt (Anregung). Die damit angeregte Probensubstanz strahlt Licht mit einer größeren Wellenlänge ab (Emission). Der Fluoreszenz-Detektor erfasst das von fluoreszierenden Substanzen emittierte Licht. Dabei wird der Photomultiplier im 90°-Winkel zur Lichtquelle positioniert. Im Gegensatz zu UV/VIS-Detektoren wird also nicht die Differenz zwischen zwei Lichtintensitäten (Absorption) gemessen, sondern ein sehr schwaches Lichtsignal.



Abb. 1: Vereinfachte Darstellung der Absorption eines Moleküls

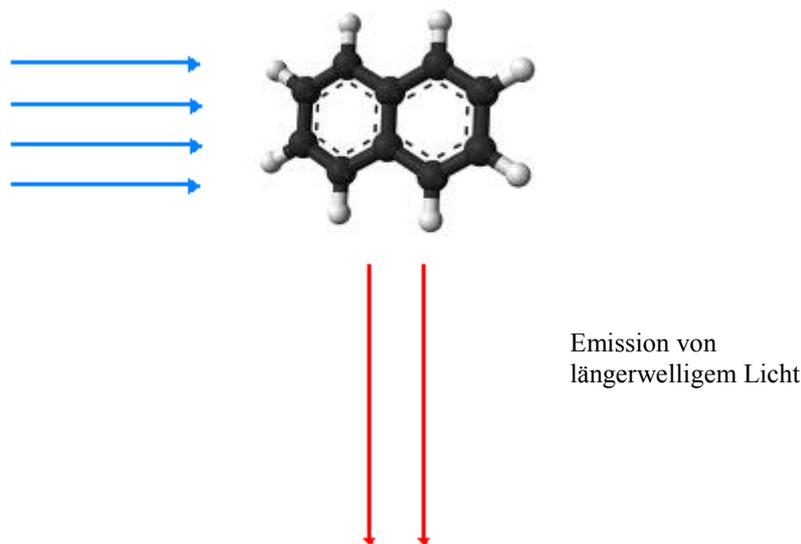


Abb. 2: Vereinfachte Darstellung der Lichtemission eines Moleküls (Fluoreszenz)

Beispiele für die Anwendung von Fluoreszenz im täglichen Leben sind Textmarker oder optische Aufheller in Waschmitteln ("Weißmacher"). Bei Textmarkern wandeln Tagesleuchtfarben (Neonfarben) durch Fluoreszenz den blauen und nahen, nicht sichtbaren UV-Bereich des Tageslichtes in Licht größerer Wellenlänge (typisch sind blaugrün, gelb und rot) um.

Wie in Abb. 3 (→ Seite 13) gezeigt, wird der Lichtstrahl der Xenonlampe (Nr. 1) über die Lampenoptik (Nr. 2) auf den Eingang des Anregungs-Monochromators (Nr. 3) gebündelt. Der Anregungs-Monochromator überträgt nur das Licht mit der ausgewählten Anregungs-Wellenlänge auf die Probe in der Messzelle (Nr. 4).

Der Großteil des Lichts durchdringt die Probe. Hinter der Messzelle misst ein Referenzdetektor (Nr. 5) die Intensität dieses Lichts. Durch die Bestrahlung wird die Probe zum Fluoreszieren angeregt.

Nach dem Austritt aus der Messzelle wird das Licht über die Emissionsoptik (Nr. 6) auf den Emissions-Monochromator (Nr. 8) gebündelt.

Vor dem Emissions-Monochromator befindet sich ein Filter, welcher nur Licht oberhalb einer bestimmten Wellenlänge passieren lässt. Beim FLD-3100 handelt es sich um einen Filter mit fester Grenzwellenlänge (280 nm). Im FLD-3400RS ist ein Filterrada (Nr. 7) eingebaut. Über einen Motor kann zwischen 5 Stellungen mit unterschiedlichen Grenzwellenlängen gewählt werden. Damit kann in vielen Anwendungen eine noch bessere Empfindlichkeit erreicht werden und zusätzlich erhöht sich die Flexibilität bei der Methodenentwicklung.

Der Emissions-Monochromator überträgt nur das Licht mit der ausgewählten Emissions-Wellenlänge auf eine Photovervielfacherröhre (PMT) (Nr. 9), wo die Messung des Lichts erfolgt. Optional misst eine zweite, rotsensitive Photovervielfacherröhre (Nr. 10) Licht im nahen Infrarotbereich (bis 900 nm).

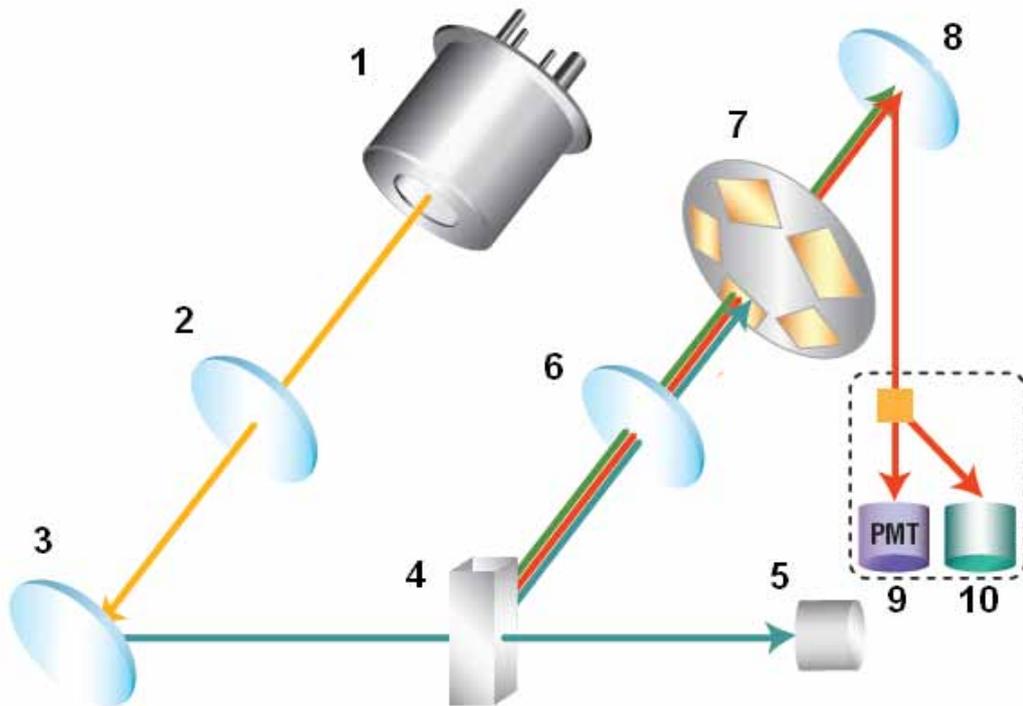


Abb. 3: Aufbau der Optik (schematisch)

Nr.	Komponente des optischen Systems	Beschreibung
1	Xenonlampe	Lichtquelle für die Wellenlängen vom UV-Bereich bis zum nahen Infrarot-Bereich.
2	Lampenoptik	Bündelt das Licht der Xenonlampe auf den Eingang des Anregungs-Monochromators.
3	Anregungs-Monochromator	Lässt nur das Licht mit der ausgewählten Anregungs-Wellenlänge durch.
4	Messzelle	Der Eluent mit den Analyten fließt durch die Messzelle. Das Anregungslicht gelangt durch die Messzelle zum Referenzdetektor, das Fluoreszenzlicht verlässt die Messzelle senkrecht dazu.
5	Referenzdetektor	Misst die Helligkeit des Anregungslichts durch die Messzelle.
6	Emissionsoptik	Bündelt den emittierten Lichtstrahl von der Messzelle auf den Emissions-Monochromator.
7	Filterrad	Trägt den optischen Filter zum Ausblenden von Licht unterhalb einer bestimmten Wellenlänge. Beim FLD-3400RS können fünf Filterstellungen mit unterschiedlicher Grenzwellenlänge eingestellt werden.
8	Emissions-Monochromator	Lässt nur das Licht mit der ausgewählten Emissions-Wellenlänge durch.
9	PMT	Photovervielfacherröhre (PMT) - Wandelt das emittierte Licht in messbaren Strom.
10	Zweiter PMT	(Optional) Rotsensitiver PMT zum Erfassen von Licht im nahen Infrarotbereich (bis 900 nm).

2.3 Gerätekonfiguration

Der Detektor ist in folgenden Konfigurationen verfügbar:

Detektor-Beschreibung	Best.-Nr.
FLD-3400RS Detektor für Messungen mit bis zu 200 Hz*. Es können bis zu <i>vier</i> Wellenlängen gleichzeitig gemessen werden.	5078.0020
FLD-3400RS Detektor mit Dual-PMT	5078.0025
FLD-3100 Detektor für Messungen mit bis zu 100 Hz. Es kann jedoch nur <i>eine</i> Wellenlänge gemessen werden.	5078.0010
FLD-3100 Detektor mit Dual-PMT	5078.0015

*Unter Steuerung ab Chromeleon 7.1

Dual-PMT

Die Varianten des FLD mit Dual-PMT haben einen zusätzlichen PMT für den nahen Infrarotbereich bis 900 nm (→ Nr. 10, Abb. 3, Seite 13). Je nach Einstellung wählt das Gerät den passenden PMT für die Messung aus, oder Sie können manuell festlegen, welcher PMT verwendet wird. Beim Emission Scan besteht die Möglichkeit, mit beiden PMTs gleichzeitig zu scannen.

Der zusätzliche PMT kann jederzeit bei einem Detektor mit nur einem PMT durch den Thermo Fisher Scientific-Kundendienst für Dionex HPLC Produkte nachgerüstet werden.

2.4 Innenansicht

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

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

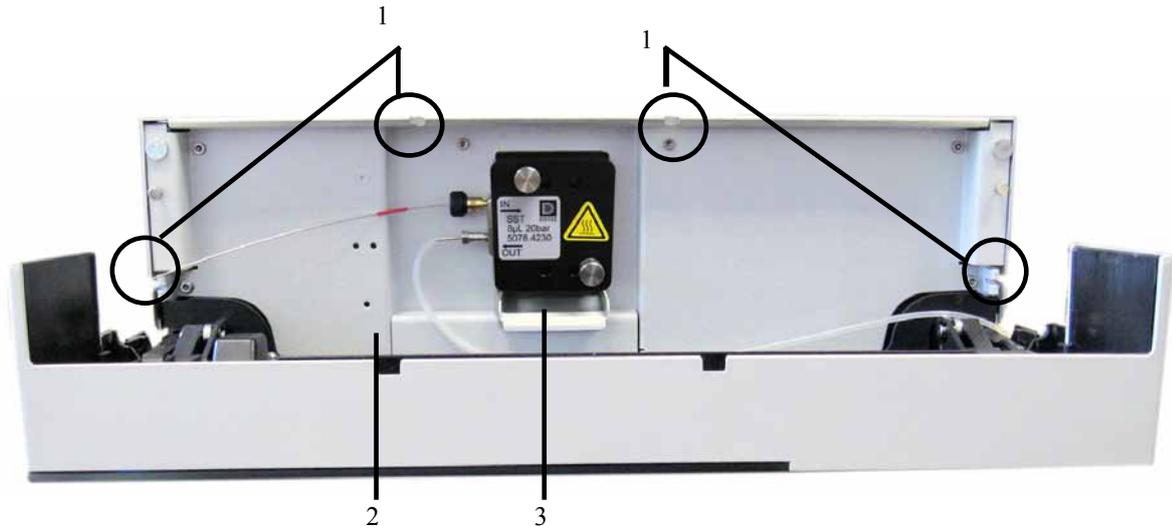


Abb. 4: Innenansicht

Nr.	Beschreibung
1	Kapillardurchlässe (→ Seite 19) Zwei weitere Kapillardurchlässe sind unten im Gehäuseboden vorhanden.
2	Leaksensor (→ Seite 21)
3	Messzelle Bei Auslieferung ist <i>keine</i> Messzelle installiert. Installieren Sie eine Messzelle, bevor Sie mit dem Detektor zu arbeiten beginnen.

2.5 Gerätevorderseite



Abb. 5: Gerätevorderseite

Nr.	Bedienelement	Funktion
1	Display	Zeigt verschiedene Informationen zum Detektor an: - allgemeine Informationen beim Einschalten des Detektors (→ Seite 51) - Statusanzeige, je nach Betriebsmodus (→Seite 51) - Menüs, die über die Menütaste aufgerufen werden können (→ Seite 53) - Verschiedene Meldungen (→ Seite 93)
2	Standby-Taste	schaltet den Detektor in den Standby-Modus (die LED leuchtet). Erneutes Drücken des Standby-Schalters hebt den Standby-Modus auf (die LED leuchtet nicht). Hinweis: Damit der Detektor den Modus ändert, muss der Standby-Schalter ca.1 Sekunde lang gedrückt werden.
3	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. ein Versagen der Lampe. Auf dem Display erscheint die entsprechende Meldung (→ Seite 93). Die LED leuchtet orange, z.B. während des Boot-Vorgangs. Ansonsten leuchtet die LED grün.

2.6 Geräterückseite

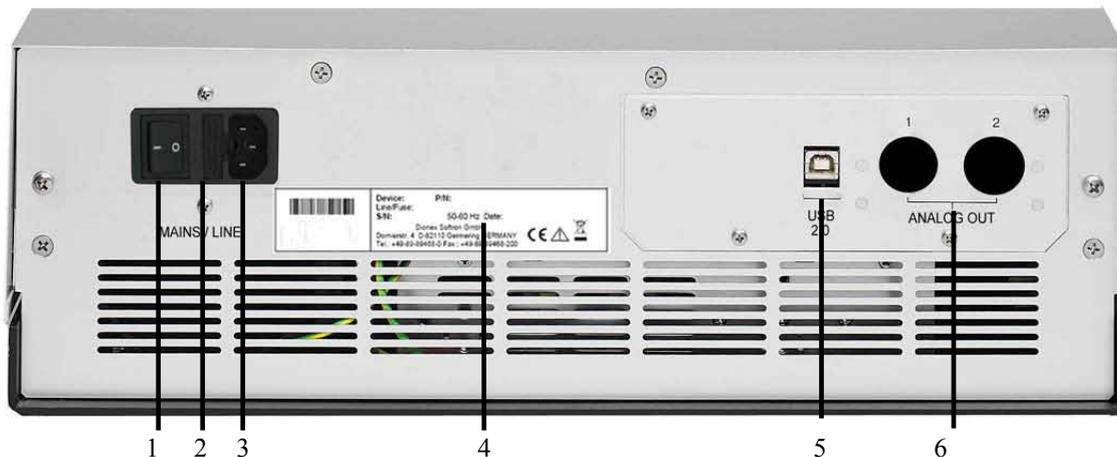


Abb. 6: Geräterückseite

Nr.	Beschreibung
1	Netzschalter (→ Seite 18)
2	Sicherungsschlitten (→ Seite 18)
3	Netzanschluss (→ Seite 30)
4	Typenschild
5	USB 2.0-Schnittstelle (Universal Serial Bus) für den Anschluss an den Chromeleon-Rechner (→ Seite 19)
6	Analogausgänge (optional, → Seite 30)

2.6.1 Netzschalter

Der Netzschalter befindet sich auf der Geräterückseite. Schalten Sie den Detektor über diesen Schalter ein. Im Normalbetrieb brauchen Sie den Detektor nicht über den Netzschalter auszuschalten. Verwenden Sie stattdessen die Standby-Taste auf der Gerätevorderseite (→ Seite 17). Drücken Sie die Taste ca. 1 Sekunde lang, damit der Detektor den Modus ändert. Schalten Sie den Detektor jedoch 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 90.

2.6.2 Sicherungsschlitten

Im Sicherungsschlitten befinden sich zwei Sicherungen (2A, träge, 5 x 20 mm). Informationen zum Sicherungswechsel finden Sie auf Seite 112.

2.6.3 USB-Anschluss

Der Detektor kann über eine USB-Verbindung (USB = Universal Serial Bus) mit dem Chromatographie-Management-System Chromeleon gesteuert werden. Die Datenübertragung erfolgt dabei digital über das entsprechende USB-Anschlusskabel (→ Seite 28). Voraussetzung am PC ist eine USB-Schnittstelle. Verwenden Sie zum Anschluss nur die mitgelieferten Anschlusskabel. Nur so wird eine einwandfreie Funktion der Verbindung gewährleistet.

Informationen zum Anschluss des Detektors an den Chromeleon-Rechner finden Sie in den Kapiteln 3.4.1 und 3.4.2 (→ Seite 28).

2.6.4 Analogausgänge (Optional)

Über den optional erhältlichen DAC-Einschub (Best.-Nr. 6078.0305) stehen zwei Analogausgänge mit einer Auflösung von jeweils 20 Bit zur Verfügung, über die zusätzliche Auswertegeräte an den Detektor angeschlossen werden können. Die analogen Ausgangsspannungen werden mit der in Chromeleon gewählten Datenrate (Data Collection Rate) aktualisiert, maximal jedoch mit 50 Hz. Informationen zur Installation des DAC-Einschubs finden Sie auf Seite 30. Informationen zur Konfiguration der Analogausgänge finden Sie auf Seite 32.

2.7 Fluidische Anschlüsse

Die fluidischen Anschlüsse im Detektor sind leicht zugänglich. Klappen Sie dazu den Frontdeckel nach unten auf. Vorn im Detektorgehäuse gibt es sechs Öffnungen für die Kapillaren: jeweils zwei Öffnungen oben und unten im Gehäuse sowie jeweils eine Öffnung auf der linken bzw. rechten Seite (→ Abb. 4, Seite 16).

Führungen an den beiden Öffnungen unten im Gehäuse 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.

 Hinweis: Das Volumen zwischen Säulenausgang und Messzelleneingang sollte möglichst klein sein, um Bandenverbreiterung und damit einhergehenden Verlust chromatographischer Trennleistung zu minimieren. Verwenden Sie am besten Viper-Kapillaren um unerwünschte Totvolumina auszuschließen.

2.8 Messzellen

Der Detektor wird ohne Messzelle ausgeliefert. Die folgenden Messzellen sind für den Detektor erhältlich:

Messzellentyp	Messzellenmaterial	Messzellenvolumen	Volumen Wärmetauscher und Einlasskapillare	Best.-Nr.
Analytisch, druckfest bis 20 bar	Quarzglas, Edelstahl, PTFE	8 µL, Ø Einlasskapillare 0,18 mm	6,3 µL	6078.4230
Mikro, druckfest bis 40 bar	Quarzglas, Edelstahl, PTFE	2 µL, Ø Einlasskapillare 0,13 mm	3,3 µL	6078.4330

Die medienberührten Teile der Messzelle bestehen aus Quarzglas (Fused Silica), Edelstahl und PTFE (Polytetrafluorethylen).

Alle Messzellen sind für schnelle Trennungen ohne Verlust der chromatographischen Auflösung optimiert. Die Messzellen sind werkseitig mit einem Chip versehen, auf dem verschiedene Informationen zur eindeutigen Identifizierung der Messzelle gespeichert werden, beispielsweise der Messzellentyp und die Seriennummer. Beim Einbau einer Messzelle wird der Chip über einen Kontakt mit der Detektorelektronik verbunden.

Die Messzellen verfügen über eine aktive Temperaturregelung. Messzelle und Wärmetauscher können auf eine benutzerdefinierte Temperatur erwärmt werden (→ Seite 85). Der Wärmetauscher passt die Temperatur der mobilen Phase an die Temperatur der Messzelle an, ehe die mobile Phase in den optischen Messbereich eintritt. Das in der Tabelle angegebene Volumen von Wärmetauscher und Einlasskapillare beeinflusst die Retentionszeiten sowie Peakbreiten.

Die Mikro-Messzelle ist optimiert für eine gute Auflösung in der UHPLC und wird speziell für Säulen mit 2.1 mm ID empfohlen. Die analytische Messzelle liefert mit den meisten anderen Säulen die größere Empfindlichkeit und ein besseres Signal-Rauschverhältnis.

Beachten Sie auch die allgemeinen Hinweise zum Umgang mit Messzellen (→ Seite 49).

2.9 Lampe

Als Lichtquelle dient eine Xenon Blitzlampe mit einer maximalen Leistung von 15W. Die Lampe wird (je nach gewähltem Lampen-Modus) mit unterschiedlicher Blitzrate betrieben.

Die Lebensdauer der Lampe wird verlängert, indem sie zu Beginn der Datenaufnahme automatisch eingeschaltet und nach Beenden der Datenaufnahme wieder ausgeschaltet wird. Es ist nicht unbedingt erforderlich, die Lampe während der gesamten chromatographischen Trennung eingeschaltet zu lassen. In der Reäquilibrierzeit der Chromatographiesäule eluieren zum Beispiel in der Regel keine zu charakterisierenden Peaks. Sollte Sie die Basislinie in diesem Abschnitt der Trennung nicht interessieren, können Sie ohne Weiteres die Lampe durch Beendigung der Datenaufzeichnung ausschalten oder den Lampenmodus auf eine geringere Blitzfrequenz einstellen. Die eingesparte Zeit bzw die eingesparte Anzahl Blitze steht Ihnen direkt als verlängerte Lampenlebensdauer zur Verfügung. Weiterhin können Sie die Lebensdauer der Lampe durch Auswahl des Lampen-Modus verlängern (→ Seite 85).

Die Lampe darf nur vom Thermo Fisher Scientific-Kundendienst für Dionex HPLC Produkte ausgetauscht werden.

2.10 Leaksensor

Der Detektor verfügt über einen Leaksensor (→ Abb. 4, Seite 16), über den Undichtigkeiten im Detektor erkannt werden. Wenn sich Flüssigkeit in der Auffangwanne unter den fluidischen Verbindungen sammelt, spricht der Leaksensor an und die LED **Status** auf der Gerätevorderseite leuchtet rot. Es erscheint außerdem eine Meldung auf dem Gerätedisplay und im Chromeleon Audit Trail, und es ertönt ein akustisches Signal. Einstellungen zum Leaksensor siehe Seite 68.

Wenn der Leaksensor angesprochen hat, beseitigen Sie die Undichtigkeit und trocknen Sie den Leaksensor (→ Seite 111). Die LED **Status** bleibt rot, bis der Sensor trocken ist. Wählen Sie **Clear** auf der Navigationsleiste, um die Meldung auf dem Gerätedisplay zu löschen.

2.11 Detektorsteuerung

Der Detektor kann über das Chromatographie-Management-System Chromeleon gesteuert werden. Voraussetzung für den Betrieb des Detektors mit Chromeleon ist eine geeignete Chromeleon-Version und die entsprechende Lizenz.

i Hinweis: Alle Software-Beschreibungen in dieser Bedienungsanleitung beziehen sich, wenn nicht anders angegeben, auf *Chromeleon 6.80*.

Wenn Sie den Detektor 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 zur einzelnen Geräte finden Sie in der Hilfe zum *Chromeleon 7 Instrument Configuration Manager*.

Beachten Sie auch, dass

- *Chromeleon 7* eine andere Terminologie verwendet als *Chromeleon 6.80*. Informationen hierzu finden Sie im Glossar (enthalten im Ordner 'Documents' der *Chromeleon 7-Installation*).
- in *Chromeleon 7* gegebenenfalls noch nicht alle Funktionen von *Chromeleon 6.80* unterstützt werden.

Der Detektor 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 61.
- **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 63.

2.12 Wellness, Predictive Performance und Diagnose

Wellness überwacht das "Wohlbefinden" des Detektors. 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 mechanischen Operationen
- Automatischer Selbsttest beim Einschalten
- Überwachung der Lampenbetriebsdauer (→ Seite 106)
- Identifizierung und Dokumentation des Messzellentyps (→ Seite 59)
- Leaksensor (→ Seite 21)
- Allgemeine Informationen zu Diagnosezwecken (→ Seite 59).

Wird ein Fehler gefunden, leuchtet die LED **Status** auf der Gerätevorderseite rot und eine Meldung blinkt auf dem Gerätedisplay (→ Seite 94).

In Chromeleon stehen zusätzlich Funktionen zur aktiven Überwachung von Verschleißteilen (= Predictive Performance; → Seite 89) zur Verfügung, mit denen das UltiMate 3000-System und verschiedene seiner Komponenten auf ihre Funktionsfähigkeit überprüft werden können.

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 115) unter Leistungsaufnahme 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 ist.

3.2 Auspacken

Alle Detektoren werden vor dem Versand sowohl elektrisch als auch mechanisch 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. Stellen Sie den Karton auf den Boden, und entnehmen Sie den Sortimentskasten mit dem Zubehör sowie das Netzkabel.
2. 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 das Gerät an der Geräteunterseite und heben es zusammen mit den Verpackungsteilen aus dem Karton. Heben Sie das Gerät nicht an den Verpackungsteilen und nicht am Frontdeckel an.

3. Entfernen Sie die Verpackungsteile und die Kunststoff-Folie.
4. 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.

3.3 Position des Detektors im UltiMate 3000-System

Wenn der Detektor Teil eines UltiMate 3000-Systems für Anwendungen z.B. in der analytischen HPLC ist, empfiehlt Thermo Fisher Scientific, die Komponenten des Systems übereinander anzuordnen. Der individuelle Systemaufbau hängt von der jeweiligen Applikation ab.

- In einem Standardsystem mit nur einem Detektor, in dem alle Geräte übereinander angeordnet werden, ist der Fluoreszenz-Detektor immer das *unterste* Gerät.
- In einem System, in dem außer dem Fluoreszenz-Detektor zusätzlich ein UV-Detektor installiert ist, können die Module wie in Abb. 7 gezeigt aufgebaut werden.

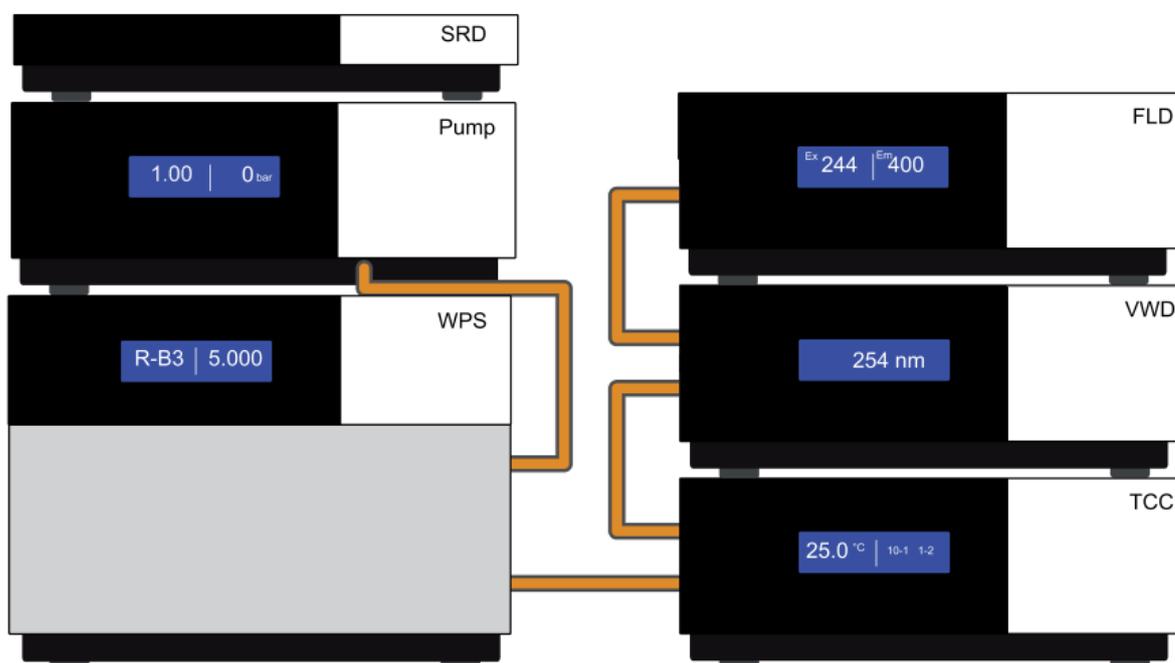


Abb. 7: Beispiel für die Aufstellung eines UltiMate 3000 RS-Systems mit zwei Detektoren

Links von oben nach unten: Solvent Rack SR-3000, Pumpe LPG-3400RS, Autosampler WPS-3000TRS

Rechts von oben nach unten: Fluoreszenz-Detektor FLD-3400RS, UV-Detektor (VWD-3400RS oder DAD-300RS), Säulenthermostat TCC-3000RS

i Hinweis: Da die Messzelle des Fluoreszenz-Detektors für einen maximalen Gegendruck von 20 bar (analytisch) bzw. 40 bar (Mikro) ausgelegt ist, muss der Fluoreszenz-Detektor immer das letzte Gerät im fluidischen System sein.

In Kapitel 3.4.2 finden Sie Informationen darüber, wie die USB-Anschlüsse der Geräte auf der Rückseite miteinander verbunden werden können.

3.4 Verbinden des Detektors

3.4.1 Allgemeine Informationen

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. Das Windows®-Betriebssystem kann den Detektor erkennen, wenn dieser eingeschaltet wird.

3.4.2 Anschluss des USB-Kabels

Verbinden Sie den Detektor über den USB-Anschluss auf der Geräterückseite mit dem Chromeleon-Rechner. Wählen Sie eine der folgenden Alternativen:

- Verbinden Sie den Detektor direkt mit dem USB-Anschluss des Rechners.
- Verbinden Sie den Detektor mit dem internen USB-Hub der Pumpe. Thermo Fisher Scientific empfiehlt, alle Module mit der Pumpe zu verbinden und nur eine Verbindung von der Pumpe zum Rechner zu führen (→ Abb. 8, Seite 29). Ist im System außer dem Fluoreszenz-Detektor zusätzlich ein UV-Detektor installiert, so wird empfohlen, den UV-Detektor direkt mit dem Chromeleon-Rechner zu verbinden.

 **Hinweis:** Die Länge der USB-Verbindung zum Rechner oder nächsten USB-Hub darf 5 m nicht überschreiten.

Für den Anschluss steht folgendes Kabel zur Verfügung (im Zubehör des Detektors enthalten):

USB-Kabel	Best.-Nr.
USB-Kabel, Typ A auf Typ B, High-Speed USB 2.0 (Kabellänge: 5 m)	6911.0002

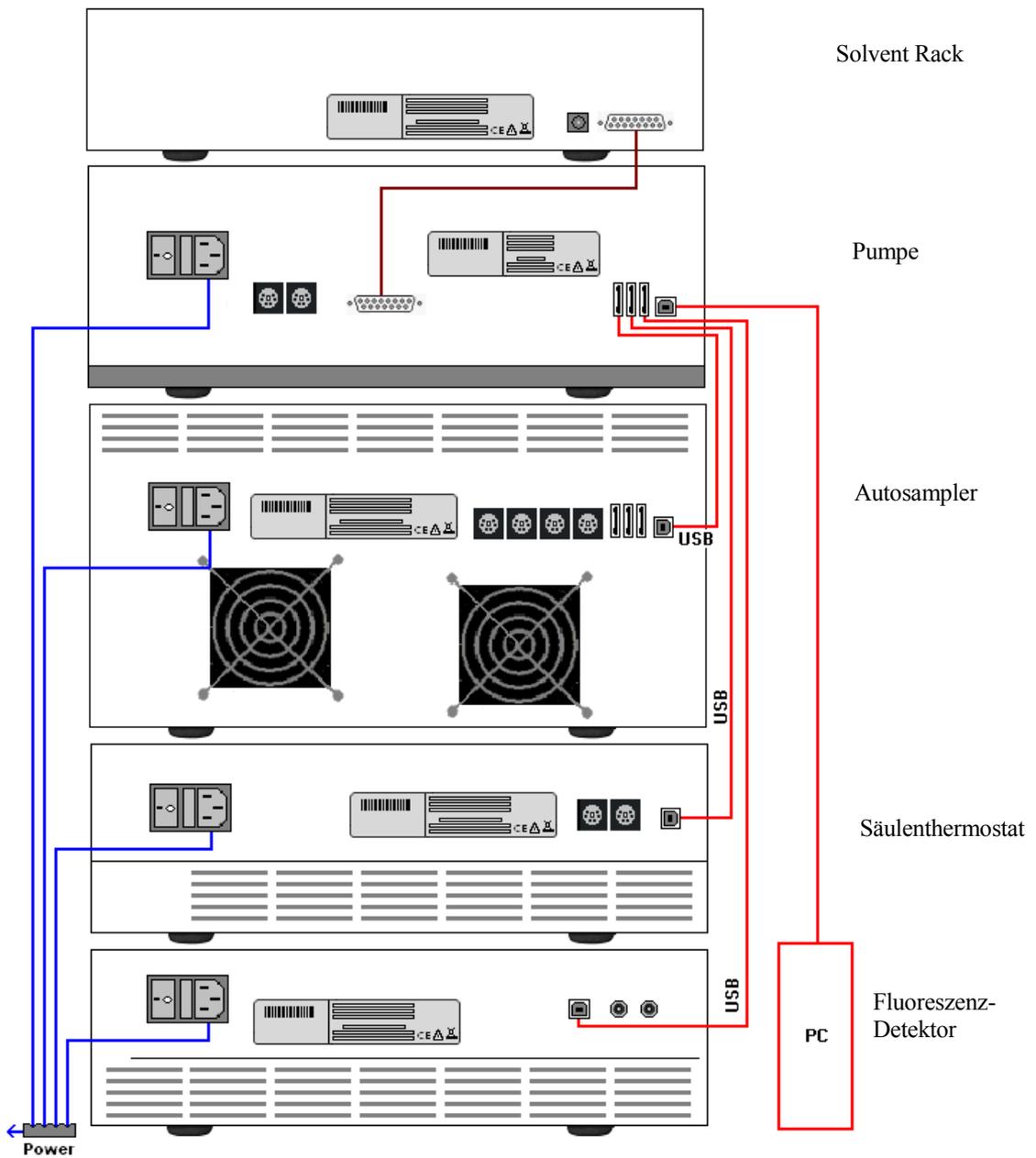


Abb. 8: Beispiel für die Verbindung der Module auf der Rückseite eines UltiMate 3000-Systems

3.4.3 Anschluss des Netzkabels

Verbinden Sie die Netzbuchse auf der Geräterückseite 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.

3.4.4 Anschluss der Analogausgänge (Optional)

3.4.4.1 Installieren des DAC-Einschubs

1. Schalten Sie den Detektor aus und ziehen Sie den Netzstecker.
2. Ergreifen Sie geeignete Schutzmaßnahmen (Erdungsschutz), um elektrostatische Entladungen zu vermeiden, durch die elektronische Bauteile zerstört werden können.
3. Lösen Sie die 4 in Abb. 9 markierten Schrauben auf der Detektorrückwand und nehmen Sie die Blende ab.

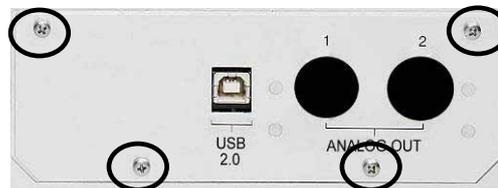


Abb. 9: Zu lösende Schrauben auf der Detektorrückwand

4. Schieben Sie den DAC-Einschub mit der linken Führungsschiene auf die Kante neben dem USB-Anschluss.

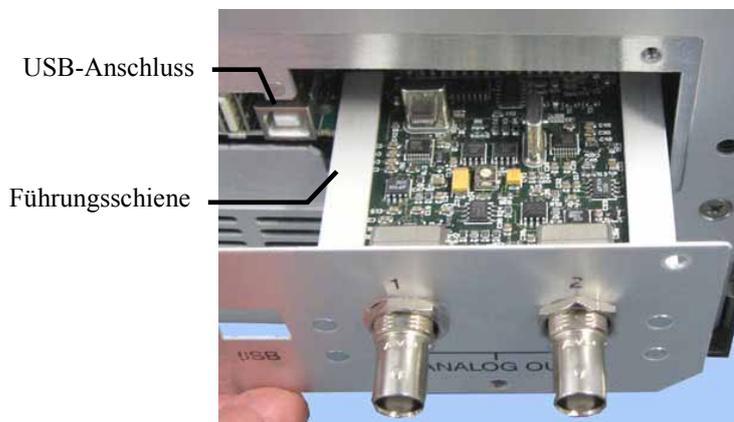


Abb. 10: Einsetzen des DAC-Einschubs

5. Schieben Sie den DAC-Einschub bis zur Detektorrückwand in das Gehäuse hinein. Üben Sie mit dem Finger einen leichten Druck zwischen den beiden Analog Out-Anschlüssen aus und schieben Sie den Einschub weiter in das Gehäuse hinein, bis er einrastet.
6. Schrauben Sie den Einschub mit den 4 Schrauben entsprechend Abb. 9 an der Detektorrückwand fest.
7. Verbinden Sie die Analogausgänge mit einem Auswertegerät (→ Seite 31).

i **Hinweis:** Durch die Installation des DAC-Einschubs wird keine zusätzliche Validierung wie Operational oder Performance Qualification erforderlich.

3.4.4.2 Verbinden eines Analogausgangs mit einem Auswertegerät

1. Das Anschlusskabel (Best.-Nr. 6074.0002) wird zusammen mit dem DAC-Einschub ausgeliefert. Stecken Sie das Kabel in einen Analogausgang auf der Detektorrückseite.
2. Verbinden Sie das andere Ende des Kabels mit dem analogen Eingang des Auswertegeräts.
3. Legen Sie die erforderlichen Einstellungen in Chromeleon fest (→ Kapitel 3.4.4.3).

3.4.4.3 Konfigurieren der Analogausgänge

Nehmen Sie die erforderlichen Einstellungen für die Analogausgänge in Chromeleon vor.

1. Vergewissern Sie sich, dass in den Eigenschaften des Detektors im Programm **Server Configuration** auf der Seite **Detector** das Kontrollkästchen **DAC Board** aktiviert ist (→ Seite 38). Nur wenn das Kontrollkästchen ausgewählt ist, stehen die Analogausgänge in Chromeleon zur Verfügung.
2. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
3. Nehmen Sie die erforderlichen Einstellungen vor.

Einstellung	Beschreibung
Analog1_Channel Analog2_Channel	Legt fest, welches Signal am Analogausgang zur Verfügung stehen soll.
Analog1_Offset Analog2_Offset	Verschiebt bei der Aufnahme des Signals den Nullpunkt. Der eingegebene Wert ist ein Prozentsatz des Vollausschlags. Damit kann das Auswertegerät das Signal aufnehmen, wenn es negativ wird. Auch bei sehr kleinen positiven Signalen sollte ein Offset von z. B. 5 % eingestellt werden, da die minimale Ausgangsspannung des Analogausgangs nicht exakt 0 V sein kann.
Analog1_Range Analog2_Range	Legt den Wertebereich und damit die Auflösung des Signals fest. Der zu verwendende Bereich hängt dabei von den für die Anwendung erwarteten Werten und dem angeschlossenen Auswertegerät ab.
Analog1_Voltage Analog2_Voltage	Legt den maximalen Spannungswert des Ausgangssignals fest (1 oder 10). Der zu verwendende Wert hängt dabei von der Eingangsspannung des angeschlossenen Auswertegeräts ab.

3.5 Einrichten des Detektors in Chromeleon

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

3.5.1 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 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. *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 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**.

3.5.2 Installieren des Detektors

Nachdem die USB-Software für den Detektor installiert ist (→ Seite 33), können Sie den Detektor in Chromeleon installieren und konfigurieren:

1. Starten Sie, falls erforderlich, den Chromeleon **Server Monitor** und den Chromeleon-Server (→ Seite 33).
2. Starten Sie das Installationsprogramm **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 Servernamen, 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 **FLD-3x00(RS) 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 im Kapitel 3.5.3.1 beschrieben.
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.

3.5.3 Konfigurieren des Detektors

3.5.3.1 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 39).

i Hinweis: Änderungen, die Sie im Dialogfenster **Commands**, 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**.

Registerkarte General

Zeigt die allgemeinen Geräteparameter:

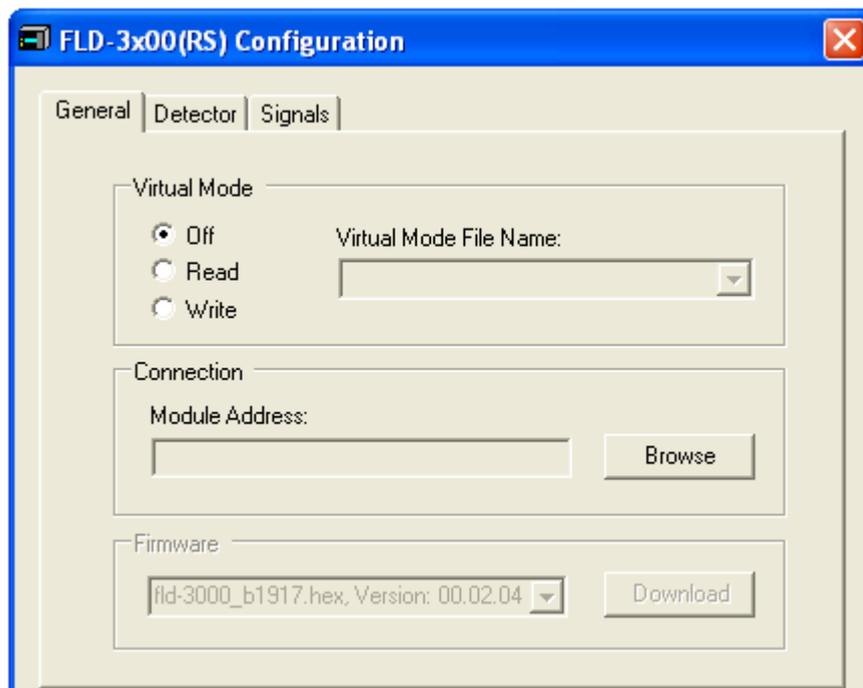


Abb. 11: Registerkarte General

- **Virtual Mode**
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.
Im virtuellen Modus simuliert Chromeleon die Steuerung des Detektors und die Datenaufnahme.

- ◆ 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 der wählen Sie gegebenenfalls einen Namen aus der Liste aus.
-  **Hinweis:** Die Dateigröße von FLD-Demodateien ist für Chromeleon 6.80 auf 35 MB begrenzt. Dies entspricht etwa 9 Minuten Laufzeit bei einer Datenaufnahmerate von 100 Hz. Wenn Sie längere Demodateien aufnehmen möchten, wählen Sie entsprechend eine geringere Datenaufnahmerate.
- **Module Address**
Wählen Sie die Moduladresse des Detektors aus. Klicken Sie dazu auf die Schaltfläche **Browse** und wählen Sie im Dialogfenster **Device List** den gewünschten Detektor per Doppelklick 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. Bestätigen Sie die entsprechende Meldung mit OK.
 - **Download**
Über diese Schaltfläche kann eine Firmware-Version von Chromeleon auf den Detektor heruntergeladen werden. (Die Schaltfläche ist ausgeblendet, wenn der virtuelle Modus aktiviert ist.)

Die aktuelle Firmware-Version ist bei Auslieferung des Detektors installiert. Sollte dennoch eine Aktualisierung der Firmware erforderlich sein, folgen Sie der Beschreibung im Kapitel 7.6 (→ Seite 113).

Registerkarte Detector

Zeigt die Detektorkonfiguration:

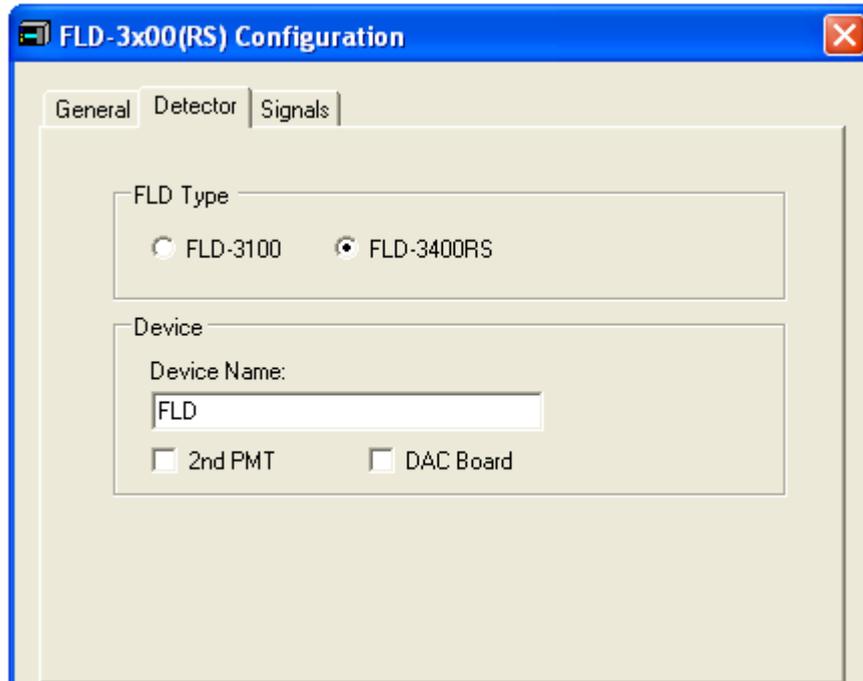


Abb. 12: Registerkarte Detector

- **FLD Type**
Legt den Detektortyp fest. Stellen Sie sicher, dass die hier ausgewählte Option dem tatsächlich installierten Detektortyp entspricht.
- **Device Name**
Zeigt den Namen an, unter dem der Detektor in der Installationsumgebung und im Chromeleon Client geführt wird. 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.
- **2nd PMT**
Dieses Kästchen muss ausgewählt werden, wenn der rotsensitive PMT zum Messen von Wellenlängen bis zu 900 nm installiert ist ("Dual-PMT").
- **DAC Board**
Dieses Kästchen muss ausgewählt werden, wenn optionale Analogausgänge installiert wurden (→ Seite 30).

Registerkarte Signals

Die Registerkarte **Signals** zeigt alle Signalkanäle, die über den Detektor aufgezeichnet werden können. Für jeden Kanal ist ein Name festgelegt. Damit auf einem Kanal Rohdaten aufgenommen werden können, muss das entsprechende Kontrollkästchen **Enabled** aktiviert sein. Ist das Kontrollkästchen nicht ausgewählt, kann der Detektor auf diesem Kanal keine Rohdaten aufnehmen. Wenn Sie einen Kanalnamen ändern möchten, können Sie ihn direkt in der entsprechenden Zeile überschreiben.

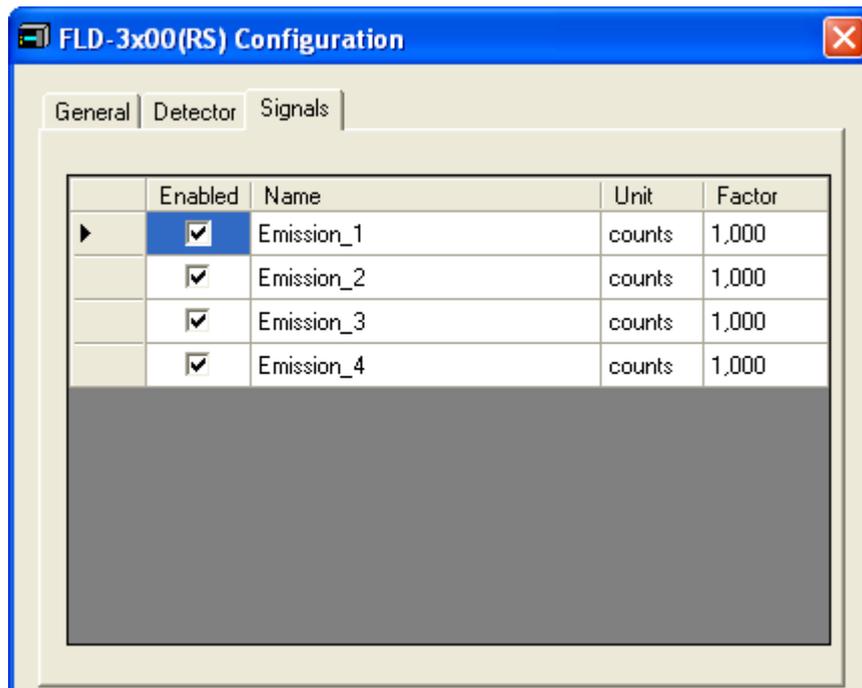


Abb. 13: Registerkarte Signals (hier: FLD-3400RS)

3.5.3.2 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 35).
2. Markieren Sie in der Zeitbasis **FLD-3x00(RS) 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 im Kapitel 3.5.3.1 beschrieben (→ Seite 36).
4. Speichern Sie die geänderte Konfiguration mit **Save** im Menü **File** und schließen Sie das Serverkonfigurationsprogramm.

3.6 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. Die Vorgehensweise entspricht den Schritten in Kapitel 3.5.2 (→ Seite 35).
4. Konfigurieren Sie den Detektor. Die Vorgehensweise entspricht der Beschreibung in Kapitel 3.5.3 (→ Seite 36).

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 Übersicht

Nachdem Sie den Detektor wie in den Kapiteln 3.1 bis 3.5 beschrieben ausgepackt, aufgestellt und angeschlossen haben (→ Seite 25 und folgende), bereiten Sie den Detektor für den Betrieb vor:

1. Im Detektor ist bei der Auslieferung keine Messzelle installiert. Installieren Sie eine Messzelle (→ Seite 108) und verbinden Sie den Messzelleneingang mit der Trennsäule. Schließen Sie eine Waste-Kapillare an den Messzellenausgang an.
2. Schließen Sie die Systemdrainage an (→ Seite 43).
3. Installieren Sie den Detektor in Chromeleon (→ Seite 33).
4. Überprüfen und ändern Sie gegebenenfalls die Einstellung für die Leakerkennung (→ Seite 68).
5. Passen Sie, falls erforderlich, die Helligkeit und den Kontrast der Displayanzeige an Ihre Anforderungen an (→ Seite 68).
6. *Wenn Sie zusätzliche Auswertegeräte an den Detektor anschließen möchten* Installieren Sie den DAC-Einschub und konfigurieren Sie die Analogausgänge (→ Seite 30).
7. Ehe Sie mit der Probenanalyse beginnen, sollten Sie das gesamte System äquilibrieren (→ Seite 47).

4.2 Hinweise zum Anschluss von Kapillaren

Beachten Sie beim Anschluss der Kapillaren die folgenden Hinweise:

- Beachten Sie die Sicherheitshinweise zu Kapillaren und Kapillarverbindungen im Kapitel 1.2.2 (→ Seite 4).
- UltiMate 3000-Systeme mit Edelstahl-Fluidik werden mit Viper-Kapillarkits ausgeliefert. Diese enthalten jeweils auch eine Viper-Kapillare für die Verbindung zwischen Trennsäule und Detektor, wenn das System nur einen Detektor enthält. Bei UltiMate 3000 RSLC-Systemen können Sie alternativ den Nachsäulenwärmetauscher (Post Column Cooler) für den Anschluss an den FLD verwenden. Dies wird empfohlen, wenn die Säule bei Temperaturen über 60°C betrieben wird, da hohe Temperaturen die Intensität des Fluoreszenzsignals reduzieren können.
- Wenn Sie mehr als einen Detektor in einem System verwenden, zum Beispiel einen UV-Detektor und einen FLD, finden Sie im Zubehör der Messzelle eine weitere Viper-Kapillare.
- Verwenden Sie nach Möglichkeit eine Viper-Kapillare zwischen Säule und Detektor. In seltenen Fällen kann es vorkommen, dass dies für Säulen anderer Hersteller nicht möglich ist. Achten Sie in diesem Fall darauf, dass der Innendurchmesser der ersatzweise verwendeten Kapillare dem der mitgelieferten Kapillare entspricht.
- Abhängig von der verwendeten Fittingverbindung, beachten Sie außerdem die folgenden Punkte:

- ◆ *Viper-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. Viper-Kapillaren sind so konstruiert, dass allein durch handfestes Anziehen eine Dichtigkeit für alle in UltiMate 3000-Systemen erzeugten Drücke erreicht wird. 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 Messzelleneingang 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 Fittingverbindungen sollten nur für dieselbe Kapillarverbindung wieder verwendet werden, um ein erhöhtes Totvolumen oder Beschädigungen und Undichtigkeiten zu vermeiden.

4.3 Anschließen der Systemdrainage

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



Abb. 14: 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.

4.4 Einbau einer Messzelle

Beachten Sie folgende Hinweise beim Einbau der Messzelle:

- Halten Sie die Messzellen nur am Messzellenkörper mit dem Typenaufkleber. Berühren Sie nie den optischen Block der Messzelle (→ Abb. 15) oder die empfindliche Elektronik auf der Rückseite.



Abb. 15: Messzelle des Fluoreszenz-Detektors

- Bei Auslieferung ist eine Abdeckung über dem Messzellenschacht montiert. Heben Sie diese Abdeckung gut auf. Beim Versenden des Geräts oder einer längeren Außerbetriebnahme sollte die Abdeckung wieder installiert werden.
- Am Ein- und Ausgang der Messzelle sind Stopfen installiert (→ Abb. 19). Heben Sie diese gut auf. Beim Versenden des Geräts oder der Messzelle oder einer längeren Außerbetriebnahme des Detektors sollten die Stopfen wieder installiert werden.
- Der Verbindungsweg zwischen Säulenausgang und Messzelleneingang sollte möglichst kurz sein, um Bandenverbreiterungen und Totvolumina zu vermeiden.
- Achten Sie beim Anschließen der Messzellen darauf, dass Eingang und Ausgang nicht vertauscht wurden. Dies verschlechtert die Messergebnisse und kann durch erhöhten Rückdruck innerhalb der Messzelle zur Zerstörung der Messzelle führen.

- Der Gegendruck auf die Messzelle darf 20 bar (analytisch) bzw. 40 bar (Mikro) nicht überschreiten. Schließen Sie am Ausgang der Messzelle keine Kapillaren oder Geräte an, die einen höheren Gegendruck erzeugen könnten. Schon eine kurzzeitige Überschreitung des Maximaldrucks kann die Messzelle dauerhaft beschädigen. Sollte es notwendig sein, am Ausgang der Messzelle ein Ventil anzuschließen, so darf dieses nur ohne Fluss durch die Messzelle geschaltet werden. Beim Schalten von Ventilen unter Fluss entstehen Druckspitzen, welche die Messzelle zerstören können. Thermo Fisher Scientific empfiehlt, am Messzellen-Ausgang eine Kapillare oder einen Schlauch mit einem Innendurchmesser von mindestens 0,5 mm zu verwenden.

Einbauen der Messzelle

1. Entfernen Sie die Abdeckung für den Messzellenschacht (falls montiert). Lösen Sie dazu die beiden Rändelschrauben. Dazu ist kein Werkzeug erforderlich. Die Schrauben sind unverlierbar mit der Abdeckung verbunden und müssen nicht entfernt werden.

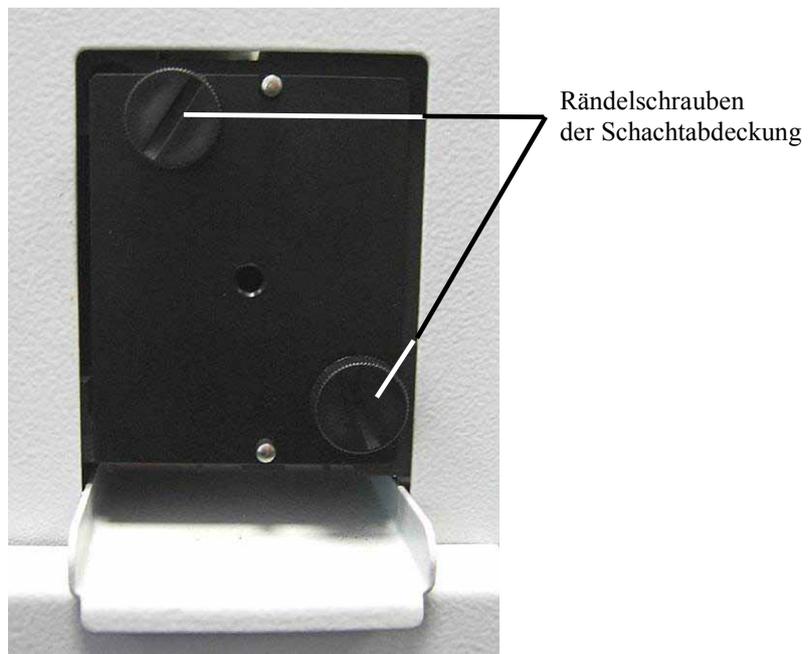


Abb. 16: Abdeckung entfernen

2. Setzen Sie die Messzelle gerade in den Messzellenschacht ein.

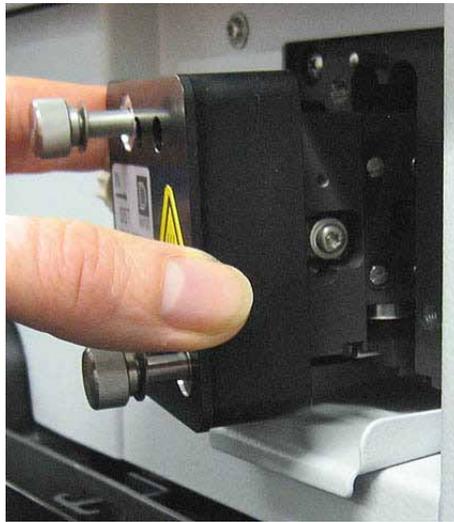


Abb. 17: Einsetzen der Messzelle

3. Ziehen Sie die Befestigungsschrauben der Messzelle handfest an.

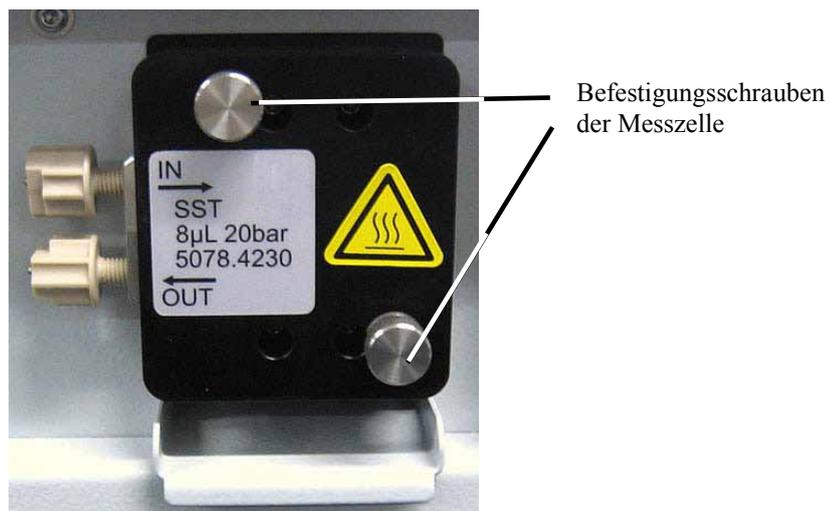


Abb. 18: Schrauben der Messzelle festziehen

4. Entfernen Sie die Blindstopfen an Einlass und Auslass der Messzelle. Verbinden Sie den Messzelleneingang mit der Trennsäule. Schließen Sie die PEEK-Kapillare aus dem Zellenzubehör als Waste-Kapillare an den Messzellenausgang an. Verlängern Sie die PEEK-Kapillare mit dem Silikonschlauch (ebenfalls im Zellenzubehör enthalten). Führen Sie die Kapillaren durch die Öffnungen im Detektorgehäuse nach außen, damit diese beim Schließen des Frontdeckels nicht eingeklemmt werden.
5. Schließen Sie den Frontdeckel, damit die Firmware die neue Messzelle erkennen kann.
6. Führen Sie eine Wellenlängenkalibrierung durch (→ Seite 87).

4.5 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. Heizen Sie die Messzelle des Fluoreszenz-Detektors auf die erforderliche Temperatur.
4. *Falls ein UV-Detektor installiert ist:* Stellen Sie die Wellenlänge ein und schalten Sie die Lampe ein.
5. Beobachten Sie den Pumpendruck. Vergewissern Sie sich, dass der Druck für die jeweilige Anwendung korrekt ist und dass er stabil bleibt.
6. Beobachten Sie das Detektorsignal des UV-Detektors. Vergewissern Sie sich, dass Sie das für die Anwendung erwartete Basisliniensignal bekommen und dass das Signal stabil bleibt.

Führen Sie die Äquilibrierung über Chromeleon durch oder wählen Sie die für die Äquilibrierung erforderlichen Kommandos und Parameter über die Menüs der einzelnen Geräte aus.

Äquilibrieren des Systems über Chromeleon

- Wählen Sie die Befehle und Parameter im Dialogfenster **Commands** aus.
- Automatisieren Sie die Äquilibrierung, indem Sie ein Äquilibrierprogramm erstellen und ablaufen lassen (→ Seite 63).
- Verwenden Sie den SmartStartup-Assistenten (siehe unten), um das Äquilibrierprogramm zu erstellen und ablaufen zu lassen.

Erstellen eines Äquilibrierprogramms über den SmartStartup-Assistenten

1. Öffnen Sie den Assistenten über **SmartStartup** im Menü **Batch**.
2. Folgen Sie den Instruktionen auf den einzelnen Seiten des Assistenten. Klicken Sie auf die Schaltfläche **Hilfe**, wenn Sie weitere Informationen zu einer Seite benötigen.
3. Nach Beendigung des Assistenten
 - ◆ erstellt Chromeleon ein Äquilibrierprogramm und die entsprechende Sequenz.
 - ◆ öffnet Chromeleon das Äquilibrierfenster für die auf der Zeitbasis installierten Geräte.
 - ◆ öffnet Chromeleon das Dialogfenster **Start Batch on**.Klicken Sie auf **Start**, um mit der Äquilibrierung zu beginnen.

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

4.6 Allgemeine Hinweise zum Detektorbetrieb

In den folgenden Kapiteln finden Sie allgemeine Hinweise zum Detektorbetrieb. Beachten Sie darüber hinaus auch die Informationen im Kapitel 5.7, wie Sie die Detektorleistung optimieren können (→ Seite 74).

4.6.1 Mobile Phasen

Die Qualität der mobilen Phase hat einen starken Einfluss auf die Nachweisgrenze und die Geräteleistung. Daher sollten Sie im Hinblick auf eine optimale Leistungsfähigkeit des Detektors folgende Hinweise beachten:

- Bereiten Sie alle mobilen Phasen mit Lösungsmitteln mindestens in HPLC-Qualität, Chemikalien in Reagenz-Qualität und gefiltertem Wasser in HPLC-Qualität zu. Lösungsmittel in HPLC-Qualität liefern in der Regel gute Ergebnisse. Da Verunreinigungen im Lösungsmittel das Basislinienrauschen erhöhen, sollten Sie bei empfindlichen Anwendungen Lösungsmittel in einer speziell für die Fluoreszenz-Spektroskopie geeigneten Qualität, z.B. LiChrosolv[®] verwenden. Verwenden Sie bei einer Raman-Messung und bei der Qualifizierung des Geräts ausschließlich Lösungsmittel und Wasser in Fluoreszenz-Qualität.
- Entgasen Sie die mobile Phase und halten Sie sie gasfrei.
- Starke Basen können die Quarzfenster der Messzelle anätzen. Vermeiden Sie daher mobile Phasen mit einem pH-Wert > 9,5. In jedem Fall sollten Sie nach Verwendung alkalischer Lösungen die Verbindung zur Trennsäule lösen und das System unmittelbar nach der Analyse 5 Minuten lang bei einem Fluss von 1 mL/min mit Wasser (HPLC-Qualität) spülen.
- Der pH-Wert der mobilen Phase beeinflusst nicht nur die Retentionszeit der Trennung, sondern auch die Fluoreszenzintensität und -wellenlänge der Probe.
- Achten Sie bei der Umstellung von einem Puffer auf eine andere mobile Phase darauf, dass die Lösungsmittel mischbar sind und nicht zu Ausflockungen führen. Spülen Sie die Messzelle unmittelbar nach der Analyse mit einem puffer-kompatiblen Lösungsmittel (meist Wasser in HPLC-Qualität). Achten Sie darauf, dass Puffer nicht über einen längeren Zeitraum in der Messzelle bleiben.

Informationen zu den Eigenschaften häufig verwendeter mobiler Phasen finden Sie im Kapitel 10 in Tabelle 1 (→ Seite 121).

4.6.2 Zuführung der Mobilen Phase

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 führen. Tritt das Rauschen synchron mit dem Pumpenhub auf, sollten Sie Ihre HPLC-Pumpe überprüfen.

Bei einigen Systemen zur Lösungsmittelzuführung anderer Hersteller werden Kunststoffe verwendet, die nicht kompatibel mit den Lösungsmitteln sind, die üblicherweise in der Chromatographie zum Einsatz kommen. Dadurch können sich Bestandteile des Kunststoffs lösen, welche die Fluoreszenz-Detektion beeinträchtigen.

Für UV-Wellenlängen gelten folgende Empfehlungen:

- Der Behälter für die mobile Phase sollte aus Glas sein.
- Alle Schlauchverbindungen sollten aus einem HPLC-kompatiblen Material bestehen (z.B. PTFE, ETFE, PEEK, Edelstahl oder Titan) und für den Betriebsdruck und die jeweilige Anwendung geeignet sein.
- Einige Pumpendichtungen haben eine Feder, die die Dichtung während des Vakuumschubs des Kolbens vorspannt. Diese Feder sollte aus Edelstahl, einem Fluorkunststoff (Perfluorkautschuk oder Fluorsilikon) oder einem anderen Material mit entsprechender Qualität sein.

Wenn Sie mit einem UltiMate 3000-System arbeiten und nur die Dionex-Originalteile verwenden, sind alle oben genannten Empfehlungen erfüllt.

4.6.3 Messzellen

Beachten Sie die folgenden Hinweise für den Umgang mit Messzellen:

- Der Gegendruck auf die Messzelle darf 20 bar (analytische Messzelle) bzw. 40 bar (Mikro-Messzelle) nicht überschreiten. Schließen Sie am Ausgang der Messzelle keine Kapillaren oder Geräte an, die einen höheren Gegendruck erzeugen könnten. Schon eine kurzzeitige Überschreitung des Maximaldrucks kann die Messzelle dauerhaft beschädigen. Sollte es notwendig sein, am Ausgang der Messzelle ein Ventil anzuschließen, so darf dieses nur ohne Fluss durch die Messzelle geschaltet werden. Beim Schalten von Ventilen unter Fluss entstehen Druckspitzen, welche die Messzelle zerstören können. Thermo Fisher Scientific empfiehlt, am Messzellen-Ausgang eine Kapillare oder einen Schlauch mit einem Innendurchmesser von mindestens 0,5 mm zu verwenden.
- Achten Sie beim Anschließen der Messzellen darauf, dass Eingang und Ausgang nicht vertauscht wurden. Dies verschlechtert die Messergebnisse und kann durch erhöhten Rückdruck innerhalb der Messzelle zu deren Zerstörung führen.
- Auf der Rückseite der Messzellen befinden sich die Kontakte für den Chip zur Messzellen-Identifizierung und für die Temperaturregelung. Vermeiden Sie es, die empfindliche Elektronik zu berühren, um die Funktion nicht zu beeinträchtigen. Sollte Flüssigkeit auf die Elektronik gelangen, so trocknen Sie diese umgehend ab.

- Die Messzellen sind empfindlich gegen Verschmutzung und Staub. Daher gilt:
 - ◆ Bewahren Sie nicht verwendete Messzellen stets in der staubdichten Original-Verpackung auf.
 - ◆ Halten Sie die Messzellen nur am Messzellenkörper mit dem Typenaufkleber. Berühren Sie nie den optischen Block der Messzelle (→ Abb. 15, Seite 44).
 - ◆ Achten Sie darauf, dass am Detektor immer eine Messzelle oder die mitgelieferte Abdeckung installiert ist, auch bei Betriebsunterbrechungen. Andernfalls kann die Optik durch eintretenden Staub beschädigt werden.
 - ◆ Versenden Sie das Gerät immer *ohne* Messzelle und installieren Sie die dafür vorgesehene Abdeckung über dem Messzellenschacht. Verschließen Sie den Eingang und Ausgang der Messzelle mit den Stopfen, die bei Auslieferung an der Messzelle installiert waren (→ Abb. 19). Die Messzelle muss in der original Messzellen-Verpackung versendet werden.

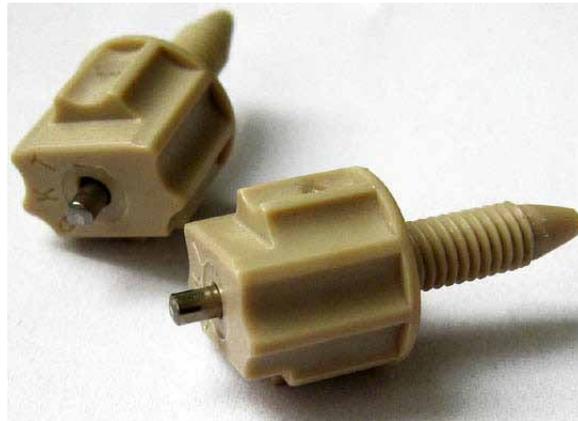


Abb. 19: Original Dionex Messzellen-Stopfen

- Bei längeren Standzeiten sollten die Messzellen nicht mit reinem Wasser gefüllt sein, um Algenbildung zu vermeiden. Geben Sie z.B. 10% Isopropanol (HPLC-Qualität) hinzu und verschließen Sie den Eingang und Ausgang der Messzelle mit den Stopfen, die bei Auslieferung an der Messzelle installiert waren (→ Abb. 19). Wenn Sie andere Stopfen verwenden und diese zudrehen, kann dies die Messzelle zerstören.
- Undichte Messzellen sollten möglichst schnell aus dem Gerät entfernt und komplett ausgetauscht werden.
- Informationen zur Reinigung der Messzellen finden Sie auf Seite 107.

5 Betrieb und Wartung

Der Detektor kann über das Chromatographie-Management-System Chromeleon gesteuert werden. Informationen hierzu finden Sie ab Kapitel 5.4 (→ Seite 60).

5.1 Einschalten des Detektors

Schalten Sie den Detektor zur Inbetriebnahme über den Netzschalter auf der Geräterückseite ein:

- Auf dem Gerätedisplay erscheinen kurzzeitig allgemeine Informationen zum Detektor: Gerätetyp, Firmware-Version und Seriennummer.
- Der Detektor führt einen Selbsttest durch. (Der Test dauert circa 30 Sekunden.) Dabei werden alle wesentlichen Baugruppen auf korrekte Funktion überprüft. Nach erfolgreichem Selbsttest erscheint die Statusanzeige auf dem Gerätedisplay (→ Seite 51).
- Tritt während des Selbsttests ein Fehler auf, ist der Detektor nicht betriebsbereit. Die LED **Status** auf der Gerätevorderseite leuchtet rot und es erscheint eine entsprechende Meldung auf dem Gerätedisplay. Wird der Detektor unter Chromeleon betrieben, erscheint die Meldung auch im Chromeleon Audit Trail. Schalten Sie den Detektor aus, korrigieren Sie den Fehler (→ Seite 93) und schalten Sie den Detektor wieder ein.
- Erscheint die Meldung "Not calibrated", prüfen Sie, dass eine Messzelle installiert ist und führen Sie in Chromeleon den Befehl **Calibrate** aus.

Im Normalbetrieb brauchen Sie den Detektor nicht über den Netzschalter auszuschalten. Verwenden Sie stattdessen die Standby-Taste auf der Gerätevorderseite (→ Seite 17). Drücken Sie die Taste circa 1 Sekunde lang, damit der Detektor den Modus ändert. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter aus, wenn Sie dazu aufgefordert werden, zum Beispiel für bestimmte Wartungsarbeiten.

5.2 Displayanzeige

Nach erfolgreichem Selbsttest erscheint die Statusanzeige auf dem Gerätedisplay.

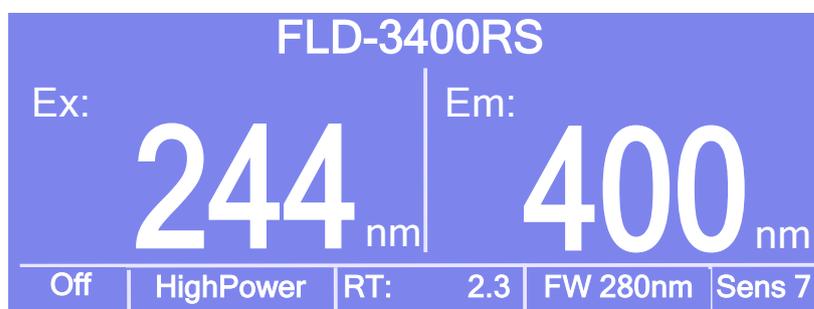


Abb. 20: Statusanzeige (Beispiel)

Falls erforderlich, können Sie die Helligkeit der Hintergrundbeleuchtung und den Kontrast der Displayanzeige an Ihre Anforderungen anpassen (→ Seite 68).

Verfolgen der Datenaufnahme am Gerätedisplay

Sie können die Datenaufnahme am Gerätedisplay verfolgen, nachdem diese über Chromeleon gestartet wurde (**AcqOn**). Dabei wird ein skaliertes Fluoreszenzwert (in Counts) bei der gewählten Wellenlänge angezeigt. Die Art der Darstellung hängt von der Anzahl der Messkanäle ab.



Abb. 21: Anzeige während der Datenaufnahme (Beispiele)

Angezeigt werden

- Messwerte
- Emissions- und Anregungswellenlänge
- Betriebszustand
- Lampen-Modus
- Retentionszeit
- Filtrerrad-Einstellung und Sensitivity (nur im Single-Channel-Modus)

5.3 Menüs am Gerätedisplay

Über die Menüs des Gerätedisplays können direkt am Detektor verschiedene Einstellungen vorgenommen und Informationen abgerufen werden.

Informationen zu den einzelnen Menüs finden Sie im Kapitel 5.3.1 (→ Seite 54).

Einblenden der Menütaste

Unterhalb des Displays sind vier weiße Punkte zu sehen. Berühren Sie den weißen Punkt ganz links auf der Glasplatte mit einem Menüstift (Best.-Nr. 6300.0100), um die Funktionstasten einzublenden. Der Menüstift ist im Zubehör der UltiMate 3000 Autosampler enthalten.



Abb. 22: Einblenden der Menütaste

Die Menütaste ersetzt die Informationen in der untersten Zeile der Statusanzeige. Berühren Sie erneut den weißen Punkt ganz links, um das Hauptmenü aufzurufen. Wird keine Auswahl getroffen, erscheint nach circa 5 Sekunden wieder die ursprüngliche Zeile der Statusanzeige.



Abb. 23: Menütaste

Wenn der Detektor mit Chromeleon verbunden ist, können Einstellungen, welche die Messung nicht betreffen (z.B. Helligkeit und Kontrast der Displayanzeige), weiterhin am Display verändert werden.

5.3.1 Detektor-Menüs

Abb. 24 zeigt eine Übersicht über die Detektor-Menüs. Informationen zum allgemeinen Aufbau der Menüs finden Sie auf Seite 55. Informationen zu den einzelnen Kommandos und Parametern finden Sie in den Kapiteln 5.3.3 bis 5.3.5 (→ Seite 57).

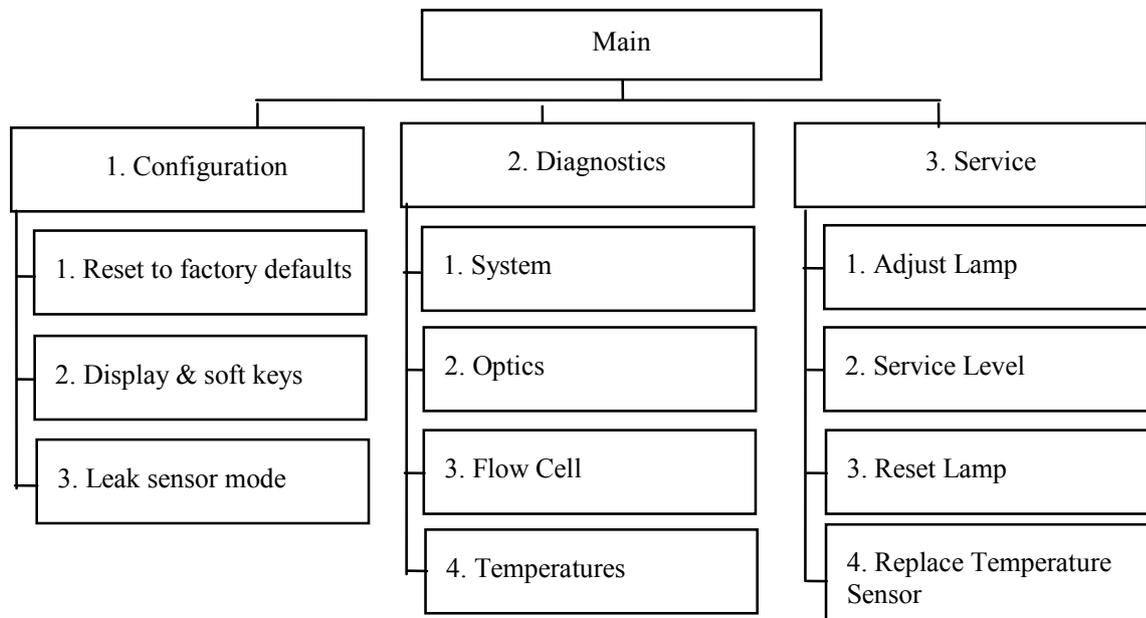


Abb. 24: Aufbau der Detektormenüs

5.3.2 Aufbau der Menüs

Die einzelnen Menüs sind wie folgt aufgebaut:

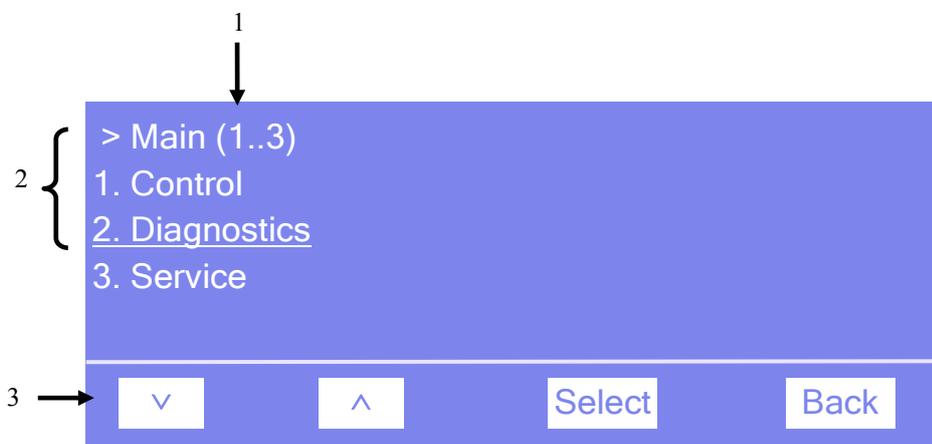


Abb. 25: Aufbau der Menüs (hier: Menü "Main")

Nr.	Beschreibung
1	Zeigt den Menünamen und die Anzahl der Menüpunkte an.
2	Die Menüpunkte werden als nummerierte Liste angezeigt. Der auswählbare Menüpunkt ist unterstrichen dargestellt.
3	Navigationsleiste

Wählen Sie den gewünschten Menüpunkt über die Pfeiltasten aus—der ausgewählte Menüpunkt ist unterstrichen—und bestätigen Sie die Auswahl mit **Select**. Über **Back** gelangen Sie eine Menüebene zurück.

Je nach ausgewähltem Menüpunkt bzw. Parameter erscheinen unterschiedliche Funktionstasten in der Navigationsleiste:

Um ...	Wählen Sie ...
zum vorherigen Eintrag in einer Liste zurückzugelangen. Sind mehr als 4 Punkte in der Liste vorhanden, kann nach Erreichen der 1. Zeile durch die Liste gescrollt werden (→ Key autorepeat, Seite 58).	^
numerische Werte hochzuzählen.	^
nächsten Eintrag in einer Liste zu gelangen. Sind mehr als 4 Punkte in der Liste vorhanden, kann nach Erreichen der 4. Zeile durch die Liste gescrollt werden (→ Key autorepeat, Seite 58).	v
zur nächsten Stelle einer Zahl zu gelangen. Ein eventuell vorhandener Dezimalpunkt wird automatisch übersprungen.	>
die Auswahl zu bestätigen und gegebenenfalls das Eingabefeld zu aktivieren. Hinweis: Wenn der Anwender nur Lesezugriff hat, ist die Funktionstaste Select nicht vorhanden.	Select

Um ...	Wählen Sie ...
- eine Menüebene nach oben zu gelangen. - aus dem Menü Main in die Statusanzeige zurückzugelangen.	Back
zwischen zwei Betriebszuständen hin und her zu schalten, z.B. zwischen Audible und Silent beim Leak Sensor-Modus.	Toggle
die Auswahl zu bestätigen und die Aktion auszuführen. Wenn Sie beispielsweise die Helligkeit des Displays geändert haben, müssen Sie dies mit OK bestätigen, damit die Änderung wirksam wird.	OK
die Aktion abzubrechen und den alten Wert wieder herzustellen. Wenn Sie beispielsweise die Helligkeit des Displays geändert haben, können Sie diese Änderung über Cancel rückgängig machen. Der Betriebszustand wird wieder zurückgesetzt.	Cancel
Hinweis: Abhängig vom ausgewählten Menüpunkt können spezifische Tasten die oben genannten Tasten in der Navigationsleiste ersetzen.	

Wird ein Fehler erkannt, blinken eine oder mehrere Meldungen auf dem Gerätedisplay. Dann erscheinen in der Navigationsleiste die Tasten **Prev**, **Next** und **Clear**.

Um ...	Wählen Sie ...
zur vorherigen Meldung zurück zu gelangen.	Prev
zur nächsten Meldung weiter zu gehen.	Next
die Meldung vom Gerätedisplay zu löschen.	Clear

5.3.3 Menü Main

Das Menü **Main** ist das Hauptmenü und damit die oberste Ebene in der Menüstruktur. Rufen Sie das Menü **Main** über die Funktionstaste **Menu** in der untersten Zeile der Statusanzeige (→ Seite 53) auf.

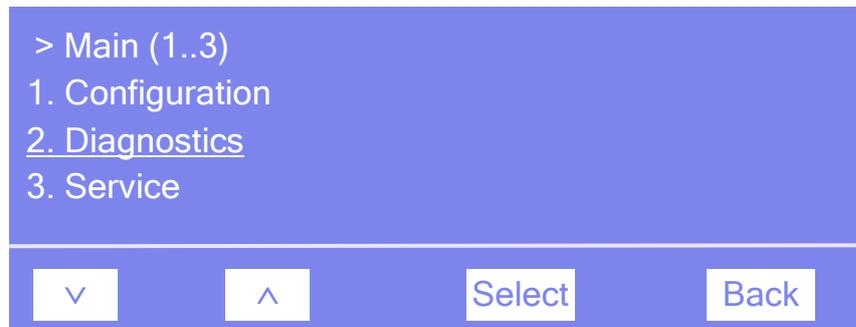


Abb. 26: Hauptmenü "Main"

Wählen Sie den gewünschten Menüpunkt über die Pfeiltasten aus—der ausgewählte Menüpunkt ist unterstrichen—and bestätigen Sie die Auswahl mit **Select**. Über **Back** gelangen Sie in die Statusanzeige zurück.

Informationen zu den einzelnen Menüs finden Sie in den folgenden Kapiteln:

- Menü Configuration (→ Seite 57)
- Menü Diagnostics (→ Seite 59)
- Menü Service (→ Seite 59)

5.3.4 Menü Configuration

Im Menü **Configuration** erhalten Sie Informationen zur Konfiguration des Detektors und können gegebenenfalls entsprechende Einstellungen vornehmen oder ändern.

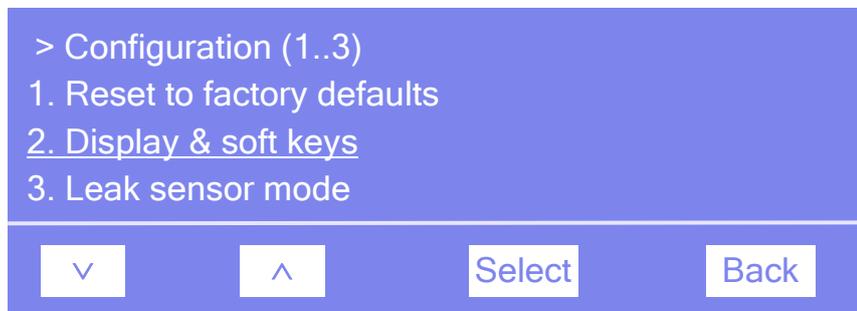


Abb. 27: Menü "Configuration"

Um ...	Wählen Sie ...
alle wichtigen Einstellungen des Detektors auf die Werkseinstellungen zurückzusetzen. Es öffnet sich das Dialogfenster Reset to factory defaults? Bestätigen Sie diese Meldung mit OK , wenn Sie zu den Werkseinstellungen zurückkehren möchten. Brechen Sie die Aktion mit Cancel ab, wenn Sie Ihre Einstellungen beibehalten möchten.	Reset to factory defaults
die Einstellungen zum Display und den Funktionstasten vorzunehmen: Brightness —legt die Helligkeit der Displayanzeige fest. Contrast —legt den Kontrast der Displayanzeige fest. Key sound —legt fest, ob bei Betätigung einer Funktionstaste ein akustisches Signal ertönt (On = ja oder Off = nein). Key autorepeat — legt fest, ob bei längerer Tastenbetätigung der Tastendruck automatisch wiederholt wird, z.B. zur schnellen Änderung eines Einstellwertes (On = ja oder Off = nein).	Display & soft keys
festzulegen, ob und wie Undichtigkeiten erkannt werden sollen (Leak-erkennung): Audible —aktiviert den Alarm für die Leakerkennung. Wird eine Undichtigkeit erkannt, ertönt ein akustischer Alarm. Silent —deaktiviert den Alarm für die Leakerkennung. Wird eine Undichtigkeit erkannt, erscheint eine Meldung auf dem Gerätedisplay, aber es ertönt <i>kein</i> akustisches Signal.	Leak sensor mode

5.3.5 Menü Diagnostics

Über das Menü **Diagnostics** erhalten Sie Informationen für Diagnosezwecke (Lesezugriff).



Abb. 28: Menü "Diagnostics"

Es können folgende Informationen abgerufen werden (alle Informationen sind read-only):

Um ...	Wählen Sie ...
Informationen zum Detektor zu sehen, wie Detektortyp und Firmware-Version.	System
nachzusehen, ob ein zweiter, rotsensitiver PMT installiert ist.	Optics
Informationen zur Messzelle zu sehen, wie Seriennummer, Messzellentyp und Material.	Flow Cell
Informationen zu den verschiedenen Temperaturen im Gerät zu sehen.	Temperatures

5.3.6 Menü Service

Das Menü **Service** enthält Funktionen für den Tausch bestimmter Komponenten durch den Kundendienst.

5.4 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.
2. Der Detektor ist über eine USB-Verbindung mit dem Chromeleon-Rechner verbunden.

 **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 3.5 beschrieben, in Chromeleon eingerichtet (→ Seite 33).

Damit der Detektor über Chromeleon gesteuert werden kann, müssen Sie die Zeitbasis, auf welcher der Detektor installiert ist, mit dem Chromeleon-Client verbinden (→ Seite 60).

Die Steuerung kann auf zwei Arten erfolgen:

- **Direkt** über die Parameter und Befehle im Dialogfenster **Commands** (→ Seite 61) oder auf einem Steuerfenster (Control Panel) (→ Seite 62)
- **Automatisch** über ein Steuerprogramm (PGM) (→ Seite 63)

5.4.1 Verbinden mit Chromeleon

1. Starten Sie gegebenenfalls den Chromeleon **Server Monitor** und den Chromeleon-Server (→ Seite 33).
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** auf der Seite 61 und für das Steuerfenster auf der Seite 62.

Wenn der Detektor korrekt mit Chromeleon verbunden ist:

- leuchtet die LED **Connected** auf der Gerätevorderseite grün.
- sind keine Eingaben über das Gerätedisplay möglich, welche die Messung betreffen.
- stehen weitere Funktionen zur Lebensdauerprognose von Verschleißteilen zur Verfügung (→ Seite 84).
- ist die **Standby**-Taste auf der Gerätevorderseite weiterhin aktiv.

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

5.4.2 Direkte Steuerung

Die Parameter und Befehle werden über das Dialogfenster **Commands** (F8-Box) eingegeben und ausgeführt. Direkte Befehle werden mit der Eingabe ausgeführt. Für den Routinebetrieb stehen die meisten Parameter und Befehle auch in einem Steuerfenster zur Verfügung.

 **Hinweis:** Bei der manuellen Datenaufnahme über das Dialogfenster **Commands** kann immer nur ein Kanal aufgenommen werden. Der Multi-Channel Mode steht nicht 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 **FLD** klicken.

Welche Parameter und Befehle angezeigt werden, hängt ab von

- ◆ der Chromeleon-Version
- ◆ den in der Detektorkonfiguration festgelegten Optionen (→ Seite 36).
- ◆ 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.

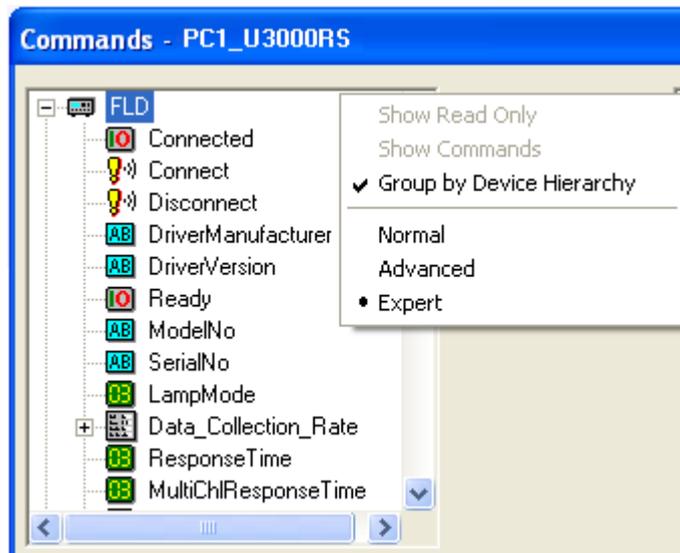


Abb. 29: Dialogfenster Commands

6. Vergewissern Sie sich, dass der Detektor mit Chromeleon verbunden 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** 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 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 den Detektor gegebenenfalls über die Schaltfläche **Connect**.

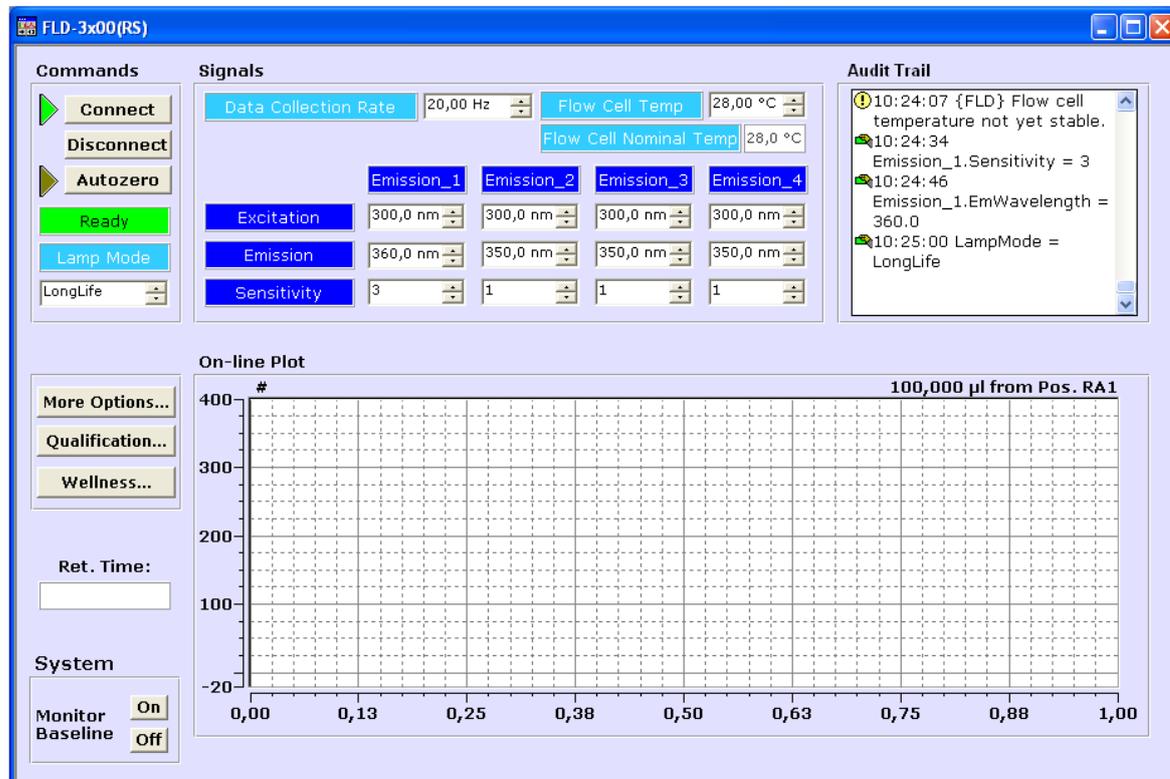


Abb. 30: Steuerfenster für den Detektor (hier FLD-3400RS)

Auf dem Control Panel stehen die Parameter und Befehle zur Verfügung, die für den Routinebetrieb des Detektors benötigt werden. Alle anderen Parameter und Befehle können Sie über das Dialogfenster **Commands** ausführen. Sie können das Dialogfenster direkt vom Panel Tabset aus über **Command** im Menü **Control** öffnen.

5.4.3 Automatische Steuerung

Beim automatischen Betrieb wird der Detektor über ein von Ihnen erstelltes Programm (PGM) gesteuert. Das 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 (→ Seite 91) 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.

Informationen zu den einzelnen Seiten erhalten Sie über die Schaltfläche **Hilfe**. Die Seite mit den Einstellungen für den Fluoreszenz-Detektor ist die Seite **FLD Options**.

Legen Sie zuerst in der Tabelle fest, ob Sie auf einem oder mehreren Emissions-Kanälen Daten messen möchten. Stellen Sie die Parameter für den Kanal oder die Kanäle in der Tabelle ein. Hinweise zum Einstellen der Parameter finden Sie auf Seite 74. Die Seite verändert sich, je nachdem, ob Sie einen oder mehrere Kanäle für die Datenaufnahme auswählen.

Wenn Sie nur *einen* Kanal aufnehmen, geben Sie im Feld **Peak Width** die erwartete (typische) minimale Peakbreite bei halber Höhe des Peaks ein. Ausgehend von diesen Werten berechnet Chromeleon die Datenaufnahmerate und Response Time automatisch. Klicken Sie auf **Apply**, um diese Werte zu übernehmen (empfohlen). Wählen Sie anschließend im Feld **Lamp Mode** einen Lampenmodus (→ Seite 85) aus.

Außerdem können Sie die Messzellen-Temperatur (→ Seite 85) und die erlaubte Abweichung festlegen.

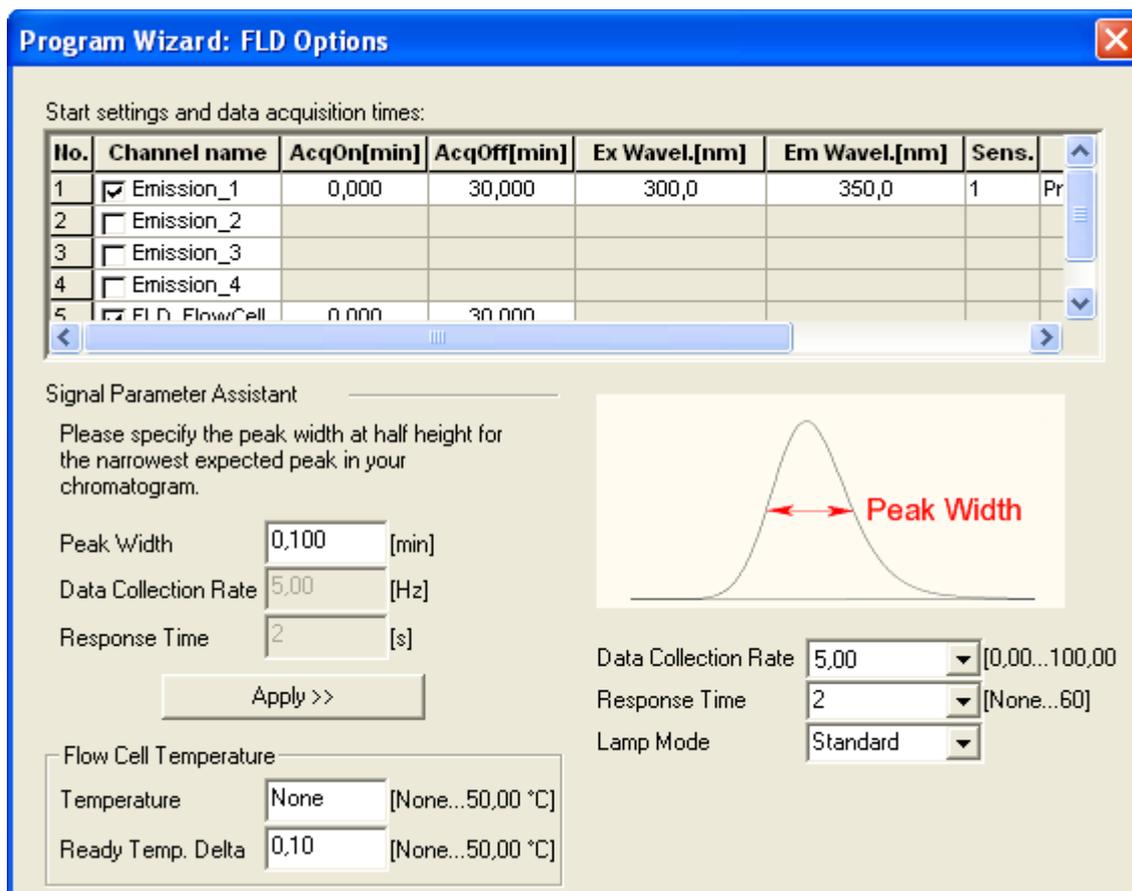


Abb. 31: Seite FLD Options im Programmassistenten (Single-Channel)

Wenn Sie *mehrere* Kanäle aufnehmen (nur FLD-3400RS), nimmt das Rauschen der Basislinie bei höheren Datenraten zu. Die maximale Datenaufnahmerate und die Response Time hängen von einer Vielzahl von Parametern ab und werden immer automatisch anhand der gewählten Parameter festgelegt. Wählen Sie im Feld **Multi Channel Performance** die Messqualität aus (→ Seite 84).

Außerdem können Sie die Messzellen-Temperatur (→ Seite 85) und die erlaubte Abweichung festlegen.

i Hinweis: Im Mehrfach-Wellenlängenbetrieb wird immer automatisch der Lampen-Modus **HighPower** gewählt.

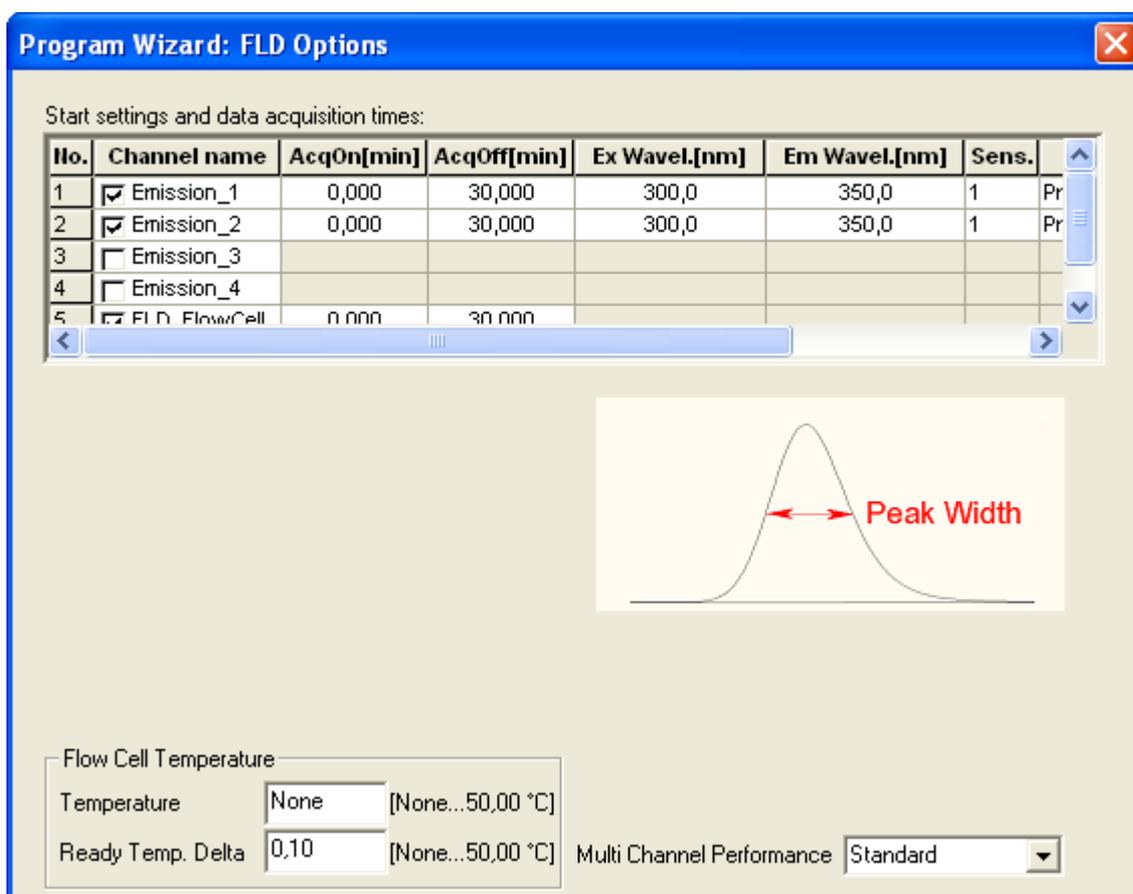


Abb. 32: Seite FLD Options im Programmassistenten (Multi-Channel)

3. Nach Abschluss des Programm-Assistenten erstellt Chromeleon automatisch das entsprechende Programm.
4. Starten Sie das Programm wie unten beschrieben (→ Seite 67).

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.

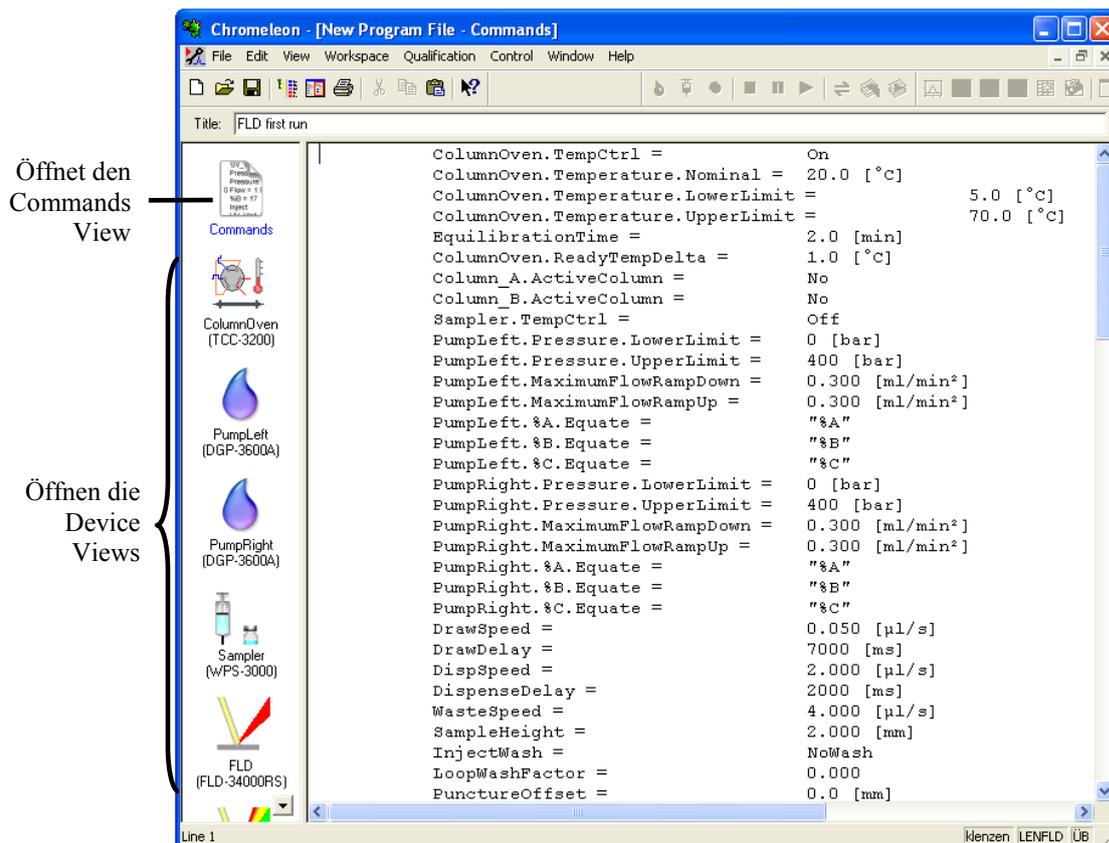


Abb. 33: Chromeleon Programm (hier: Programmansicht im Commands View)

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

Die Geräteansichten (Device Views) bieten die einfachste Möglichkeit, ein Programm zu ändern → Abb. 33). 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 Probandaten (Peakidentifizierung, 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 Hilfe zu Chromeleon.

Andere Programme

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

5.4.4 SmartStartup und SmartShutdown

Der **SmartStartup**-Assistent hilft Ihnen, wiederkehrende Tätigkeiten zu automatisieren (→ Seite 47). SmartStartup übernimmt das automatisierte und kontrollierte Einschalten der verschiedenen Module ihres UltiMate 3000-Systems. So wird beispielsweise beim Fluoreszenz-Detektor die Messzelle vorgeheizt. Zusätzlich kann SmartStartup die Pumpe automatisch entlüften, die Trennsäule spülen und das HPLC-System äquilibrieren. Wichtige Modulparameter werden automatisch kontrolliert. Wenn die Grenzwerte von den Modulen eingehalten werden, kann die zuvor aufgesetzte Probensequenz automatisch gestartet werden. SmartStartup kann zu einem beliebigen Zeitpunkt aktiviert werden.

Mit Hilfe des SmartShutdown-Assistenten können Sie ein Programm erstellen, mit dem das HPLC-System zur kurzfristigen Außerbetriebnahme in den Bereitschafts-Modus (Standby) versetzt oder für eine längere Betriebsunterbrechung automatisiert heruntergefahren (Shutdown) werden kann (→ Seite 91).

5.5 Einstellungen für den Betrieb

5.5.1 Erkennen von Undichtigkeiten im Detektor (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

- leuchtet die LED **Status** auf der Gerätevorderseite rot.
- erscheint eine Meldung in Chromeleon und auf dem Gerätedisplay.
- wird das Property **Leak** in Chromeleon auf **Leak_Detected** gesetzt.
- ertönt ein akustischer Alarm.

Wenn der Leaksensor angesprochen hat, beseitigen Sie die Ursache für die Undichtigkeit und trocknen Sie den Leaksensor (→ Seite 111). Wird die Undichtigkeit nicht sofort behoben, bricht Chromeleon den laufenden Batch ab.

Ausschalten der Leakerkennung (nicht empfohlen):

Öffnen Sie in Chromeleon das Dialogfenster **Commands** für den Detektor und setzen Sie **LeakSensorMode** auf **Disabled**.

Ausschalten des Alarms für die Leakerkennung:

Setzen Sie am Gerätedisplay im Menü **Configuration** den **Leak sensor mode** auf **Silent**. Wird eine Undichtigkeit erkannt, erscheint eine Meldung auf dem Gerätedisplay, aber es ertönt *kein* akustisches Signal.

5.5.2 Anpassen von Helligkeit und Kontrast der Displayanzeige

Die Helligkeit der Hintergrundbeleuchtung und den Kontrast der Displayanzeige können Sie, falls erforderlich, in Chromeleon oder am Gerätedisplay an Ihre Anforderungen anpassen.

Ändern der Einstellungen über Chromeleon

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
2. Ändern Sie unter **Brightness** den Wert für die Helligkeit der Hintergrundbeleuchtung. Ändern Sie unter **Contrast** den Wert für den Kontrast der Displayanzeige.

Ändern der Einstellungen am Gerätedisplay

1. Wählen Sie die Funktionstaste **Menu**.
2. Rufen Sie das Menü **Configuration** auf und wählen Sie **Display & soft keys**.
3. Ändern Sie unter **Brightness** den Wert für die Helligkeit der Hintergrundbeleuchtung. Ändern Sie unter **Contrast** den Wert für den Kontrast der Displayanzeige.

5.6 Betriebsmodi des Detektors

5.6.1 Single-Channel Mode

Standardmäßig wird ein Fluoreszenz-Detektor im Single-Channel Mode betrieben, das heißt, es wird *ein* Anregungs-/Emissionswellenlängenpaar gemessen. Da hier die höchsten Datenraten sowie das beste Signal-Rausch-Verhältnis erreicht werden können, sollten Sie bei sehr schmalen Peaks immer den Single- Channel Mode verwenden.

5.6.2 Multi-Channel Mode (nur FLD-3400RS)

Im Mehrfach-Wellenlängenbetrieb werden beide Monochromatoren schnell zwischen den ausgewählten Wellenlängen hin- und her bewegt. So lässt sich innerhalb einer Analyse auf mehreren Kanälen messen. Beim FLD-3400RS können bis zu vier Wellenlängenpaare gemessen werden. Beachten Sie jedoch Folgendes:

- Jeder zusätzliche Kanal erhöht die Zeit zum Einstellen der Gitterpositionen, reduziert die maximal erreichbare Datenrate und führt zu einem erhöhten Basislinienrauschen.
- Die permanente Umschaltung zwischen den Wellenlängen kann langfristig zu Verschleiß führen. Der Mehrfach-Wellenlängenbetrieb wird deshalb für die Methodenentwicklung, jedoch nicht für den dauerhaften Routinebetrieb empfohlen.
- Alternativ können beliebig viele Wellenlängenschaltungen in einem Datenkanal in Chromeleon vorgenommen werden. Dabei können jeweils die Anregungs- und Emissionswellenlänge und bei Bedarf die Sensitivity, das Emissionsfilter und das PMT geschaltet werden. Weitere Informationen finden Sie in Kapitel 5.7 (→ Seite 74) bzw. im *Fluorescence Method Development Handbook*, das dem Detektor beiliegt.

i **Hinweise:** Im Multi-Channel-Modus können Sie die Datenaufnahmerate und Response Time nicht direkt wählen, diese werden automatisch festgelegt (→ Seite 84) und bei Wellenlängenschaltungen während der Messung entsprechend angepasst.

Im Mehrfach-Wellenlängenbetrieb wird immer automatisch der Lampen-Modus **HighPower** gewählt.

Bei der manuellen Datenaufnahme über das Dialogfenster **Commands** kann immer nur ein Kanal aufgenommen werden.

5.6.3 Zero Order Mode

Im Zero-Order-Modus wird das Gitter des Emissions-Monochromators auf die Position der 0. Ordnung eingestellt. In dieser Position lässt der Monochromator nicht nur eine bestimmte Wellenlänge, sondern das gesamte Spektrum hindurch. Der Anregungs-Monochromator wird wie gewohnt auf eine Wellenlänge eingestellt. Beim FLD-3400RS besteht die Möglichkeit, mit Hilfe der Filtrerrad-Einstellung unerwünschte Wellenbereiche auszublenden (→ Seite 82). Setzen Sie zum Aktivieren des Zero-Order-Modus in Chromeleon den Wert für **EmWavelength** auf **ZeroOrder**.

Verwenden Sie diesen Modus in der Methodenentwicklung, wenn Sie die Retentionszeiten der verschiedenen Substanzen in Ihrer Probe nicht kennen. Da der gesamte Bereich der Emissionswellenlängen erfasst wird, können die Retentionszeiten aller Substanzen in einem einzigen Durchlauf erfasst werden.

Der Zero-Order-Modus eignet sich außerdem für Proben, die Licht mit einer großen spektralen Bandbreite emittieren. In diesem Fall ist die gemessene Intensität im Zero-Order-Modus höher als im Normalbetrieb. Es können somit Proben mit geringerer Konzentration gemessen werden.

5.6.4 2D-Scans

Mit den FLD-3x00(RS) Detektoren können auch verschiedene Arten von 2D-Spektren gemessen werden. Hierbei werden der Anregungs-Monochromator oder der Emissions-Monochromator (oder auch beide simultan) über einen einstellbaren Wellenlängenbereich durchgeföhren. Dabei wird die Intensität des Fluoreszenz-Signals in Abhängigkeit von der Wellenlänge kontinuierlich gemessen und aufgezeichnet. Nehmen Sie zum Beispiel Spektren auf, um die optimalen Emissions- und Anregungswellenlängen zu bestimmen.

Während des Spekren-Scanning sollte der Pumpenfluss angehalten oder auf eine sehr geringe Flussrate eingestellt werden, um einen stabilen Zustand in der Messzelle des Fluoreszenz-Detektors zu erhalten.

Für alle Scan-Verfahren kann ein Basislinienspektrum mit den selben Parametern aufgenommen werden. Dieses wird gespeichert und automatisch von den anderen Spektren subtrahiert. Das Ergebnis ist das daraus resultierende Differenzspektrum. Werden die Parameter für einen Scan geändert, wird das Basislinienspektrum automatisch gelöscht und muss neu aufgenommen werden. Sie können zudem jederzeit ein bestehendes Basislinienspektrum über den Chromeleon-Befehl **ClearBaseLine** löschen.

Chromeleon speichert jedes Spektrum, auch das Basislinienspektrum, automatisch in einer Spektrenbibliothek mit dem Namen **FLD3000.LIB**. Diese wird im Verzeichnis der Zeitbasis auf der lokalen Datenquelle gespeichert. Wenn während des Abarbeitens einer Probe ein Scan durchgeführt wird, wird die Bibliothek in der zugehörigen Sequenz gespeichert.

Es stehen drei verschiedene Scanning-Verfahren zur Verfügung:

Excitation Scan

Die Wellenlänge auf dem Emissions-Monochromator wird konstant gehalten, während der Anregungs-Monochromator einen Wellenlängenbereich scannt. Sie erhalten das Anregungsspektrum der Probe.

Emission Scan

Die Wellenlänge auf dem Anregungs-Monochromator wird konstant gehalten, während der Emissions-Monochromator einen Wellenlängenbereich scannt. Sie erhalten das Emissionsspektrum der Probe.

Synchro Scan

Ein festgelegter Bereich der Anregungswellenlänge wird gescannt, während synchron dazu mit einem festgelegten Abstand die Emissionswellenlänge gescannt wird. Auf diese Weise können Sie in einem ersten Scan ungefähre Anregungs- und Emissionswellenlängen aller Substanzen feststellen. Die optimalen Anregungs- und Emissionswellenlängen können jedoch nur mit Excitation- und Emission-Scans ermittelt werden.

Durchführung eines 2D-Spektren-Scans

Spektrenscans können manuell (wie im Folgenden beschrieben) oder mit Hilfe eines Programms durchgeführt werden. Weitere Informationen zu den genannten Funktionen und weiteren Möglichkeiten sowie Programmbeispielen zum Spektren-Scanning finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon.

i **Hinweise:** Während des Scan-Vorgangs können keine anderen Kommandos an den Fluoreszenz-Detektor gesendet werden.

Die Dauer des Scan-Vorganges hängt von der Größe des zu scannenden Bereiches sowie der gewählten Scan-Geschwindigkeit ab.

Wählen Sie vor jedem Scan über den Parameter **ScanSensitivity** eine geeignete Detektorempfindlichkeit (→ Seite 78).

In der Nähe von starken Spektraländerungen – solche zeigen sich insbesondere, wenn nahe der Anregungswellenlänge gescannt wird – können beim Scannen Artefakte entstehen, zum Beispiel im Raman-Emissionsspektrum von Wasser nahe der Anregung von 350 nm. Wählen Sie in diesem Fall einen größeren Abstand des Wellenlängenbereichs von der Flanke. Wählen Sie für den Raman-Emissionsscan zum Beispiel eine Startwellenlänge von 385 nm.

Die manuelle Aufnahme von Spektrenscans wird unter Chromeleon 6.80 unterstützt, unter Chromeleon 7.1 oder später derzeit noch nicht.

Gehen Sie wie folgt vor, um ein Anregungsspektrum aufzunehmen:

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor. Geben Sie die erste Wellenlänge des zu scannenden Wellenlängenbereichs unter **ScanStartExWavelength** und die letzte Wellenlänge unter **ScanEndExWavelength** ein und wählen Sie eine Emissionswellenlänge (**ScanStartEmWavelength**) sowie eine Scangeschwindigkeit (**ScanSpeed**).
2. Stoppen Sie den Pumpenfluss (Kommando: **Flow=0**) oder stellen Sie ihn auf eine sehr geringe Flussrate ein.
3. Führen Sie das Kommando **ScanExcitation** aus.

Gehen Sie wie folgt vor, um ein Emissionsspektrum aufzunehmen:

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor. Geben Sie die erste Wellenlänge des zu scannenden Wellenlängenbereichs unter **ScanStartEmWavelength** und die letzte Wellenlänge unter **ScanEndEmWavelength** ein und wählen Sie eine Anregungswellenlänge (**ScanStartExWavelength**) sowie eine Scangeschwindigkeit (**ScanSpeed**).
2. Stoppen Sie den Pumpenfluss (Kommando: **Flow=0**) oder stellen Sie ihn auf eine sehr geringe Flussrate ein.
3. Führen Sie das Kommando **ScanEmission** aus.

Gehen Sie wie folgt vor, um einen Synchro Scan durchzuführen:

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor. Geben Sie die erste Wellenlänge des zu scannenden Wellenlängenbereichs unter **ScanStartExWavelength** und die letzte Wellenlänge unter **ScanEndExWavelength** ein. Geben Sie anschließend den Abstand zwischen den gescannten Wellenlängen unter **ScanSyncOffset** ein und wählen Sie eine Scangeschwindigkeit (**ScanSpeed**).
2. Stoppen Sie den Pumpenfluss (Kommando: **Flow=0**) oder stellen Sie ihn auf eine sehr geringe Flussrate ein.
3. Führen Sie das Kommando **ScanSynchronous** aus, um einen Synchro Scan durchzuführen.

5.6.5 3D-Scans (nur ab Chromeleon 7.1)

Ab Chromeleon 7.1 wird für den FLD ein 3D-Scan unterstützt, welcher die Bestimmung der Retentionszeiten und Absorptionsmaxima deutlich vereinfacht. Im Gegensatz zu 2D-Scans wird der gewählte Spektrenbereich dabei nicht *einmal*, sondern kontinuierlich gescannt, so dass ein Spektrenfeld ähnlich dem 3D-Feld eines Diodenarray-Detektors entsteht. Wie bei 2D-Scans stehen die Modi Excitation Scan, Emission Scan, und Synchro Scan zur Verfügung.

Die Datenaufnahme ist ausschließlich über das Erstellen einer Instrument-Methode möglich. Wählen Sie dazu im Instrument Method Wizard die Option **3D Data Acquisition** aus. Alle notwendigen Parameter können auf der Seite **FL Field Settings** des Wizards eingestellt werden. Während eines 3D-Scans können keine Emissions-Kanäle aufgezeichnet werden.

Die aufgezeichneten 3D-Daten werden im **Contour Plot** als 3D-Datenfeld dargestellt. Verwenden Sie dieses 3D-Datenfeld, um die Retentionszeiten sowie die optimalen Emissions- oder Anregungswellenlängen zu bestimmen.

Weitere Informationen zu 3D-Datenfeldern finden Sie in der Chromeleon 7.1 (oder später) Online-Hilfe.

5.7 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	Was ist zu beachten ...
Anregungswellenlänge, Emissionswellenlänge	Fluoreszenzintensität, Nachweisgrenze, Selektivität	→ Seite 75
Sensitivity	Basislinienrauschen, max. Fluoreszenzintensität	→ Seite 78
Filterrad-Einstellung (nur FLD-3400RS)	Basislinienrauschen	→ Seite 82
Response Time	Basislinienrauschen, Peakbreite, Peakhöhe	→ Seite 83
Datenaufnahmerate	Auflösung der Peaks, Speicherplatz, ggf. Basislinienrauschen	→ Seite 83
Multi-Channel Performance	Datenaufnahmerate, Response Time, Basislinienrauschen	→ Seite 84
Messzellen-Temperatur	Fluoreszenzintensität, Reproduzierbarkeit	→ Seite 85
Lampen-Modus	Lebensdauer der Lampe, Basislinienrauschen, maximale Datenaufnahmerate	→ Seite 85
Basislinienverhalten	Verlauf der Basislinie nach Schalten der Wellenlänge, der Sensitivity, der Filterrad-Einstellung, oder des PMT.	→ Seite 86

In Chromeleon können Sie diese Parameter manuell im Dialogfenster **Commands** für den Detektor (→ Seite 61) und auf der Seite des Panel Tabsets (→ Seite 62) für den Detektor festlegen. Wenn Sie ein Programm mit Hilfe des Programm-Assistenten erstellen, können Sie auf der Seite **FLD Options** die meisten Parameter eingeben (→ Seite 63).

Fluorescence Method Development Handbook

Grundlegende Informationen dazu, wie Sie die Detektorleistung optimieren können, finden Sie in den nachfolgenden Kapiteln der Bedienungsanleitung sowie im *Fluorescence Method Development Handbook*, das dem Detektor beiliegt. Das *Fluorescence Method Development Handbook* beschreibt technische Hintergründe und darüber hinaus zusätzliche Aspekte, die bei einer weitergehenden Optimierung der Detektorleistung behilflich sein können. Bitte beachten Sie, dass das Handbuch nur auf Englisch verfügbar ist.

5.7.1 Optimale Anregungs- und Emissionswellenlänge bestimmen

Die wichtigsten zu optimierenden Parameter sind die Anregungs- und Emissionswellenlängen. Die folgenden Kriterien sind bei der Festlegung einer Wellenlänge für die Analyse grundsätzlich von Bedeutung:

- Wählen Sie wenn möglich eine Anregungswellenlänge auf dem Absorptionsmaximum der Probenbestandteile.
- Die mobile Phase sollte "transparent" sein und bei der ausgewählten Wellenlänge keine oder nur wenig Absorption zeigen. Die Anregungswellenlänge sollte daher immer über dem UV-Cutoff des Lösungsmittels liegen (→ Tabelle Seite 121).
- Die Emissionswellenlänge muss mindestens 20 nm größer als die Anregungswellenlänge gewählt werden.

Im Folgenden sind zwei Vorgehensweisen für die Bestimmung der optimalen Wellenlängen erläutert. Nachdem Sie die optimalen Wellenlängen und Retentionszeiten festgestellt haben, sollten Sie mit diesen Parametern einen weiteren Probenlauf durchführen, um die geeignete Sensitivity zu bestimmen (→ Seite 78).

Verfahren mit nur 1 Probe durch den Fluoreszenz-Detektor

1. Stellen Sie die Anregungswellenlänge auf eine Wellenlänge ein, bei der die meisten Probenbestandteile absorbieren. Viele fluoreszierende Moleküle absorbieren bei 250 nm. Stellen Sie die Filterrad-Einstellung auf eine Wellenlänge, die mindestens 30 nm über der Anregungswellenlänge liegt (in diesem Fall 280 nm). Führen Sie einen Probenlauf im Zero Order Mode durch. Dazu setzen Sie in Chromeleon **EmWavelength** auf den Wert **ZeroOrder**. So erhalten Sie für die meisten Probenbestandteile einen Peak. Voraussetzung ist, dass die Emissionswellenlänge nicht (wesentlich) kleiner als die Filterwellenlänge ist.
2. Aus Schritt 1 haben Sie die Retentionszeiten der Probenbestandteile erhalten. Führen Sie zu diesen Zeiten für jeden Probenbestandteil einen Emission Scan durch. Die Anregungswellenlänge bleibt dabei auf 250 nm. Sie erhalten die optimalen Emissionswellenlängen (größter Peak) für die einzelnen Probenbestandteile. (Auch wenn die Anregungswellenlänge nicht direkt auf dem Anregungsmaximum liegt, bleibt das Emissionsspektrum in der Regel unverändert.)
3. Führen Sie nun mit den optimalen Emissionswellenlängen für jeden Probenbestandteil einen Excitation Scan durch, um die optimalen Anregungswellenlängen (größter Peak) zu bestimmen.

Verfahren mit 2 Proben unterschiedlicher Konzentration durch Diodenarray-Detektor und Fluoreszenz-Detektor

Falls Ihr UltiMate 3000-System einen Diodenarray-Detektor (DAD-3000 oder DAD-3000RS) enthält, können Sie mit Hilfe des UV-Spektrums des Diodenarray-Detektors die optimalen Anregungswellenlängen und Retentionszeiten feststellen.

1. Verwenden Sie eine Probe mit einer für Diodenarray-Detektoren geeigneten Konzentration (z.B. 100 ng/μL) und führen Sie einen Probenlauf mit dem DAD durch, indem Sie ein 3D-Feld aufzeichnen. Sie können aus der 3D-Darstellung in Chromeleon (→ Abb. 34, Seite 76) die Retentionszeiten und Absorptionsmaxima, und damit die optimalen Anregungswellenlängen der einzelnen Probenbestandteile entnehmen.
2. Verwenden Sie eine Probe mit einer für Fluoreszenz-Detektoren geeigneten Konzentration (z.B. 100 pg/μL bei gut fluoreszierenden Substanzen) und führen Sie mit dem FLD mit den Retentionszeiten und Anregungswellenlängen für jeden Probenbestandteil einen Emission Scan durch. Beachten Sie, dass Sie ggf. bei der Bestimmung der Retentionszeiten den zeitlichen Versatz zwischen DAD und FLD berücksichtigen müssen, wenn diese hintereinandergeschaltet sind. Sie erhalten die optimalen Emissionswellenlängen (größter Peak) für die einzelnen Probenbestandteile.

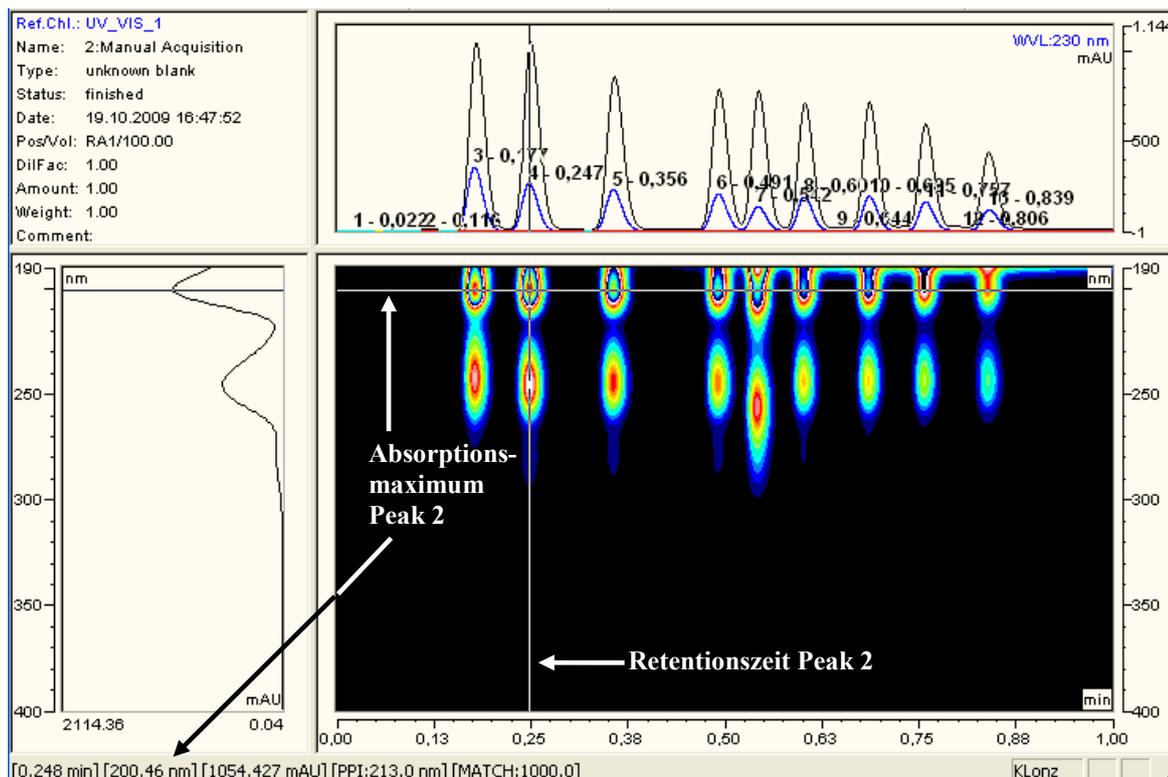


Abb. 34: 3D-Daten eines Diodenarray-Detektors

i Hinweis: Ab Chromeleon 7.1 steht Ihnen das 3D-Spektrenscanning zur Verfügung, welches die Bestimmung der Retentionszeiten und Absorptionsmaxima auch ohne Diodenarray-Detektor deutlich vereinfacht (→ Seite 73).

Wellenlängenschaltung in Chromeleon

Thermo Fisher Scientific empfiehlt, auf einem Kanal zu messen und die Wellenlängen zeitgesteuert (für die nacheinander detektierten Peaks der unterschiedlichen Probenbestandteile) einzustellen, anstatt im Mehrkanalbetrieb alle interessanten Wellenlängen simultan zu messen.

Legen Sie die Startwellenlängen für einen Kanal im Programm-Assistenten fest (→ Seite 63). Öffnen Sie nach Beenden des Assistenten das Programm im Programm-Editor (→ Seite 66). In der Geräteansicht (Device View) für den FLD können Sie auf der Registerkarte **Timetable** definieren, zu welchen Zeiten die Wellenlängen geschaltet werden sollen.

Einstellen der Wellenlängen für mehrere Kanäle in Chromeleon

Vergewissern Sie sich, dass die Kanäle, die Sie aufnehmen möchten, bei der Installation des Detektors in den Eigenschaften auf der Seite **Signals** ausgewählt wurden (→ Seite 39). Andernfalls stehen diese Kanäle in Chromeleon nicht zur Verfügung und der Detektor kann keine Rohdaten aufnehmen.

Legen Sie die Wellenlängen für alle Kanäle direkt im Programm-Assistenten fest (→ Seite 63).

5.7.2 Sensitivity (Detektorempfindlichkeit)

Mit der Sensitivity kann das Signal-Rausch-Verhältnis in einem Chromatogramm optimiert werden. Je nach Fluoreszenzintensität kann es notwendig sein, die Sensitivity während einer Analyse mehrfach anzupassen. Für die Wahl der optimalen Sensitivity müssen die maximal auftretenden Emissionsintensitäten ermittelt werden. Ein Verfahren hierfür und die wesentlichen technischen Grundlagen sind im Folgenden beschrieben.

Hintergrund

Die Intensität des Emissionslichts nach dem Emissions-Monochromator wird mit einem oder optional zwei PMTs gemessen. Die Empfindlichkeit des PMT kann über den Parameter **Sensitivity** in 8 Stufen (1 bis 8) eingestellt werden. Mit jeder Stufe der Sensitivity wird die Empfindlichkeit der PMTs in etwa um den Faktor 2 größer. Hat ein Peak mit Sensitivity = 5 zum Beispiel eine Höhe von 15 Millionen Counts, dann vergrößert sich die Peakhöhe auf ca. 30 Millionen Counts, wenn mit Sensitivity = 6 gemessen wird (→ Abb. 35).

- Wird die Sensitivity *zu klein* gewählt, kann aufgrund der zu geringen Peakhöhe kein optimales Signal-Rausch-Verhältnis mehr erreicht werden (→ Abb. 35, Sensitivity = 1)
- Wird die Sensitivity *zu groß* gewählt, dann geht das Signal des PMT in die Sättigung. Der Detektor schaltet in diesem Fall die Sensitivity automatisch zurück. Im Chromatogramm erscheinen zu Beginn und Ende des übersteuerten Bereichs Linien, die das Umschalten markieren (→ Abb. 35, Sensitivity = 8). Ist der Detektor nicht mehr übersteuert, wird die Sensitivity-Einstellung vor der Sättigung wiederhergestellt.

i **Hinweise:** Im Chromeleon Audit Trail erscheint bei einer automatischen Reduzierung der Sensitivity sowie bei der Wiederherstellung des Ursprungswertes eine Warnung, die den Wert der Sensitivity nach der automatischen Anpassung angibt.

Je nach PMT wird die Kalibrierung anders ausfallen. Kalibrierung und Quantifizierung müssen daher immer mit demselben PMT durchgeführt werden.

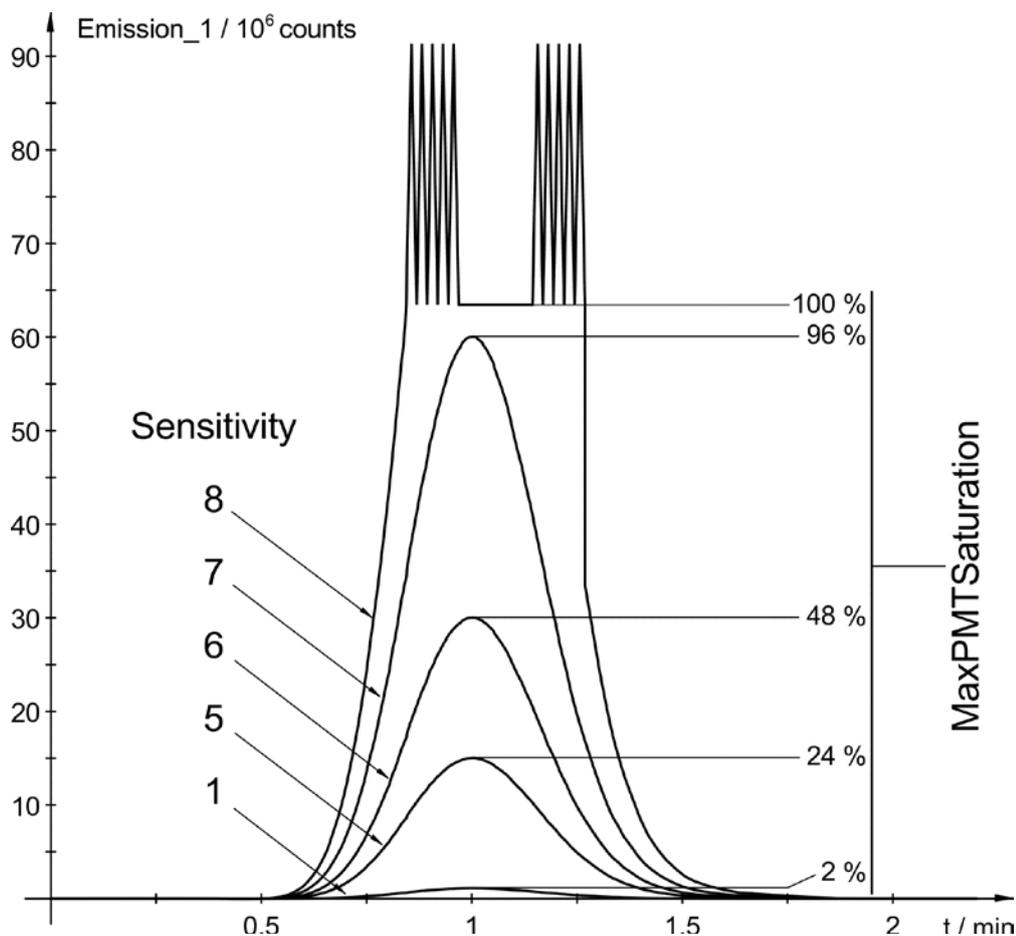


Abb. 35: Auswirkung der Sensitivity

Bestimmung der optimalen Sensitivity

Bestimmen Sie die optimale Sensitivity in einem separaten Probenlauf, nachdem Sie die optimalen Wellenlängen bestimmt haben (→ Seite 75). Verwenden Sie dazu eine Probe (Standard) mit der maximal zu erwartenden Konzentration der Analyten und stellen Sie eine Sensitivity ein, bei welcher noch keine Übersteuerung erwartet wird (z.B. 1 oder 2). Haben die einzelnen Peaks in einem Chromatogramm sehr unterschiedliche Höhen, dann kann das Signal-Rausch-Verhältnis der kleinen Peaks durch eine zeitgesteuerte Umschaltung der Sensitivity verbessert werden. Die Sensitivity kann für alle Kanäle direkt im Programm-Assistenten festgelegt werden (→ Seite 63).

Beim FLD-3x00(RS) wird die vom PMT gemessene Intensität des Emissionslichts auf die (von der Referenzdiode gemessene) Bestrahlungsintensität der Probe normiert. Deshalb können die vom Emissionskanal angezeigten Werte (Counts) *nicht* direkt für die Optimierung der Sensitivity verwendet werden. In Abb. 35 erreicht der PMT bei 63 Millionen (normierten) Counts die Sättigung. Unter anderen Messbedingungen kann die Sättigung aber auch erst bei einem Wert von z.B. 100 Millionen Counts eintreten.

Verwenden Sie daher zur Optimierung der Sensitivity den Parameter **MaxPMTSaturation** (→ Abb. 35 rechts). Dieser speichert kontinuierlich die größte am PMT aufgetretene Aussteuerung in Prozent vom Sättigungswert. Ein Programm-Beispiel hierzu finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon.

1. Öffnen Sie das zu optimierende Programm in der Ansicht **Commands**. Die notwendigen Befehle müssen manuell im Programm eingefügt werden.
2. Fügen Sie nach dem Peakmaximum eines erwarteten Peak (oder einer Gruppe von Peaks) einen **Log**-Befehl für das Property **MaxPMTSaturation** ein, um den maximalen Sättigungswert zu diesem Zeitpunkt in den Audit Trail zu schreiben (→ Abb. 36).
3. Fügen Sie kurz darauf, in jedem Falle aber vor der Elution des nächsten Peaks, den Befehl **ClearMaxPMTSaturation** ein, um den Wert von **MaxPMTSaturation** wieder auf Null zurückzusetzen (→ Abb. 36).
4. Wiederholen Sie die Schritte 2 und 3 für alle Peaks.

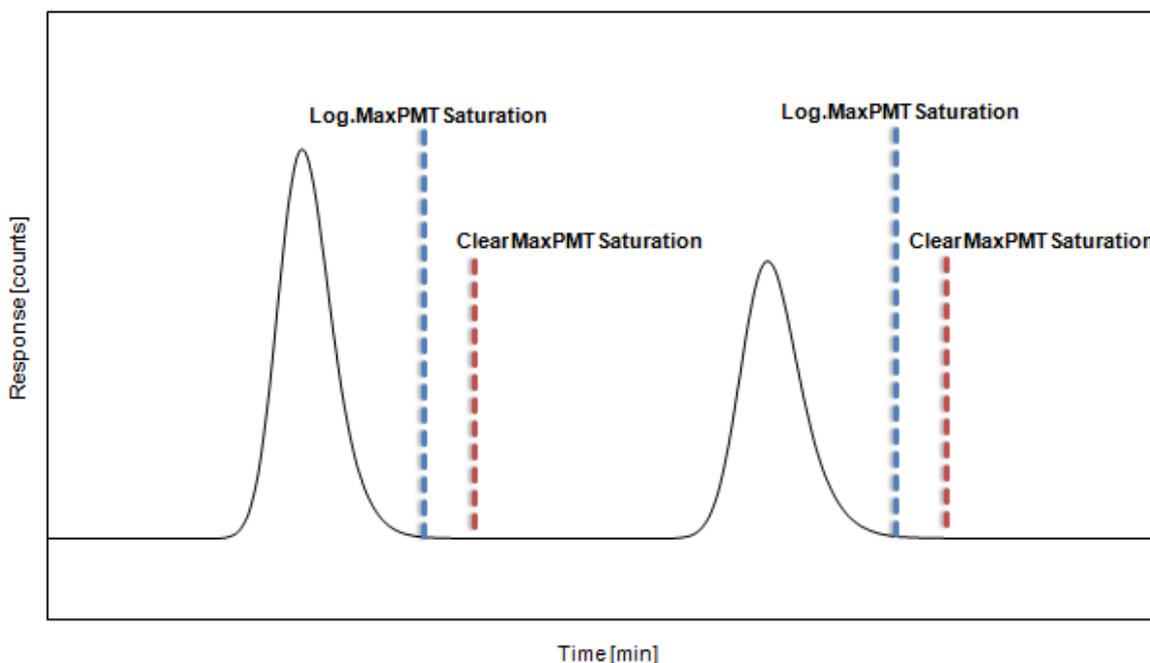


Abb. 36: Überwachen des Parameters MaxPMTSaturation

Messen Sie eine Probe und lesen Sie die Werte für **MaxPMTSaturation** in Chromeleon ab und werten Sie diese aus:

Wert	Was ist zu tun ...
< 30%	Die Sensitivity sollte erhöht werden. Als grobe Richtlinie gilt bei < 30%: um eine Stufe < 15%: um zwei Stufen Wiederholen Sie dann die Optimierung ab Schritt 1.
30% - 80%	Die Sensitivity ist optimal eingestellt.
80% - 99%	Die Sensitivity sollte um 1 Stufe reduziert werden, um eine unbeabsichtigte Übersteuerung bei Schwankungen der Konzentration zu vermeiden.
≥ 100%	Die Sensitivity muss mind. um 1 Stufe reduziert werden. In den meisten Fällen hat der Detektor die PMT-Empfindlichkeit bereits durch Autoranging reduziert. Sehen sie im Audit-Trail nach und wiederholen Sie mit der dort angegebenen kleinsten Empfindlichkeit nach dem letzten Autoranging die Optimierung ab Schritt 1.

Sind die maximal zu erwartenden Konzentrationen der Analyten unsicher oder nicht bekannt, so sollte die Sensitivity bereits bei kleineren Werten von **MaxPMTSaturation** reduziert werden.

i **Hinweise:** Die mit **MaxPMTSaturation** angezeigte maximale Aussteuerung bezieht sich immer auf die Signale beider PMTs bei den gegebenen Parametern aller Kanäle.

Sie können die Fluoreszenz-Detektion komplett "ausschalten", indem Sie die Sensitivity auf **Off** setzen. Dies kann zum Beispiel nötig sein, wenn Sie das Signal eines vorgeschalteten UV-Detektors für eine höher konzentrierte Probe aufnehmen möchten, oder einen extrem hohen Peak ausblenden möchten, der uninteressant ist aber eine automatische Anpassung der Sensitivity auslöst.

5.7.3 Filtrerrad-Einstellung (nur FLD-3400RS)

Damit Streulicht nicht in den PMT gelangt, werden zwischen Messzelle und Emissions-Monochromator optische Kantenfilter im Lichtweg eingesetzt. Dabei wird Licht herausgefiltert, das durch die direkte Streuung der Lichtquelle entsteht. Zusätzlich lässt ein Gitter-Monochromator aber auch Fraktionen (die Hälfte, ein Drittel, ...) der ausgewählten Wellenlänge passieren. Wird der Emissions-Monochromator zum Beispiel auf 500 nm eingestellt, könnte auch Streulicht 2. Ordnung mit 250 nm von der Probe auf den PMT gelangen. Dieses Streulicht höherer Ordnungen wird ebenfalls durch die Filter eliminiert.

Idealisiert lassen diese Filter alle Wellenlängen passieren, die größer als ihre Grenzwellenlänge sind. Licht, dessen Wellenlänge kleiner als die Grenzwellenlänge ist, wird blockiert. In der Praxis gibt es zwischen Sperr- und Durchlassbereich einen Übergangsbereich, in welchem das Licht mit zunehmender Wellenlänge immer besser transmittiert wird. Abb. 37 zeigt das Transmissionsverhalten des 280 nm-Filters, wie er im FLD-3100 fest vor dem Emissions-Monochromator eingebaut ist.

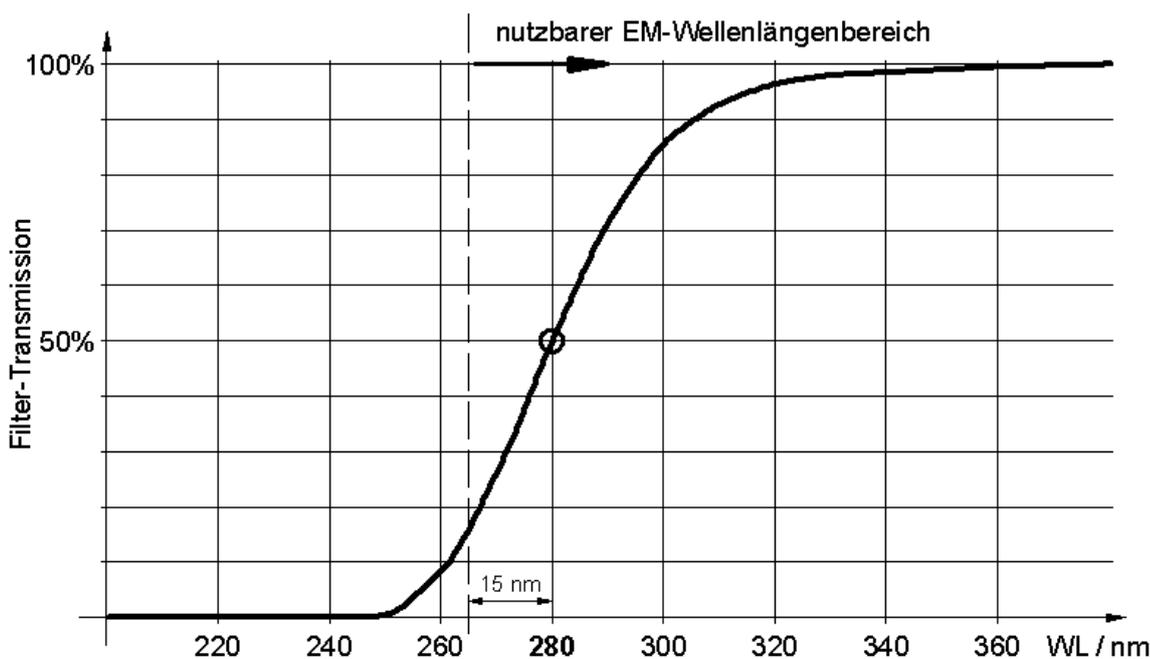


Abb. 37: Transmissionsverhalten des 280 nm-Filters

Beim FLD-3400RS befindet sich ein Filtrerrad vor dem Emissions-Monochromator. Das Filtrerrad trägt mehrere optische Filter mit jeweils unterschiedlichen Grenzwellenlängen. Die Filter verhalten sich qualitativ alle wie in Abb. 37 dargestellt, der Übergangsbereich beträgt ca. +/- 30 nm. Bei der Grenzwellenlänge lassen die Filter ca. 50% des Lichts passieren. Die Einstellung des Filtrerrads kann automatisch oder manuell gewählt werden:

- Bei der Einstellung **Auto** wählt der Detektor automatisch eine Stellung des Filtrerrads aus. Es wird der erste Filter eingestellt, dessen Grenzwellenlänge kleiner als die eingestellte Emissionswellenlänge ist. Dieser Modus ist standardmäßig aktiviert und liefert für die meisten Anwendungen die besten Ergebnisse.

- Sie können die Grenzwellenlänge des Filters manuell wählen. Es stehen Filter mit 280 nm, 370 nm, 435 nm oder 530 nm zur Verfügung. Die eingestellte Emissionswellenlänge darf dabei nicht mehr als 15 nm unter der Grenzwellenlänge des Filters liegen. In Sonderfällen (z.B. wenn die Emissionswellenlänge nahe an der Grenzwellenlänge eines Filters liegt) kann über die manuelle Einstellung ein besseres Ergebnis als mit der Einstellung **Auto** erzielt werden.

Bei der Einstellung **Open** bleibt das Filtrerrad geöffnet. Verwenden Sie diese Einstellung, wenn Sie mit einer Emissionswellenlänge zwischen 220 nm und 280 nm messen möchten.

Wählen Sie die Position des Filtrerrads beispielsweise in Kombination mit dem Zero Order Mode manuell. Hierbei wird der Emissions-Monochromator geöffnet und das emittierte Licht über den gesamten Wellenlängenbereich gemessen. Nutzen Sie den Ausblendfilter dazu, Licht unterhalb der Wellenlänge auszublenden, die für die Anwendung interessant ist. Beachten Sie bei dieser Einstellung, dass meist durch das Streulicht und die Autofluoreszenz des Eluenten (es wird der gesamte spektrale Bereich erfasst!) eine geringere Sensitivity zu wählen ist.

Die Filtrerrad-Einstellung kann für alle Kanäle direkt im Programm-Assistenten festgelegt werden (→ Seite 63).

Weitere Informationen zur Optimierung der Detektorleistung finden Sie im *Fluorescence Method Development Handbook*, das im Lieferumfang des Detektors enthalten ist.

5.7.4 Response Time und Datenaufnahmerate (Data Collection Rate)

 **Hinweis:** Im Multi-Channel-Modus können Sie die Response Time und Datenaufnahmerate nicht direkt wählen, diese werden automatisch festgelegt (→ Seite 84).

Die Response Time ist ein Maß dafür, wie schnell der Detektor auf eine Signaländerung reagiert. Die Datenaufnahmerate gibt an, wie viele Datenpunkte Chromeleon pro Sekunde (Hz) vom Detektor übernimmt und als Rohdaten abspeichert.

Ausgehend von dem Wert, den Sie für die Peakbreite bei halber Peakhöhe vorgegeben haben, berechnet der Programm-Assistent in Chromeleon die Response Time und Datenaufnahmerate automatisch (→ Abb. 31, Seite 64). Wenn Sie eine abweichende Response Time und Datenaufnahmerate wählen möchten, beachten Sie die folgenden Hinweise:

Response Time

- Wählen Sie eine Response Time, die bei circa 1/3 der Peakbreite bei halber Peakhöhe des schmalsten interessanten Peaks liegt. Bei einer längeren Response Time können mehr Signale gemittelt und damit das Kurzzeitrauschen reduziert werden.
- Wenn die Response Time zu lang gewählt wird, kann dies zu reduzierten Peakhöhen und asymmetrischen Peakformen führen. Dicht hintereinander eluierende Peaks können ggf. nicht mehr korrekt getrennt werden. Eine korrekt gewählte Response Time führt zu einer wesentlichen Reduzierung des Basislinienrauschens, reduziert die Peakhöhe jedoch nur geringfügig.

Datenaufnahmerate

- Der FLD kann Daten maximal mit 100 Hz aufnehmen, der FLD-3400RS unter Steuerung ab Chromeleon 7.1 sogar bis zu 200 Hz. Im Lampen-Modus **LongLife** kann eine maximale Datenerfassungsrate von 20 Hz erreicht werden.
- Jeder Peak sollte in der Regel durch wenigstens 20 Datenpunkte definiert werden. Für Chromatogramme mit koeluierenden 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 10,0 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.

5.7.5 Multi-Channel Performance

Bei Anwendungen, bei denen bei mehreren Wellenlängenpaaren gemessen wird, nimmt das Rauschen der Basislinie bei höheren Datenraten zu. Die maximale Datenaufnahmerate hängt von einer Vielzahl von Parametern ab, z.B. von der Anzahl der gemessenen Kanäle und den Wellenlängenbereichen. Im Multi-Channel-Modus werden daher die Datenrate und Response Time automatisch anhand der gewählten Parameter festgelegt. Sie können jedoch die Messqualität (Multi-Channel Performance) festlegen. Diese bestimmt, ob eine Messung schneller, dafür aber mit mehr Rauschen durchgeführt wird, oder ob möglichst wenig Rauschen gewünscht wird, was eine längere Messzeit und daher geringere Datenaufnahmerate bedeutet. Mögliche Werte sind: **UltraFast**, **Fast**, **Standard**, **LowNoise**, **UltraLowNoise**.

Legen Sie die Messqualität direkt im Programm-Assistenten fest (→ Seite 63), nachdem Sie mehrere Kanäle aktiviert haben.

5.7.6 Messzellen-Temperatur

Die Temperatur der Probe hat Einfluss auf deren Fluoreszenz. Bei Fluoreszenz-Detektion besteht daher das Problem, dass Messergebnisse durch Schwankungen der Umgebungstemperatur stark beeinflusst werden können. Der FLD bietet die Möglichkeit, die Messzelle zu heizen und somit die Temperatur in der Messzelle konstant zu halten. Somit wird, unabhängig von äußeren Temperaturschwankungen, immer bei gleicher Temperatur gemessen.

Da die Fluoreszenz einer Probe mit steigender Temperatur abnimmt, sollte die Temperatur nicht zu hoch eingestellt werden. Sie muss jedoch über der Temperatur liegen, die in der Optik des Detektors vorherrscht, die wiederum von der Umgebungstemperatur beeinflusst wird. Wählen Sie die Temperatur daher etwa 15°C über der zu erwartenden Umgebungstemperatur.

Beispiel: Im Labor wird eine maximale Temperatur von 27°C erwartet. Setzen Sie die Messzellen-Temperatur auf 42°C.

Legen Sie die Messzellen-Temperatur und die erlaubte Abweichung im Programm-Assistenten fest (→ Seite 63).

5.7.7 Lampen-Modus

Für die Xenonlampe des FLD stehen drei unterschiedliche Modi zur Verfügung:

- Im Modus **HighPower** blitzt die Lampe mit der höchsten Frequenz. Dieser Modus wird für Anwendungen empfohlen, für die eine höchste Empfindlichkeit gewünscht wird. Er wird außerdem automatisch gewählt, sobald Sie mehrere Wellenlängenkanäle aufnehmen. Die Empfindlichkeit ist etwa doppelt so hoch wie im Modus Standard. Die zu erwartende Lebensdauer der Lampe beträgt etwa 1300 Stunden. Dabei zählt nur die Zeit während der Datenaufnahme.
- Im Modus **Standard** blitzt die Lampe mit einer mittleren Frequenz. Dieser Modus wird für Anwendungen empfohlen, für die eine hohe Empfindlichkeit gewünscht wird. Die zu erwartende Lebensdauer der Lampe beträgt etwa 4000 Stunden. Dabei zählt nur die Zeit während der Datenaufnahme.
- Im Modus **LongLife** blitzt die Lampe mit einer langsameren Frequenz. Wenn Sie in diesem Modus arbeiten, können Sie die Lebensdauer einer Xenonlampe gegenüber dem Modus Standard in etwa vervierfachen. Beachten Sie aber, dass sich das Signal-Rausch-Verhältnis etwa auf die Hälfte reduziert. Die zu erwartende Lebensdauer der Lampe beträgt etwa 16000 Stunden. Dabei zählt nur die Zeit während der Datenaufnahme.

Dieser Modus unterstützt nur Datenerfassungsraten bis 20 Hz. Wenn Sie den Modus **LongLife** und eine Datenerfassungsrate von über 20 Hz gewählt haben, wird die Datenerfassungsrate automatisch reduziert.

Der Lampen-Modus kann direkt im Programm-Assistenten festgelegt werden (→ Seite 63), wenn nur ein Wellenlängenkanal gewählt wurde.

i Hinweis: Sie können den Lampen-Modus während einer Messung wechseln, also z.B. vom **LongLife**-Modus (zwischen den Peaks) in den **Standard**- oder **HighPower**-Modus (für die interessierenden Bereiche) wechseln. Hierdurch kann die Lebensdauer der Lampe erhöht werden, ohne dass die Messung an den wichtigen Stellen an Empfindlichkeit einbüßt. Weitere Informationen zum Umgang mit den Modi der Xenonlampe finden Sie im *Fluorescence Method Development Handbook* zum Detektor.

5.7.8 Basislinienverhalten

Werden im Laufe eines Programms Wellenlängen geschaltet oder auch die Sensitivity, Filterrad-Einstellung oder die PMT-Einstellung verändert, so kann es im Chromatogramm zu Sprüngen im Basislinienverlauf kommen. Sie können daher festlegen, wie die Basislinie in diesen Fällen weitergeführt werden soll. Legen Sie fest, ob automatisch ein Autozero, d.h. ein Nullabgleich des Signals, durchgeführt wird (**Zero**), ob die Basislinie automatisch an das bisherige Signal angehängt wird (**Append**), oder ob die Basislinie auf den neuen Wert "springt" (**Free**).

Festlegen des Baslinienverhaltens in Chromeleon

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
2. Klicken Sie auf **BaselineBehavior**.
3. Wählen Sie eine Einstellung aus der Liste aus.
4. Klicken Sie auf **Execute**.

i Hinweis: Sie können jederzeit über den Befehl **AutoZero** einen Nullabgleich durchführen, d.h. die gemessene Intensität zum Zeitpunkt des Autozero wird von den in der Folge gemessenen Intensitäten subtrahiert. Wählen Sie für das Autozero immer einen Zeitpunkt, in dem keine Probe durch die Messzelle fließt. Die Werte werden gespeichert und können über den Befehl **ClearAutoZero** wieder zurückgesetzt werden.

5.8 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. Weitere Informationen zu den genannten Funktionen finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon.

Wie Sie die verbleibende Betriebsdauer der Lampe prüfen können, lesen Sie in Kapitel 7.2 (→ Seite 106).

5.8.1 Wellenlängenkalibrierung und -verifizierung

Eine einfache Kalibrierung wird beim Einschalten des Detektors durchgeführt. Hierfür muss eine Messzelle im Detektor installiert sein. Die Zusammensetzung des Eluenten in der Messzelle sollte für die Dauer der Kalibrierung nicht verändern und es sollten sich keine Luftblasen in der Messzelle befinden. Erscheint beim Einschalten des Detektors die Meldung "Not calibrated", prüfen Sie, dass diese Bedingungen erfüllt sind, und führen Sie in Chromeleon den Befehl **Calibrate** aus.

Darüber hinaus können Sie jederzeit die Wellenlängenkalibrierung mit Wasser (Raman-Messung) überprüfen. Schlägt die Verifizierung fehl, d.h. wurden deutliche Abweichungen in der Kalibrierung festgestellt, können Sie eine Wellenlängenkalibrierung mit Wasser (Raman-Messung) durchführen. Bei der Wellenlängenkalibrierung wird das Lichtspektrum der Xenon-Blitzlampe zur Kalibrierung der Anregungswellenlänge verwendet. Anschließend wird der Emissions-Monochromator anhand des Maximums des Raman-Emissionspektrums (397 nm) justiert.

Sowohl für die Wellenlängenverifizierung als auch für die Raman-Wellenlängenkalibrierung *müssen* folgende Bedingungen erfüllt sein:

- Das System ist äquilibriert und die Umgebungsbedingungen sind stabil.
- Es befinden sich keine Luftblasen in der Messzelle. Es wird empfohlen, das Wasser zu entgasen. Stellen Sie eine Flussrate von 0,5 mL/min ein und warten Sie ca. 15 Minuten, bevor Sie beginnen, bis die Basislinie ausreichend stabil ist.
- Das Wasser weist keine Verunreinigungen auf. Verwenden Sie nur Wasser in Fluoreszenz-Qualität und verwenden Sie ggf. einen Filter oder eine geeignete Säule vor dem Detektor.

Verifizieren der Wellenlängengenauigkeit

Sie können die Wellenlängengenauigkeit über Chromeleon verifizieren. Die Wellenlängenverifizierung kann einige Minuten in Anspruch nehmen. In dieser Zeit kann keine Datenaufnahme erfolgen.

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
2. Starten Sie die Verifizierung über den Befehl **ValidateRaman**.

Es erscheint folgende Meldung in Chromeleon:

Make sure that

- the system is equilibrated and conditions are stable
- fluorescence-grade water is flowing through the cell
- the water is degassed (no air bubbles) and free of particles

Bestätigen Sie die Meldung mit **OK**, wenn Sie sicher sind, dass die oben genannten Bedingungen erfüllt sind.

Im Chromeleon Audit Trail wird das Ergebnis (passed/failed) angezeigt:

Passed: Die Genauigkeit der Kalibrierung liegt im Bereich der erlaubten Abweichung. Die genaue gemessene Wellenlänge können Sie unter **RamanValidationWL** ablesen. Der Idealwert der Messung liegt bei 397 nm.

Failed: Die Kalibrierung des Detektors ist nicht ausreichend. Führen Sie eine Wellenlängenkali brierung (→ Seite 88) durch. Wenn die Wellenlängenverifizierung auch nach einer Kalibrierung erneut fehlschlägt, prüfen Sie die Ursachen und Abhilfemaßnahmen im Kapitel 6.3 (→ Seite 98).

Wellenlängenkali brierung

Sie können die Wellenlängenkali brierung über Chromeleon durchführen. Die Wellenlängenkali brierung kann einige Minuten in Anspruch nehmen. In dieser Zeit kann keine Datenaufnahme erfolgen.

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
2. Starten Sie die Kali brierung über den Befehl **CalibrateRaman**. Es erscheint folgende Meldung in Chromeleon:

Make sure that

- the system is equilibrated and conditions are stable
- fluorescence-grade water is flowing through the cell
- the water is degassed (no air bubbles) and free of particles

Bestätigen Sie die Meldung mit **OK**, wenn Sie sicher sind, dass die oben genannten Bedingungen erfüllt sind.

3. Die neuen Kali brierwerte werden im Detektor gespeichert.
4. Führen Sie eine Wellenlängenverifizierung durch.

5.8.2 Aufzeichnen der Messzellen-Temperatur

Der Kanal **FLD_FlowCell** für die Aufnahme der Messzellen-Temperatur steht im Dialogfenster **Commands** für den Detektor und auf der Seite **FLD Options** des Programm-Assistenten (→ Seite 63) zur Verfügung.

Thermo Fisher Scientific empfiehlt, die Messzellen-Temperatur immer mit aufzuzeichnen. Im Fall einer Störung kann das Temperatursignal hilfreiche Hinweise auf die Ursache der Störung liefern.

5.8.3 Aktive Überwachung von Verschleißteilen (Predictive Performance)

Predictive Performance (= aktive Überwachung der wichtigsten Verschleißteile) unterstützt Funktionen zur Lebensdauerprognose von Verschleißteilen sowie zur Kontrolle und Dokumentation von Service- und (Re-)Qualifizierungsmaßnahmen.

Geben Sie nach ...	folgenden Befehl ...
einem Service (z.B. jährliche Wartung)	ServiceDone
einer Qualifizierung	QualificationDone

Damit werden die entsprechenden Zähler zurückgesetzt und das Datum eingetragen, an dem die Maßnahme erfolgt ist.

Steuerfenster

Auf dem Steuerfenster für den Detektor stehen Befehle und Zähler für die Predictive Performance über die Schaltflächen **Qualification** und **Service** zur Verfügung. Sie können Grenzwerte und Toleranzfristen für Service- und Qualifizierungstermine eingeben. Darüber hinaus zeigen Statusbalken die Qualifizierungs- und Serviceintervalle optisch an.

Farbe	Beschreibung
Grün	OK.
Gelb	Der Grenzwert ist fast erreicht oder das entsprechende Teil sollte demnächst gewartet oder getauscht werden.
Orange	(Nur bei Anzeigen für die Eigenschaft "Qualification"). Der Grenzwert ist erreicht. Es gibt jedoch noch eine Toleranzfrist (Grace Period), in der das Gerät weiter verwendet werden darf.
Rot	Der Grenzwert ist erreicht und ein Austausch, Service oder Qualifizierung des Gerätes ist überfällig. Das Gerät kann nicht mehr betrieben werden. Darüber hinaus ist es auch nicht möglich, einen Batch zu starten.

5.8.4 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.

5.9 Außerbetriebnahme des Detektors

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

- Achten Sie darauf, dass immer eine Messzelle oder die mitgelieferte Abdeckung installiert ist, auch bei Betriebsunterbrechungen. Andernfalls kann die Optik durch eintretenden Staub beschädigt werden.
- Spülen Sie die Messzelle von Lösungsmitteln frei. Verwenden Sie dazu beispielsweise Isopropanol. Sie können die ausgebaute Messzelle mit Hilfe des optional erhältlichen Spül- und Injektionskits (Best.-Nr. 6078.4200) spülen. Bei längeren Standzeiten sollten die Messzellen nicht mit reinem Wasser gefüllt sein, um Algenbildung zu vermeiden. Geben Sie z.B. einen geeigneten Anteil Isopropanol bei und verschließen Sie den Eingang und Ausgang der Messzelle mit den Stopfen, die bei Auslieferung an der Messzelle installiert waren (→ Abb. 19, Seite 50). Wenn Sie andere Stopfen verwenden und diese zudrehen, kann dies die Messzelle zerstören.
- Versenden Sie das Gerät immer *ohne* Messzelle und installieren Sie die dafür vorgesehene Abdeckung über dem Messzellenschacht. Die Messzelle muss in der original Messzellen-Verpackung versendet werden.
- Versenden Sie das Gerät 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 für Dionex HPLC-Produkte bestellen. Die Verpackungsvorschrift ist im Ordner "Installation and Qualification Documents for Chromatography Instruments" enthalten und auch auf Anfrage erhältlich.

Wenn der Detektor über Chromeleon gesteuert wird, können Sie, wie in den nachfolgenden Abschnitten kurz beschrieben, den Detektor und das HPLC-System über Chromeleon in den Standby-Modus setzen oder automatisiert herunterfahren.

Standby-Programm

Ein Standby-Programm versetzt das HPLC-System in den Bereitschaftszustand. Dadurch kann die jeweilige Applikation schnell wieder aktiviert werden. Der Fluss wird am Programmende automatisch verringert, die Temperatur aller temperaturgesteuerten Systemmodule, z.B. der Messzellen-Heizung beim FLD, kann reduziert oder die Regelung ausgeschaltet werden.

Shutdown-Programm

Ein Shutdown-Programm fährt das HPLC-System automatisch herunter. Der Fluss wird am Programmende automatisch gestoppt. Bestimmte Systemfunktionen werden abgeschaltet (z.B. Detektorlampen, Temperaturregelung, z.B. des Säulenofens und der Messzellen-Heizung beim FLD).

Erstellen eines Standby- oder Shutdown-Programms

Wählen Sie eine der folgenden Alternativen:

- Wählen Sie die erforderlichen Befehle und Parameter im Dialogfenster **Commands** aus.
- Automatisieren Sie die Außerbetriebnahme, indem Sie ein entsprechendes Programm erstellen und ablaufen lassen (→ Seite 63).
- Verwenden Sie den SmartShutdown-Assistenten (siehe unten), um das Programm zu erstellen und ablaufen zu lassen.

Erstellen eines Programms über den SmartShutdown-Assistenten

1. Öffnen Sie den Assistenten über **SmartShutdown** im Menü **Batch**.
2. Folgen Sie den Instruktionen auf den einzelnen Seiten des Assistenten. Klicken Sie auf die Schaltfläche **Hilfe**, wenn Sie weitere Informationen zu einer Seite benötigen.
3. Nach Beendigung des Assistenten
 - ◆ erstellt Chromeleon das entsprechende Programm und speichert es unter der Zeitbasis ab, für die das Programm erstellt wurde.
 - ◆ öffnet Chromeleon das Dialogfenster **Start Batch on**.

Wählen Sie das Programm aus und starten Sie es mit **Start**.

Weitere Informationen zum SmartShutdown-Assistenten finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon.

5.10 Wartung und Wartungsintervalle

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

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.
Regelmäßig	Überprüfen Sie den Schlauch zur Ableitung von Flüssigkeit bei einer Undichtigkeit innerhalb des Detektors. Dieser Schlauch ist an dem Ablauf vorne rechts am Detektor angeschlossen (→ Seite 43). Der Schlauch darf nicht abgeknickt sein und an keiner Stelle höher liegen als der Anschluss-Stutzen. Entleeren Sie den Abfallbehälter, wenn erforderlich.
	Überwachen Sie die Lampe (→ Seite 106).
Jährlich	Lassen Sie den Kundendienst eine regelmäßige Überprüfung auf Verschmutzung, Abnutzung, usw. in Abständen von circa 1 Jahr durchführen

i Hinweis: Unter Chromeleon stehen Funktionen zur Überwachung von Qualifizierungs- und Service-Intervallen zur Verfügung (→ Seite 89).

6 Fehlersuche

6.1 Übersicht

Bei der Erkennung und Behebung von Fehlern, die beim Betrieb des Detektors oder eines UltiMate 3000-Systems auftreten können, helfen Ihnen:

Statusanzeigen

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 17).

Fehlermeldungen

Wird während des Betriebs des Detektors ein Fehler erkannt, erscheint eine entsprechende Meldung auf dem Gerätedisplay. Im Kapitel Meldungen auf dem Gerätedisplay finden Sie zu jeder Meldung Vorschläge für Abhilfemaßnahmen (→ Seite 94). Wird der Detektor unter Chromeleon betrieben, wird der Fehler auch im Chromeleon Audit Trail protokolliert.

 **Hinweis:** Hinweise zu Störungen, die beim Betrieb eines UltiMate 3000-Systems auftreten können, finden Sie im Kapitel Mögliche Störungen (→ Seite 98).

Wenn Sie den Fehler nicht mit Ihren Mitteln beheben können, wenden Sie sich an den Thermo Fisher Scientific-Kundendienst für Dionex HPLC-Produkte.

6.2 Meldungen auf dem Gerätedisplay

Tritt während des Betriebs des Detektors ein Fehler auf, leuchtet die LED **Status** auf der Gerätevorderseite rot (bzw. orange) und es erscheinen eine oder mehrere Meldungen auf dem Detektor-Display. In der Navigationsleiste erscheinen dann die Funktionstasten **Prev**, **Next** und **Clear**.

Um ...	Wählen Sie ...
zur vorherigen Meldung zurück zu gelangen.	Prev
zur nächsten Meldung weiter zu gehen.	Next
die Meldung vom Gerätedisplay zu löschen.	Clear

Diese Tasten sind auch aktiv, wenn der Detektor mit Chromeleon verbunden ist.

Wenn der Detektor mit Chromeleon verbunden ist

- wird der Fehler auch im Chromeleon Audit Trail protokolliert.
- können Meldungen auf dem Gerätedisplay auch über den Chromeleon-Befehl **ClearDisplayError** gelöscht werden.

Die nachfolgende Tabelle listet die wichtigsten Meldungen auf, die beim Betrieb des Detektors auftreten können, und nennt mögliche Abhilfemaßnahmen. Zusätzlich zu den genannten Meldungen können noch weitere Meldungen erscheinen. Wenden Sie sich in diesem Fall mit dem genauen Wortlaut der Meldung an den Kundendienst.

Meldung	Abhilfe
Command rejected - device is busy.	Warten Sie, bis der Detektor den aktuellen Befehl ausgeführt hat und versuchen Sie es erneut.
Command rejected - device standby.	Der Detektor wurde über den Standby-Schalter ausgeschaltet. Schalten Sie den Detektor ein und versuchen Sie es erneut.
Data not available	Überprüfen Sie, dass eine Messzelle ordnungsgemäß installiert ist. Öffnen und schließen Sie den Frontdeckel. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
Download failed.	Der Firmware-Download ist fehlgeschlagen. Wiederholen Sie den Firmware-Download.
Download firmware mismatch.	Prüfen Sie, dass Sie die richtige Firmware-Datei ausgewählt haben. Wiederholen Sie den Firmware-Download.
Flow cell found. CalibrateRaman recommended.	Es wurde eine neue Messzelle erkannt. Es wird empfohlen, eine Raman-Wellenlängenkalibrierung durchzuführen (→ Seite 88), da ohne Kalibrierung die Wellenlängen bis zu einigen nm von der tatsächlichen Wellenlänge abweichen können.
Flow cell ID chip not found.	Überprüfen Sie, dass eine Messzelle ordnungsgemäß installiert ist. Öffnen und schließen Sie die Detektorfront. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.

Meldung	Abhilfe
Flow cell temperature sensor not found.	Überprüfen Sie, dass eine Messzelle ordnungsgemäß installiert ist. Öffnen und schließen Sie die Detektorfront. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
ID bus controller error	Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
ID bus short circuit detected.	Entnehmen Sie die Messzelle. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein. Tritt der Fehler nach dem Einsetzen der Messzelle erneut auf wenden Sie sich an den Kundendienst.
Internal hardware configuration failure.	Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
Invalid PMT selection for excitation scan.	Bei einem Excitation Scan können Sie niemals beide PMTs (PMT1 und PMT2) als Scan-Detektoren auswählen. Wählen Sie den Standard- (PMT1) <i>oder</i> den Infrarot-PMT (PMT2) aus.
Leak detected.	Der Leaksensor hat angesprochen. Überprüfen Sie die Messzelle. Ziehen Sie gegebenenfalls undichte Verbindungen nach. Trocknen Sie den Leaksensor (→ Seite 111).
Leak detected - eliminate within approx. x seconds.	Der Leaksensor hat angesprochen. Überprüfen Sie die Messzelle. Ziehen Sie gegebenenfalls undichte Verbindungen nach. Trocknen Sie den Leaksensor (→ Seite 111).
Memory failure - flash access error.	Der Firmware-Download ist fehlgeschlagen. Wiederholen Sie den Firmware-Download.
No flowcell found.	Überprüfen Sie, dass eine Messzelle ordnungsgemäß installiert ist. Die Lampe wird automatisch ausgeschaltet, wenn keine Messzelle erkannt wurde.
Not calibrated.	Der Detektor ist nicht kalibriert. Prüfen Sie, dass eine Messzelle korrekt installiert ist, sowie dass sich die Eluentenzusammensetzung in der Messzelle nicht ändert und sich keine Luftblasen in der Messzelle befinden. Öffnen und schließen Sie dann den Frontdeckel.
Overflow - scan data invalid.	Signalüberlauf. Wiederholen Sie den Scan mit einer geringeren Sensitivity.
Qualification interval warning % days remaining.	Das Qualifizierungs-Intervall läuft nach der angegebenen Anzahl der Tage ab. Führen Sie eine Qualifizierung durch.
Qualification out of date or missing.	Das Qualifizierungs-Intervall ist abgelaufen. Führen Sie eine Qualifizierung durch.
PMT Autorange for <CHANNEL> ignored, (...).	Der Detektor konnte kein Autoranging (automatische Reduzierung der Sensitivity bei Übersteuerung) durchführen, da die Sensitivity gleichzeitig manuell geändert wurde.
PMT sensitivity autorange for <CHANNEL> -new sensitivity is x.	Die Sensitivity musste automatisch reduziert werden. Wählen Sie eine geeignete Sensitivity (→ Seite 78) und wiederholen Sie den Vorgang. Im Chromeleon Audit Trail finden Sie ebenfalls eine Warnung, x gibt den Wert der Sensitivity nach der automatischen Anpassung an. Verwenden Sie diesen Wert in Ihrer Methode, wenn Sie mit ähnlichen Konzentrationen rechnen.

Meldung	Abhilfe
PMT sensitivity change aborted autorange for <CHANNEL>.	Die Sensitivity wurde während des Autoranging (automatische Reduzierung der Sensitivity bei Übersteuerung) manuell geändert.
PMT sensitivity restored for <CHANNEL> - new sensitivity is x.	Die Sensitivity wurde nach einer automatischen Anpassung wieder auf den Ausgangswert (=x) zurückgesetzt.
Scan command with equal start and end position.	Stellen Sie für den Wellenlängen-Scan einen unterschiedlichen Start- und Endpunkt für den Wellenlängenbereich ein.
Service interval expired.	Das Service-Intervall ist abgelaufen. Lassen Sie vom Kundendienst eine Systemüberprüfung durchführen.
Service interval warning - % days remaining.	Das Service-Intervall läuft nach der angegebenen Anzahl der Tage ab. Lassen Sie vom Kundendienst eine Systemüberprüfung durchführen.
Signal overflow in channel xxx.	Das Referenzsignal ist zu gering (hohe Absorption, großes PMT-Signal). Prüfen Sie, ob die Messzelle kontaminiert ist. Reinigen Sie gegebenenfalls die Messzelle oder tauschen Sie diese aus. Prüfen Sie, ob das Lösungsmittel zu hoch konzentriert ist. Evtl. ist die Lampe zu alt und muss ausgetauscht werden.
System fan operation failure.	Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
System overtemperature detected.	Überprüfen Sie, dass die Lüftungsschlitze an den Gehäuseseiten nicht verdeckt sind und dass der Platz hinter und neben dem Gerät ausreichend ist für die Belüftung. Senken Sie gegebenenfalls die Raumtemperatur.

Wenn der Detektor unter Chromeleon betrieben wird und keine Kommunikation zwischen dem Detektor und Chromeleon aufgebaut werden kann, können entsprechende Meldungen im Chromeleon Audit Trail erscheinen.

Meldung	Abhilfe
FLD-3100@USB-1610103 - Device not found on the USB.	Die USB-Verbindung zwischen dem Detektor und dem Chromeleon-Server ist unterbrochen. Prüfen Sie die USB-Verbindung. Die Stromversorgung des Detektors ist unterbrochen. Prüfen Sie die Verbindung des Detektors zum Stromnetz.
Error opening FLD-3100 @USB-1610103 – The System cannot find the file specified	Die USB-Verbindung zwischen dem Detektor und dem Chromeleon-Server ist unterbrochen. Prüfen Sie die USB-Verbindung. Die Stromversorgung des Detektors ist unterbrochen. Prüfen Sie die Verbindung des Detektors zum Stromnetz.
Error issuing control request to FLD-3100@USB-1610103	Der Chromeleon-Server kann keine Verbindung zum Detektor aufnehmen. Prüfen Sie die USB-Verbindung. Prüfen Sie die Verbindung des Detektors zum Stromnetz. Löschen Sie gegebenenfalls den in der Meldung angegebenen Detektor aus der Konfiguration oder wählen in der Serverkonfiguration einen anderen Detektor aus.
Error reading from FLD-3100 @USB-1610103 Data error (cyclic redundancy check)	Prüfen Sie die USB Verbindung; die USB-Kabellänge darf 5 m zum nächsten Hub nicht überschreiten. Die maximale Gesamtkabellänge einschließlich der Hub-Verbindungen darf 30 m nicht überschreiten. Ersetzen Sie ein evtl. fehlerhaftes USB-Kabel oder Hub.
Error reading from FLD-3100 @USB-1610103	Die USB-Verbindung zwischen dem Detektor und dem Chromeleon-Server ist unterbrochen. Prüfen 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, deren mögliche Ursachen sowie 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. Das Gerät ist im Standby-Modus. Helligkeit und/oder Kontrast der Displayanzeige ist falsch eingestellt. Die Sicherung ist defekt. Die Ersatzsicherung brennt sofort durch. Fehler in der Elektronik.	Schließen Sie das Netzkabel an. Schalten Sie den Netzschalter ein. Drücken Sie die Taste Standby auf der Gerätevorderseite. Stellen Sie die Helligkeit bzw. den Kontrast in Chromeleon richtig ein (→ Seite 68). Ersetzen Sie die Sicherungen (→ Seite 112). 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.	Überprüfen Sie das USB-Kabel und die Verbindung zum Rechner. Überprüfen Sie die USB-Schnittstelle am Rechner. Sie muss den Standard USB 1.1 erfüllen.
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.	Überprüfen Sie die Kapillaren im System schrittweise vom Detektor zur Pumpe, entfernen Sie die Blockade oder tauschen Sie die Kapillaren aus.

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Probenlauf beginnt erst nach langer Zeit oder überhaupt nicht.	Die Messzelle wird noch vorgeheizt.	Prüfen Sie die eingestellte Temperatur für die Messzelle. Bei hohen Flüssen kann ggf. die gewünschte Temperatur nicht erreicht werden. Wählen Sie eine niedrigere Temperatur.
Starkes Rauschen, unregelmäßige Schwankungen der Basislinie/ der Raman S/N-Wert wird nicht erreicht	Der Eluent ist verunreinigt, oder nicht von ausreichender Qualität. Der Detektor ist defekt. Die Detektorlampe ist zu alt. Die Signalparameter wurden falsch gewählt. Die Messzelle ist kontaminiert. Das Wasser ist verunreinigt.	Tauschen Sie den Eluenten aus. Achten Sie auf Fluoreszenz-Qualität. Wenden Sie sich an den Kundendienst. Wenden Sie sich an den Kundendienst. Beachten Sie die Hinweise zur Optimierung der Parameter (→ Seite 78). Wählen Sie geeignete Wellenlängen (→ Seite 75). Spülen Sie die Messzelle (→ Seite 107). Verwenden Sie Wasser in Fluoreszenz-Qualität.
Periodische Schwankungen der Basislinie, Pulsation	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>).
Peak-Tailing	Das Extrasäulenvolumen ist zu groß. Die Kapillarverbindungen sind schlecht. Messzelleneingang und -ausgang wurden vertauscht.	Verwenden Sie kurze Kapillaren mit geeignetem Innendurchmesser. Verwenden Sie andere Kapillaren, z.B. Viper-Kapillaren. Prüfen Sie, dass die Messzelle korrekt angeschlossen ist.
Senkrechte Linien im Peak	Die Sensitivity musste vom System angepasst werden. Es treten Linien im Peak auf.	Wählen Sie eine niedrigere Sensitivity. Ob diese automatisch angepasst wurde, können Sie dem Chromeleon Audit Trail entnehmen.

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Peakverbreiterung, Peak-Tailing, hohe Totzeit	<p>Es wird eine Kapillare mit einem zu großen Innendurchmesser verwendet.</p> <p>Die Kapillarverbindungen sind schlecht.</p> <p>Das Messzellenvolumen ist zu groß. Es sollte 1/10 des kleinsten Peakvolumens nicht überschreiten.</p> <p>Der Eluentenfilter ist verstopft.</p> <p>Die Kapillaren sind verstopft, oder die Kapillarverbindungen schlecht..</p> <p>Die Probenschleife ist verstopft.</p> <p>Das Proportionsventil der Pumpe ist defekt.</p> <p>Die Trennsäule ist überladen oder verschmutzt.</p> <p>Das Laufmittel hat sich verändert.</p> <p>Messzelleneingang und -ausgang wurden vertauscht.</p> <p>Die Response Time wurde zu groß gewählt.</p>	<p>Verwenden Sie eine andere Kapillare.</p> <p>Verwenden Sie andere Kapillaren, z.B. Viper-Kapillaren.</p> <p>Verwenden Sie eine Mikro-Messzelle mit kleinerem Volumen.</p> <p>Prüfen Sie den Eluentenfilter auf Durchlässigkeit; tauschen Sie gegebenenfalls die Filterfritten aus (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).</p> <p>Tauschen Sie die Kapillaren aus. Verwenden Sie andere Kapillaren, z.B. Viper-Kapillaren.</p> <p>Tauschen Sie die Probenschleife aus (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Wenden Sie sich an den Kundendienst.</p> <p>Reinigen oder ersetzen Sie die Säule.</p> <p>Verwenden Sie einen neuen Eluenten.</p> <p>Prüfen Sie, dass die Messzelle korrekt angeschlossen ist.</p> <p>Wählen Sie eine geeignete Response Time, z.B. mit Hilfe des Chromeleon Programm-Assistenten (→ Abb. 31)</p>
Reproduzierbar auftretende Störpeaks im Chromatogramm	<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 an anderen Stellen im System auf.</p>	<p>Spülen Sie die Degaserkanäle (→ <i>Handbuch zum Solvent Rack</i> oder <i>Pumpenhandbuch</i>).</p> <p>Verwenden Sie frische und geeignete Laufmittel.</p> <p>Reinigen Sie das System mit einem geeigneten Lösungsmittel.</p>
Einzelne breitere Störpeaks im Chromatogramm	<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>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Spikes	<p>Es gibt Luftblasen in der Messzelle.</p> <p>Die Detektorlampe ist veraltet oder nicht korrekt installiert.</p> <p>Es treten elektrische Störungen von anderen Geräten auf.</p> <p>Die Säulentemperatur liegt deutlich über dem Siedepunkt der mobilen Phase.</p> <p>Die Messzellentemperatur liegt nahe dem Siedepunkt der mobilen Phase.</p>	<p>Überprüfen Sie die Verbindungen auf Dichtigkeit. Entgasen Sie die mobile Phase.</p> <p>Wenden Sie sich an den Kundendienst.</p> <p>Isolieren Sie die Stromzufuhr von anderen Geräten. Installieren Sie ggf. eine unterbrechungsfreie Stromversorgung (USV).</p> <p>Installieren Sie einen Rückdruckregulator am Ausgang der Messzelle. Verwenden Sie einen Post-Column Cooler (→ <i>Handbuch zum TCC-3000RS</i>).</p> <p>Schalten Sie die Messzellenheizung aus.</p>
Negative Peaks	<p>Lösungsmittel der Probe und mobile Phase unterscheiden sich in der Zusammensetzung.</p> <p>Die Fluoreszenz des Lösungsmittels, in dem die Substanz gelöst ist, ist geringer als die Autofluoreszenz der mobilen Phase.</p> <p>Die Fluoreszenz der Substanz oder des Eluenten wird durch andere Bestandteile gequencht.</p> <p>Falsche Polarisierung des Analoganschlusses.</p>	<p>Lösen Sie die Probe in der mobilen Phase.</p> <p>Messen Sie auf einem anderen Wellenlängenpaar. Verwenden Sie eine mobile Phase mit geringerer Hintergrundfluoreszenz.</p> <p>Ggf. können die negativen Peaks zur Auswertung herangezogen werden.</p> <p>Prüfen Sie die Polarisierung am Analoganschluss.</p>
Die Wellenlängenverifizierung schlägt fehl.	<p>Die Messzelle ist nicht korrekt eingebaut.</p> <p>Die Kalibrierung der Wellenlänge liegt nicht im akzeptablen Bereich.</p> <p>Die Messzelle ist kontaminiert.</p> <p>Im System herrschen nicht die erforderlichen Bedingungen.</p>	<p>Prüfen Sie, dass die Messzelle korrekt sitzt und dass die Schrauben fingerfest angezogen sind.</p> <p>Führen Sie eine Wellenlängenkalibrierung durch (→ Seite 87).</p> <p>Spülen Sie die Messzelle (→ Seite 107).</p> <p>Beachten Sie die Bedingungen auf Seite 87. Wird der Vorgang wiederholt abgebrochen, wenden Sie sich an den Kundendienst.</p>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
<p>Schlechte Präzision der Peakflächen</p>	<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 tritt Verschleppung auf.</p> <p>Die Kapillarverbindungen sind nicht korrekt befestigt oder undicht.</p> <p>Es gibt Totvolumina in den Kapillarverbindungen.</p> <p>Die Kolbendichtringe sind undicht.</p> <p>Es befindet sich Luft im Arbeitskolben.</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) (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Wählen Sie eine niedrigere Ansauggeschwindigkeit (DrawSpeed) (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>). Entgasen Sie die Probe, wenn möglich.</p> <p>Tauschen Sie die Probennadel aus (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>→ <i>Autosampler-Handbuch</i></p> <p>Spülen Sie die Nadel mit einem geeigneten Lösungsmittel (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Kontrollieren und ziehen Sie die Fittingverbindungen nach. Tauschen Sie gegebenenfalls den Nadelsitz aus (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Tauschen Sie die gegebenenfalls Probennadel aus (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Ersetzen Sie die Fittingverbindungen und achten Sie auf die korrekte Installation der Verbindungen. Verwenden Sie wenn möglich Viper-Kapillarverbindungen.</p> <p>Tauschen Sie die Dichtungen aus (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).</p> <p>Entlüften und überprüfen Sie die Pumpe (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).</p>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
<p>Schlechte Präzision der Peakflächen (Fortsetzung)</p>	Die Pumpe pulsiert.	Verwenden Sie entgastetes Lösungsmittel.
	Der Gradient ist nicht reproduzierbar.	<p>Ändern Sie den Gradienten. Prüfen Sie die Pumpenfunktion und Entgasung. Überprüfen Sie die Ansaugfritten auf Verstopfung. Tauschen Sie die Fritten gegebenenfalls aus.</p>
	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 "Periodische Schwankungen der Basislinie, Pulsation"
	Die Emissions-Wellenlänge ist falsch gewählt, z.B. auf einer Flanke des UV-Spektrums.	Wählen Sie die Emissions-Wellenlänge nahe des Spektrenmaximums. Ggf. sind Wellenlängenschaltungen notwendig.
	Die Response Time ist zu klein.	Wählen Sie eine geeignete Response Time, z.B. mit Hilfe des Chromeleon Programm-Assistenten (→ Abb. 31)
	Die Umgebungsbedingungen sind instabil.	Sorgen Sie für gleichmäßige Temperatur und Luftfeuchtigkeit (evtl. Säulentermostat). Thermostatisieren Sie die Säule und/oder die Messzelle. Vermeiden Sie Zugluft.
<p>Es treten Verschmutzungen im System auf. Die Sensitivity musste vom System angepasst werden.</p>	<p>Reinigen Sie das System mit einem geeigneten Lösungsmittel. Wählen Sie eine geeignete Sensitivity. Ob diese automatisch angepasst wurde, können Sie dem Chromeleon Audit Trail entnehmen.</p>	

7 Service

7.1 Allgemeine Hinweise und Sicherheitsmaßnahmen

In den nachfolgend beschriebenen Abschnitten erhalten Sie detaillierte Informationen zu all jenen Service- und Reparaturarbeiten, die Sie als Anwender ausführen können. Weitergehende Reparaturarbeiten 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 Servicearbeiten die in dieser Anleitung angegebenen Sicherheitshinweise.
- Verwenden Sie ausschließlich die von Thermo Fisher Scientific für das Gerät autorisierten Original-Ersatz- und Zubehörteile.
- Falls der Detektor zur Reparatur zurückgeschickt werden muss, wenden Sie sich zunächst an den Thermo Fisher Scientific Kundendienst für Dionex HPLC-Produkte. Für die Rücksendung ist eine RMA- (Return Material Authorization) Nummer erforderlich. Der Transport darf nur in der Originalverpackung unter Beachtung der Verpackungsvorschrift erfolgen. Erfolgt die Einsendung nicht in der Originalverpackung, entfällt die Gerätegarantie.

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

Hinweise zur Außerbetriebnahme des Detektors erhalten Sie auf Seite 90.

7.2 Lampe

Die Lampe darf nur vom Thermo Fisher Scientific-Kundendienst ausgetauscht werden. Versuchen Sie keinesfalls, die Lampe selbst zu tauschen oder das Gehäuse zu öffnen.

Sie können die Betriebsdauer der Lampe überwachen. Diese Funktion soll helfen, festzustellen, wann eine Lampe ausgetauscht werden muss.

Betriebsdauer der Lampe

i Hinweis: Durch Umschalten in den Modus **LongLife** können Sie die Lebensdauer einer Xenonlampe gegenüber dem Modus **Standard** in etwa vervierfachen. Beachten Sie aber, dass die Empfindlichkeit etwa um die Hälfte geringer ist.

Chromeleon berechnet anhand der Anzahl der Lampenblitze einen Wert, der angibt, wie viele Stunden die Lampe betrieben wurde. Dabei geht die Berechnung vom Lampen-Modus **Standard** aus. Für die Berechnung der Betriebsdauer wird eine Stunde unterschiedlich gewichtet, abhängig vom gewählten Lampen-Modus:

Modus	1 Betriebsstunde wird gezählt als ...	Zu erwartende Lebensdauer
LongLife	0,25 Stunden	ca. 16000 Stunden
Standard	1 Stunde	ca. 4000 Stunden
HighPower	3 Stunden	ca. 1300 Stunden

Beispiel: Wenn Chromeleon für die Betriebsdauer der Lampe 2000 Stunden angibt, bedeutet dies, dass die Lampe etwa die Hälfte Ihrer zu erwartenden Lebensdauer erreicht hat. Wenn Sie die Lampe im Modus **LongLife** betreiben sind also in etwa noch weitere 8000 Betriebsstunden zu erwarten.

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
2. Wählen Sie den Parameter **EffectiveLampAge**.. Wenn der Wert 4000 Stunden überschritten hat, sollte die Lampe vom Kundendienst ausgetauscht werden.

7.3 Messzelle

7.3.1 Spülen der Messzelle

Spülen Sie die Messzelle, wenn Sie Ablagerungen von Eluenten- oder Probenbestandteilen an den Wänden oder Fenstern der Messzelle vermuten. Führen Sie die folgenden Schritte durch:

1. Spülen Sie die Messzelle mit Wasser in HPLC-Qualität.
2. Spülen Sie die Messzelle 10 Minuten lang mit 0,1 molarer Salpetersäure.



Warnung: Um Verletzungen an Augen und Haut zu vermeiden, sollten Sie geeignete Schutzkleidung und eine Schutzbrille tragen, wenn Sie zum Reinigen der Messzelle Salpetersäure verwenden.

3. Spülen Sie die Messzelle so lange mit Wasser in HPLC-Qualität, bis das Lösungsmittel aus der Messzelle wieder neutral (pH 7) ist.
4. Tauschen Sie die Messzelle aus, wenn sich das Problem nicht durch Reinigen beheben lässt.

7.3.2 Tauschen der Messzelle

Beachten Sie die folgenden Hinweise für den Aus- und Einbau von Messzellen:



Warnung: Messzellen können während des Betriebs sehr heiß werden. Um Verletzungen auszuschließen, warten Sie bis die Messzelle abgekühlt ist, ehe Sie die Messzelle tauschen.

- Beachten Sie die Sicherheitshinweise in Kapitel 7.1 (→ Seite 105).
- Bei ausgebauter Messzelle schaltet sich die Lampe automatisch aus.
- Zum Aus- und Einbau der Messzellen wird kein Werkzeug benötigt.
- Auf der Rückseite der Messzellen befinden sich die Kontakte für den Chip zur Messzellen-Identifizierung und für die Temperaturregelung. Vermeiden Sie es, die empfindliche Elektronik zu berühren, um die Funktion nicht zu beeinträchtigen. Sollte Flüssigkeit auf die Elektronik gelangen, so trocknen Sie diese umgehend ab.
- Der Verbindungsweg zwischen Säulenausgang und Messzelleneingang sollte möglichst kurz sein, um Bandenverbreiterungen und Totvolumina zu vermeiden.
- Der Gegendruck auf die Messzelle darf 20 bar (analytisch) bzw. 40 bar (mikro) nicht überschreiten. Schließen Sie am Ausgang der Messzelle keine Kapillaren oder Geräte an, die einen höheren Gegendruck erzeugen könnten. Schon eine kurzzeitige Überschreitung des Maximaldrucks kann die Messzelle dauerhaft beschädigen. Sollte es notwendig sein, am Ausgang der Messzelle ein Ventil anzuschließen, so darf dieses nur ohne Fluss durch die Messzelle geschaltet werden. Beim Schalten von Ventilen unter Fluss entstehen Druckspitzen, welche die Messzelle zerstören können. Thermo Fisher Scientific empfiehlt, am Messzellen-Ausgang eine Kapillare oder einen Schlauch mit einem Innendurchmesser von mindestens 0,5 mm zu verwenden.

Die folgenden Messzellen sind für den Detektor erhältlich:

Best.-Nr.	Beschreibung
6078.4230	Analytische Messzelle <i>Angaben zur Messzelle finden Sie auf Seite 115.</i>
6078.4330	Mikro-Messzelle <i>Angaben zur Messzelle finden Sie auf Seite 115.</i>

7.3.2.1 Ausbau einer Messzelle

1. Halten Sie den Pumpenfluss an.
2. Öffnen Sie den Frontdeckel und entfernen Sie gegebenenfalls die Kapillaren am Zelleneingang und Zellenausgang. Verschießen Sie den Eingang und Ausgang der Messzelle mit den Blindstopfen, die bei Auslieferung an der Messzelle installiert waren.
3. Lösen Sie die beiden Befestigungsschrauben der Messzelle (→ Abb. 38). Dabei müssen die Schrauben *nicht* ganz herausgedreht werden. Die Schrauben sind unverlierbar mit der Messzelle verbunden und müssen nicht entfernt werden.



Abb. 38: Schrauben der Messzelle lösen

4. Entnehmen Sie die Messzelle aus der optischen Bank.
- i Hinweis:** Sie können die ausgebaute Messzelle mit Hilfe des optional erhältlichen Spül- und Injektionskits (Best.-Nr. 6078.4200) spülen.

7.3.2.2 Einbau einer Messzelle

1. Setzen Sie die Messzelle gerade in den Messzellenschacht ein.



Abb. 39: Einsetzen der Messzelle

2. Ziehen Sie die Befestigungsschrauben der Messzelle (→ Abb. 38) handfest an.
3. Entfernen Sie die Blindstopfen am Einlass und Auslass der Messzelle. Verbinden Sie den Messzelleneingang wieder mit der Trennsäule und schließen Sie die Waste-Kapillare wieder an den Messzellenausgang an. Führen Sie die Kapillaren durch die Öffnungen im Detektorgehäuse nach außen, damit diese beim Schließen des Frontdeckels nicht eingeklemmt werden.
4. Schließen Sie den Frontdeckel, damit die Firmware die neue Messzelle erkennen kann.
5. Führen Sie eine Wellenlängenkalibrierung durch (→ Seite 87).

7.4 Trocknen des Leaksensors

Der Leaksensor spricht an, wenn er Feuchtigkeit ausgesetzt ist. Beseitigen Sie die Ursache für die Undichtigkeit und trocknen Sie den Leaksensor:

1. Schalten Sie den Detektor aus.
2. Überprüfen Sie, ob aus der Messzelle Flüssigkeit austritt. Ist dies der Fall, ziehen Sie die Anschlüsse an der Messzelle nach. Gegebenenfalls muss die Messzelle getauscht werden (→ Seite 108).
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. 40: Trocknen des Leaksensors

4. Lassen Sie dem Sensor einige Minuten Zeit, sich auf die Umgebungstemperatur einzustellen.
5. Schalten Sie den Detektor an.
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. Wenn eine Meldung auf dem Gerätedisplay erschienen ist, können Sie diese über die Taste **Clear** auf der Navigationsleiste löschen.

7.5 Wechseln der Sicherungen

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

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



Abb. 41: Sicherungshalteschlitten

2. Tauschen Sie die Sicherungen aus.

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

Beschreibung	Best.-Nr.
Überlastsicherung, 2A, träge, 5 x 20 mm	enthalten in Kit Sicherungen (Best.-Nr. 6074.0005) Informationen zum Kit finden Sie im Kapitel 9.3 (→ Seite 119).

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

7.6 Aktualisieren der Detektorfirmware

Die aktuelle Firmware-Version ist bei Auslieferung des Detektors installiert. Die Detektorfirmware ist auch in Chromeleon enthalten.

Welche Firmware-Version im Detektor installiert und welche in Chromeleon enthalten ist, können Sie wie folgt feststellen:

- *Firmware-Version des Detektors*
 - Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite ein. Auf dem Gerätedisplay erscheinen allgemeine Informationen zum Detektor, einschließlich der Firmware-Version.
 - Rufen Sie am Detektordisplay das Menü **Diagnostics** auf (→ Seite 59) und wählen Sie den Menüpunkt **System**. Die aktuelle Firmware-Version wird unter **Firmware version** angezeigt.
- *Firmware-Version in Chromeleon*
 - Öffnen Sie im Programm **Server Configuration** die Konfigurationsseiten für den Detektor (→ Seite 36). 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 FLD-3000.hex.

 **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 dem 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 das 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 35).

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 36) 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.)

Die Übertragung kann einige Minuten dauern. Sie ist abgeschlossen, wenn in der Serverkonfiguration im Fenster **Messages Server** die Meldung **Download completed 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.

8 Technische Daten

Spezifikation	FLD-3100	FLD-3400RS
Optisches Design:	Zwei Monochromatoren mit holographischen, konkaven Gittern und hyperbolischen Spiegeln für eine hoch effiziente Lichtübertragung	
Lichtquelle:	Xenon-Blitzlampe (15W); Es kann zwischen drei verschiedenen Blitzfrequenzen (HighPower, Standard, LongLife) gewählt werden.	
Referenzsystem:	Referenzdiode hinter der Messzelle zum Ausgleich von Fluktuationen der Lampenintensität	
Datenaufnahmerate:	Einstellbar, max. 100 Hz	Einstellbar, Multi-Channel: max. 4 Hz Single-Channel: max. 100 Hz (Chromeleon 6.80) bzw. 200 Hz (ab Chromeleon 7.1)
Spektralscanmodi:	2D-Scans: Excitation, Emission, Synchro Ab Chromeleon 7.1: 3D-Scans: Excitation, Emission, Synchro	
Wellenlängenbereich:	Ex Min: 200 nm Ex Max: 630 nm (mit Dual-PMT: 880 nm) Em Min: 265 nm Em Max: 650 nm (mit Dual-PMT: 900 nm)	Ex Min: 200 nm Ex Max: 630 nm (mit Dual-PMT: 880 nm) Em Min: 220 nm Em Max: 650 nm (mit Dual-PMT: 900 nm)
Spektrale Bandbreite:	Anregung: 20 nm Emission: 20 nm	
Programmierbares Filterrad:	Nein (280 nm fest)	Ja, 5 Positionen (280 nm, 370 nm, 435 nm, 530 nm, Open)
Anzahl der Kanäle:	1	Bis zu 4
Schaltzeit Anregungs-/Emissionswellenlänge	< 250 ms	
Wellenlängengenauigkeit:	± 2 nm (über die Geräte-Lebenszeit)	
Wellenlängenwiederholbarkeit:	± 0,2 nm	
Empfindlichkeit:	Raman Signal-Rausch-Verhältnis: >550 ASTM über die gesamte Lebensdauer der Lampe (>2100 mit Dunkelstrom als Referenz)	
Infrarot-Option:	Es kann eine Dual-PMT-Option für den nahen Infrarotbereich (bis 900 nm) installiert sein, ohne dass der Detektor im UV-Bereich an Empfindlichkeit verliert.	
Messzellen-Thermostatisierung	Umgebungstemperatur + 15°C bis 50°C	

Spezifikation	FLD-3100	FLD-3400RS
Messzellen:	<p><u>Analytische Standardzelle:</u> Zellenvolumen: 8 µL, druckfest bis 20 bar Medienberührte Teile: kohlenstoffverstärktes PTFE, Quarzglas, Edelstahl</p> <p><u>Mikro-Messzelle:</u> Zellenvolumen: 2 µL, druckfest bis 40 bar Medienberührte Teile: kohlenstoffverstärktes PTFE, Quarzglas, Edelstahl</p> <p>Identifizierung des Messzellentyps und der Seriennummer über einen in der Messzelle eingebauten ID-Chip.</p>	
Steuerung:	Alle Parameter und Funktionen sind software-gesteuert, USB 1.1 3 LEDs (Power, Connected, Status) zur Statusüberwachung	
Analogausgänge:	2 Analogausgänge über optionale Erweiterungskarte zur Ausgabe von Fluoreszenzkanälen. Auflösung 20 Bit, maximale Datenrate 50 Hz, Ausgänge über Software einstellbar (Ausgangsspannungsbereich 0 bis 1 V oder 0 bis 10 V, Empfindlichkeit und Offset)	
GLP:	In Chromeleon: Automatische Gerätequalifikation (AutoQ™) und Überwachung der System Performance Alle Systemparameter werden im Audit Trail protokolliert.	
Eingabe/Anzeige:	LCD zur Anzeige von Systemparametern Standby-Taste (mit LED) 3 LEDs (Power, Connected und Status) zur Statusangabe Menüfunktionen zur Wartung	
Sicherheitsmerkmale:	Diagnosefunktionen für Optik, Ventilatoren, Motoren und Elektronik beim Einschalten Leaksensor	
Leistungsaufnahme:	85-260 V AC, 50/60 Hz, max. 150 W	
Emissionsschalldruckpegel:	< 70 dB(A), typisch 54 dB(A)	
Umgebungsbedingungen:	<p>Verwendungsbereich: Innenraum</p> <p>Temperaturbereich: 10°C bis 35°C</p> <p>Luftfeuchtigkeit: 80% relative Feuchte, nicht kondensierend</p> <p>Überspannungskategorie: II</p> <p>Verschmutzungsgrad: 2</p>	
Abmessungen (h × b × t):	16 x 42 x 51 cm	
Gewicht:	circa 18 kg	

Technische Daten: September 2013.
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.

9.1 Standardzubehör

Das folgende Standardzubehör ist im Lieferumfang enthalten (Änderungen vorbehalten).

Die Bestellnummer bezieht sich immer auf die jeweilige Verpackungseinheit. Wenn nicht anders angegeben, ist die Verpackungseinheit 1 Stück. Fragen hierzu beantwortet Ihnen gern die Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation für Dionex HPLC-Produkte.

Bezeichnung	Best.-Nr.	Menge im Zubehör
Zubehör für FLD-3100 und FLD-3400RS, mit:		
Sicherungskit FLD (10 Sicherungen, 2A, träge, 5 x 20 mm)	6074.0005	2
T-Anschluss Drainage-System	Enthalten in 6040.0005	1
USB-Kabel Typ A auf Typ B, 5m	6911.0002	1

9.2 Optionales Zubehör

Beschreibung	Best.-Nr.	Bemerkung
Analytische Messzelle <i>Angaben zur Messzelle finden Sie auf Seite 115.</i>	6078.4230	Hinweise zur Installation finden Sie auf Seite 44.
Mikro-Messzelle <i>Angaben zur Messzelle finden Sie auf Seite 115.</i>	6078.4330	Hinweise zur Installation finden Sie auf Seite 44.
Dual-PMT-Option	Wenden Sie sich an den Kundendienst.	Nachrüstkit für FLD-Detektoren mit nur einem PMT. Die Installation muss durch den Thermo Fisher Scientific-Kundendienst für Dionex HPLC Produkte durchgeführt werden.
Spül-/Injektionskit mit Spritze für Messzellen	6078.4200	Kit mit Spritze und Kapillaren zum direkten Injizieren in eine Messzelle.
DAC-Einschub	6078.0305	Stellt auf der Detektorrückseite zwei Analogausgänge zur Verfügung. Installationshinweise finden Sie auf Seite 30.
Systemdrainage-Kit für UltiMate 3000 Systeme	6040.0005	Das Kit enthält alle erforderlichen Komponenten für den Anschluss der Systemdrainage sowie eine detaillierte Installationsanleitung.
Menüstift	6300.0100	

9.3 Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien

Die Bestellnummer bezieht sich immer auf die jeweilige Verpackungseinheit. Wenn nicht anders angegeben, ist die Verpackungseinheit 1 Stück. Fragen hierzu beantwortet Ihnen gern die Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation für Dionex HPLC-Produkte.

Bezeichnung	Best.-Nr.
DAC-Einschub	6078.0305
Einteiliges Fitting, fingerfest	6200.5502
Kapillare (PEEK, 1/16" x 0,25 mm AD x ID, 1 m)	6251.6001
Kapillare (PEEK, 1/16" x 0,50 mm AD x ID, 1 m)	2251.6002
Kapillare TCC - FLD (0,13 mm x 250 mm ID x L, SST, Viper), einschl. geeigneter Fittingverbindungen	6040.2325
Kapillare TCC - FLD (0,18 mm x 250 mm ID x L, SST, Viper), einschl. geeigneter Fittingverbindungen	6040.2385
Menüstift	6300.0100
Messzelle, analytisch <i>Angaben zur Messzelle finden Sie auf Seite 115.</i>	6078.4230
Messzelle, Mikro <i>Angaben zur Messzelle finden Sie auf Seite 115.</i>	6078.4330
Netzkabel, Australien, China	6000.1060
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
Sicherungskit FLD (10 Sicherungen, 2A, träge, 5 x 20 mm)	6074.0005
Spül-/Injektionskit für Messzellen	6078.4200
Systemdrainage-Kit für UltiMate 3000 Systeme	6040.0005
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: Gebräuchliche Mobile Phasen

Die Zusammensetzung der mobilen Phase wirkt sich auf den UV Cutoff aus, also die niedrigste verwendbare Messwellenlänge. Im Allgemeinen bestehen mobile Phasen aus Lösungsmitteln wie Wasser, Acetonitril, Methanol oder anderen Stoffen. Es können auch Salze wie NaOH enthalten sein.

Bei der Fluoreszenz-Detektion kann es vorkommen, dass das Lösungsmittel Teile des Anregungslichts absorbiert, wenn der Anregungs-Monochromator auf eine Wellenlänge unter dem UV-Cutoff des Lösungsmittels eingestellt ist. Die Anregungswellenlänge sollte daher immer über dem UV-Cutoff liegen (Empfehlung: mind. 30 nm).

Die UV-Cutoff-Wellenlängen dieser Lösungsmittel können von denen abweichen, die in der Tabelle 1 genannt sind. Der jeweilige Cutoff hängt unter anderem auch von dem Entgasungszustand und dem Reinheitsgrad des Eluenten ab. Daher sind die nachfolgenden Werte nur als Richtwerte anzusehen. Die in der Tabelle genannten Cutoffs beziehen sich auf Lösungsmittel in HPLC-Qualität.

Lösungsmittel	UV Cutoff (nm)	Brechungsindex	Selektivitätsgruppe
Aceton	330	1,356	VIa
Acetonitril	190	1,341	VIb
Dioxan	215	1,420	VIa
Essigsäure	208	1,370	IV
Ethanol	210	1,359	II
Ethylacetat	256	1,370	VIa
Hexansulfonsäure (0,005 M)	230		
Methanol	205	1,326	II
Methylenchlorid	233	1,421	V
Natriumcarbonat (0,01 M)	210		
Natriumhydroxid (0,1 M)	217		
n-Hexan	190	1,372	VII
Octansulfonsäure	230		
Tetrabutyl-Ammoniumhydroxid (0,005 M)	215		
Tetrahydrofuran	212	1,405	III
Tetrapropyl-Ammoniumhydroxid	195		
Toluol	285	1,494	VII
Triethylamin		1,398	I
Wasser		1,333	VIII

Tabelle 1: Eigenschaften häufig verwendeter mobiler Phasen

11 Index

	2		C
2D-Scans	70	Cancel	56
2nd PMT	38	Chromeleon	60
	3	Autozero	86
3D-Scans	73	BaselineBehavior	86
	A	Chromeleon 7	22, 73
Ablauf	43	Detektor installieren	35
Analogausgänge	19	Detektor konfigurieren	36
Installation	30	Dialogfenster Commands	61
Konfigurieren	32	Installationsprogramm	33
Verbinden	31	Lizenz	60
Anregungs-Monochromator	12	Predictive Performance	89
Anregungswellenlänge	75	Program Wizard	63
Anschluss		Programm erstellen	66
Analogausgang	30	Server Configuration Program	33, 35
Chromeleon-Rechner	28	Server Monitor	33, 35
Fluidik	19	SmartShutdown	67
Kapillaren	42	SmartStartup	67
Netzkabel	30	Steuerfenster	62
USB	28	Steuerung automatisch	63
Anzeige	17	Steuerung direkt	61
Äquilibrieren	47	Systemüberwachung	87
Äquilibrieren (SmartStartup Wizard)	47	USB-Treiber	33
Äquilibrierprogramm	47	Verbinden	60
Auspacken	26	Wellenlängen festlegen	77
Außerbetriebnahme	90	Wellenlängenkalibrierung	88
Autozero	86	Wellenlängenverifizierung	88
	B	Chromeleon-Dialoge	
Back	56	Detector	38
Basislinienrauschen	74, 99	General	36
Basislinienspektrum	70	Signals	39
Basislinienverhalten	86	Commands (Dialogfenster)	61
Batch	67	Configuration	58
Bedienungsanleitung	1	Control Panel	62
Betrieb	51	Cutoff-Filter	82
Bedienelemente	17	Cutoff-Wellenlängen	121
Chromeleon	60		D
Einschalten	51	DAC-Einschub	19, 30, 32, 38
Gerätedisplay	53	Data Collection Rate	83
Hinweise	48	Datenaufnahme	52
Menü	54	Datenaufnahmerate	83
Sicherheitsmaßnahmen	4	DCMSLink	40
Betriebsstunden (Lampe)	106	Detector (Dialogfenster)	38
		Detektorempfindlichkeit	78
		Detektorleistung optimieren	74
		Device View	66
		Diagnose	23
		Diagnostics (Menü)	59

Dialogfenster Commands	61	Kontrast	68
Displayanzeige	51	Menütaste	53
Drainage	43	Gerätekonfiguration	15
Dual-PMT	15	Geräterückseite	18
E		Analogausgänge	19, 30
Einkanal-Betrieb	69	Netzschalter	18
Einschalten	51	Sicherung	18
Elektrischer Anschluss	30	USB	19, 28
Emission Scan	71	Gerätevorderseite	17
Emissions-Monochromator	13	I	
Emissionswellenlänge	75	Inbetriebnahme	
Empfindlichkeit	78	Allgemein	41
Ersatzteile	119	Äquilibrieren	47
Excitation Scan	71	Infrarot-Detektor	15
F		Innenansicht	16
Fehlermeldungen	94	Installation	
Fehlersuche	93	Anschlüsse	28
Fehlermeldungen	94	Auspacken	26
Störungen	98	in DCMSLink	40
Filterrad	82	Standort	25
Firmware aktualisieren	113	Systemaufbau	27
Firmware-Download	37, 113	unter Chromeleon	33
Firmware-Version	114	L	
FLD Type	38	Lampe	21, 106
Fluidische Anschlüsse	19	Austausch	106
Fluoreszenz	12	Betriebsdauer	106
Fluoreszenzintensität	74	Lampen-Modus	85
Funktionsprinzip	12	Leak Sensor Mode	58, 68
Funktionstaste		Leakerkennung	68
Back	56	Leaksensor	21, 68, 111
Cancel	56	Lebensdauer (Lampe)	106
Clear	56, 94	Lösungsmittel-Zuführung	49
Next	56, 94	M	
Ok	56	Main (Menü)	57
Pfeil nach oben	55	MaxPMT Saturation	79
Pfeil nach unten	55	Mehrfach-Wellenlängenbetrieb	69, 84
Prev	56, 94	Meldung Not calibrated	87
Select	55	Meldungen	94
Toggle	56	Menü	54
G		Aufbau	55
Gegendruck	98	Configuration	58
General (Dialogfenster)	36	Diagnostics	59
Gerätebeschreibung		Einblenden	53
Gerätekonfiguration	15	Main	57
Messzellen	20	Service	59
Überblick	11	Übersicht	54
Gerätedisplay	51	Menütaste	53
Einschalten	51	Messzelle	49, 107
Helligkeit	68	Allgemein	20

U		W	
USB	28	Wartung	92
USB-Anschluss	19	Wartungsintervalle	92
USB-Konfigurationsdatei	34	Wellenlängen bestimmen	75
UV-Cutoff	121	Wellenlängenkalibrierung	87
V		Wellenlängenverifizierung	87
Verbrauchsmaterialien	119	Durchführung	88
Verwendungszweck	8	schlägt fehl	101
Viper-Kapillaren	42	Wellness	23
Virtual Mode	36	Z	
Vorbereitung		Zero Order Mode	70
Allgemein	41	Zubehör	
Äquilibrieren	47	Optional	118
Messzelleneinbau	44	Standard	117