

Thermo Scientific Dionex UltiMate 3000-Serie

Diodenarray-Detektoren
DAD-3000(RS) und MWD-3000(RS)

Bedienungsanleitung
(Originalbedienungsanleitung)



Version: 1.4

Datum: September 2013

© 2013 Thermo Fisher Scientific Inc.

Dok.-Nr. 4820.8201



EG KONFORMITÄTSERKLÄRUNG

(Original-Konformitätserklärung)

Geräteart: Thermo Scientific Dionex UltiMate 3000 - Detektor

Typen: **DAD-3000** und **DAD-3000RS**
MWD-3000 und **MWD-3000RS**

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	14
2.4	Innenansicht	15
2.5	Gerätevorderseite	16
2.6	Geräterückseite	17
2.6.1	Netzschalter	17
2.6.2	Sicherungsschlitten	17
2.6.3	USB-Anschluss	18
2.6.4	Analogausgänge (optional)	18
2.6.5	pH- und Leitfähigkeitsmessgerät (optional)	19
2.7	Fluidische Anschlüsse	19
2.8	Messzellen	20
2.9	Lampen	21
2.10	Leaksensor	21
2.11	Steuerung über Chromeleon	22
2.11.1	Systemvoraussetzungen	22
2.11.2	Direkte und automatische Steuerung	23
2.12	Wellness, Predictive Performance und Diagnose	24
3	Installation	25
3.1	Anforderungen an den Standort	25
3.2	Auspacken	25
3.3	Position des Detektors im UltiMate 3000-System	27
3.4	Verbinden des Detektors	29
3.4.1	Allgemeine Informationen	29
3.4.2	Anschluss des USB-Kabels	29
3.4.3	Anschluss des Netzkabels	29
3.5	Einrichten des Detektors in Chromeleon	30
3.5.1	Laden des USB-Treibers für den Detektor	30
3.5.2	Installieren des Detektors	32
3.5.3	Konfigurieren des Detektors	33
3.6	Einrichten des Detektors in DCMSLink	37

4	Vorbereitung für den Betrieb (Inbetriebnahme)	39
4.1	Übersicht	39
4.2	Hinweise zum Anschluss von Kapillaren	40
4.3	Anschließen der Systemdrainage	41
4.4	Äquilibrieren des Systems	42
4.5	Allgemeine Hinweise zum Detektorbetrieb	44
4.5.1	Wellenlänge	44
4.5.2	Mobile Phasen	44
4.5.3	Zuführung der Mobilen Phase	45
4.5.4	Messzelle	45
4.5.5	Lampen	45
5	Betrieb und Wartung	47
5.1	Einschalten des Detektors	47
5.2	Statusanzeige	48
5.3	Steuerung über Chromeleon	49
5.3.1	Verbinden mit Chromeleon	49
5.3.2	Direkte Steuerung	50
5.3.3	Automatische Steuerung	53
5.4	Funktionstasten und Menüs am Gerätedisplay	55
5.4.1	Einblenden der Funktionstasten	55
5.4.2	Detektor-Menüs	56
5.5	Einstellungen für den Betrieb	63
5.5.1	Einschalten der Lampen	63
5.5.2	Einstellen der Wellenlängen bei UV_VIS-Kanälen	64
5.5.3	Einstellen des 3D-Wellenlängenbereichs (nur DAD-3000(RS))	64
5.5.4	Starten und Stoppen der Datenaufnahme	65
5.5.5	Erkennen von Undichtigkeiten im Detektor (Leakerkennung)	66
5.5.6	Anpassen von Helligkeit und Kontrast der Displayanzeige	66
5.6	Spezielle Funktionen in Chromeleon	67
5.6.1	Optimieren der Detektorleistung	67
5.6.2	SmartStartup und SmartShutdown	73
5.6.3	Aktive Überwachung von Verschleißteilen (Predictive Performance)	73
5.6.4	Aufzeichnen der Lampengehäuse-Temperatur	74
5.6.5	Detektordiagnose	75
5.6.6	Operational Qualification und Performance Qualification	76
5.7	Außerbetriebnahme des Detektors	77
5.8	Wartung und Wartungsintervalle	79
6	Fehlersuche	81
6.1	Übersicht	81
6.2	Meldungen auf dem Gerätedisplay	82
6.3	Diagnosetests in Chromeleon	85
6.3.1	Dark Current Test	85
6.3.2	Holmium Oxide Test	87
6.3.3	Intensity Test	87

6.3.4	Slit Test (nur DAD-3000RS und MWD-3000RS)	88
6.4	Mögliche Störungen.....	89
7	Service.....	97
7.1	Allgemeine Hinweise und Sicherheitsmaßnahmen	97
7.2	Wellenlängenverifizierung.....	98
7.3	Lampen	100
7.3.1	Diagnosefunktionen für Lampen.....	100
7.3.2	Tauschen der Deuteriumlampe.....	102
7.3.3	Tauschen der Wolframlampe.....	104
7.4	Messzelle	106
7.4.1	Reinigen der Messzelle.....	106
7.4.2	Tauschen der Messzelle.....	107
7.5	Trocknen des Leaksensors	112
7.6	Wechseln der Sicherungen.....	113
7.7	Aktualisieren der Detektorfirmware	114
8	Technische Daten	117
9	Zubehör, Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien.....	121
9.1	Standardzubehör	121
9.2	Optionales Zubehör.....	122
9.3	Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien	124
10	Anhang.....	127
10.1	Gebräuchliche Mobile Phasen	127
10.2	Konformitätserklärung für Holmiumoxidfilter.....	129
11	Index.....	131

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 Modelle der Diodenarray- und Mehrfachwellenlängen-Detektoren der UltiMate™ 3000-Serie:

- DAD-3000
- DAD-3000RS
- MWD-3000
- MWD-3000RS

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 2.40 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.

MP35N ist ein eingetragenes Warenzeichen von SPS Technologies.

PEEK ist ein Warenzeichen von Victrex PLC.

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
	Die Deuteriumlampe gibt UV-Strahlung ab, die für Augen und Haut schädlich ist. Schauen Sie daher niemals direkt in die Lampe. Betreiben Sie die Lampe nur im Detektor mit montierter Lampenabdeckung und niemals außerhalb des Gerätes.
	Lesen Sie im Handbuch nach, um ein Verletzungsrisiko auszuschließen bzw. Schäden am Gerät zu vermeiden.
	Kennzeichnung entsprechend der Richtlinie "Measures for Administration of the Pollution Control of Electronic Information Products" (China-RoHS)
	WEEE-Kennzeichnung (Waste Electrical and Electronic Equipment) - Weitere Informationen finden Sie im Ordner "Installation and Qualification Documents for Chromatography Instruments".

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.
- ◆ Einige Kapillaren sind aus der Nickel-Kobalt-Legierung MP35N® gefertigt. Hautkontakt mit diesem Material kann bei Personen, die gegen Nickel/Kobalt empfindlich sind, gegebenenfalls eine allergische Reaktion hervorrufen.

- ◆ 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.

- **UV-Strahlung**

- ◆ Die Deuteriumlampe gibt UV-Strahlung ab, die für Augen und Haut schädlich ist. Schauen Sie daher niemals direkt in die Lampe. Die Deuteriumlampe kann im eingebauten Zustand auf der Lampenrückseite (Seite der Anschlussdrähte) UV-Strahlung abgeben. Betreiben Sie die Lampe nur im Detektor mit montierter Lampenabdeckung und niemals außerhalb des Gerätes. Schalten Sie den Detektor immer aus und ziehen Sie den Netzstecker, wenn Sie die Deuteriumlampe oder die Wolframlampe tauschen möchten.

Um mögliche Verletzungen der Haut zu vermeiden, fassen Sie niemals in den Lampenschacht. Führen Sie ausschließlich die Lampen und keine anderen Gegenstände in die Lampenschächte ein.

- ◆ Bei ausgebauter Messzelle tritt im Messzellenschacht aus der Öffnung rechts von der Messzelle Licht von den eingeschalteten Lampen aus. Die UV-Strahlung kann für Augen und Haut schädlich sein. Um eine mögliche Schädigung der Augen und der Haut auszuschließen, schalten Sie beim Wechseln der Messzelle den Detektor am Netzschalter aus oder tragen Sie eine UV-Schutzbrille und geeignete Schutzkleidung.

Um mögliche Verletzungen der Haut zu vermeiden, fassen Sie niemals in den Messzellenschacht. Führen Sie ausschließlich die Messzelle und keine anderen Gegenstände in den Messzellenschacht ein.

- 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 und Puffer, die kompatibel mit den medienberührten Teilen des Detektors sind.
- Beachten Sie bei längeren Betriebsunterbrechungen (= mehrere Tage) oder wenn Sie den Detektor zum Versand vorbereiten, die Hinweise zur Außerbetriebnahme des Detektors (→ Seite 77).
- Setzen Sie den Detektor nur entsprechend der bestimmungsgemäßen Nutzung und den Beschreibungen in dieser *Bedienungsanleitung* ein.
- Bewahren Sie die Bedienungsanleitung in Gerätenähe auf, so dass sie bei Bedarf schnell zur Hand ist.

1.3 Verwendungszweck des Gerätes

Das Gerät wurde ausschließlich für Forschungsaufgaben entwickelt. Es ist nicht für den Einsatz in diagnostischen Verfahren gedacht. Es darf nur von qualifiziertem und berechtigtem Laborpersonal betrieben werden. Alle Benutzer müssen die Gefahren kennen, die vom Gerät und den verwendeten Substanzen ausgehen.

Der Detektor wurde für Laborforschungsaufgaben in der High-Performance Liquid Chromatography (HPLC) oder Ultra-High-Performance Liquid Chromatography (UHPLC) 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. Dazu wird ein PC mit USB 2.0-Schnittstelle benötigt.

Der Detektor kann über das Chromatographie-Management-System Chromeleon gesteuert werden. Als Teil des UltiMate 3000-Systems kann er auch mit anderen Datensystemen betrieben werden, wie

- Xcalibur™, 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 die Software Thermo Scientific Dionex Instrument Integration 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 121) und innerhalb seiner technischen Spezifikationen (→ Seite 117) betrieben werden.
- Verwenden Sie nur handelsübliche Lösungsmittel in HPLC-Qualität oder gegebenenfalls LC-MS-Qualität (0,2 µm, gefiltert) und Puffer, die kompatibel mit den medienberührten Teilen des Detektors sind. Achten Sie auf spezifische Eigenschaften der Lösungsmittel, wie Viskosität, Siedepunkt und UV-Absorption.
- Pufferkonzentrationen: Typischerweise bis zu 1 mol/L (Stahlmesszellen: < 0,1 mol/L Chlorid-Ionen).
- Beachten Sie auch die Hinweise zur Lösungsmittelkompatibilität und 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-Anlagen und Teil des UltiMate 3000-Systems.

- Über zwei Lichtquellen wird ein Wellenlängenbereich von 190 bis 800 nm abgedeckt. Zur Verfügung stehen eine Deuteriumlampe für den ultravioletten Bereich und eine Wolframlampe für den sichtbaren und nahen Infrarotbereich. Informationen zu den Ausstattungsvarianten finden Sie auf Seite 14.
- Der Detektor kann gleichzeitig auf bis zu acht Kanälen einzelne Wellenlängen (2D-Daten) messen, ohne dass 3D-Daten aufgenommen werden müssen.
- Der DAD-3000(RS) kann zusätzlich für die Aufnahme von 3D-Feldern (Spektren) verwendet werden. Die gleichzeitige Detektion aller Wellenlängen ermöglicht u.a. die Reinheitskontrolle von Peaks und die Peakidentifikation mittels Spektrenbibliothek.
- Der Detektor besitzt einen fest installierten optischen Filter zur Unterdrückung des bei Gitterspektrometern auftretenden Lichtanteils höherer Ordnungen.
- Verstellbare Spaltbreite zur schnellen Optimierung von Basislinienrauschen und optischer Auflösung bei MWD-3000RS und DAD-3000RS.
- Mit Hilfe eines eingebauten Holmiumoxidfilters kann die Wellenlängengenauigkeit verifiziert werden. Die Konformitätserklärung zum Holmiumoxid-Filter finden Sie in Kapitel 10.2 (→ Seite 129).
- Es stehen Messzellen für verschiedene Anwendungsbereiche zur Verfügung (→ Seite 20).
- Wird der Detektor über Chromeleon gesteuert, wird ein hoher Grad an Systemintegration sowie aufgrund der umfangreichen Auswertungsmöglichkeiten in Chromeleon äußerste Analyseeffizienz erreicht.
- Zur Fehlererkennung stehen im Hinblick auf System Wellness und Zuverlässigkeit diverse Sicherheits- und Überwachungsfunktionen zur Verfügung (→ Seite 24).
- 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

Die photometrische Detektion basiert auf der Absorption von monochromatischem Licht. Dabei wird der Grad der Absorption von den Probenmolekülen, ihrer Konzentration, der Weglänge des Lichts in der Probe und der Messwellenlänge bestimmt.

Die Definition erfolgt nach dem Lambert-Beer-Gesetz und ist dimensionslos:

$$A = \varepsilon c l = \log\left(\frac{I_{so}}{I_s}\right) \left[-\log\left(\frac{I_{ro}}{I_r}\right) \right]$$

Dabei ist:

ε	Molarer Extinktionskoeffizient des Analyten ($L \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$)
c	Konzentration des Analyten (mol/L)
l	Weglänge des Strahlengangs der Messzelle (cm)
I_r	Lichtintensität bei der Referenzwellenlänge
I_s	Lichtintensität bei der Messwellenlänge
I_{ro}	Lichtintensität bei der Referenzwellenlänge bei Autozero
I_{so}	Lichtintensität bei der Messwellenlänge bei Autozero

In der UV-Vis-Spektroskopie gibt es die Möglichkeit, Chromophore von Analytmolekülen direkt in einer Probe zu detektieren oder Chromophore indirekt durch Derivatisierung zu erzeugen. Eine Liste der Wellenlängen von Absorptionsmaxima verschiedener Chromophore finden Sie im Kapitel 10 (→ Seite 127).

Wie in Abb. 1 (→ Seite 13) gezeigt, wird der Lichtstrahl der Wolframlampe (Nr. 1) über eine Linse (Nr. 2) auf das Durchgangsloch der Deuteriumlampe (Nr. 3) gebündelt. Das kombinierte Licht beider Lichtquellen gelangt dann über einen Achromaten (Nr. 4) durch die Messzelle (Nr. 5). Nach dem Austritt aus der Messzelle wird das Licht über eine Linse (Nr.6) auf den Eingangsspalt (Nr. 8) gebündelt. Über einen Motor kann in diesen Teil des Strahlengangs das Filtrerrad (Holmiumoxidfilter, Dunkelstellung) gefahren werden. Durch den Eingangsspalt gelangt das Licht auf das optische Gitter (Nr. 9), wo es in die verschiedenen Wellenlängen aufgefächert wird. Die Messung des Lichts erfolgt im Photodioden-Array (Nr. 10). Jede Diode erfasst einen schmalen Bereich des Spektrums. Durch Messen der Lichtintensität auf den einzelnen Dioden und Zusammenstellen der Ergebnisse des gewählten Wellenlängenbereichs ergibt sich ein Spektrum.

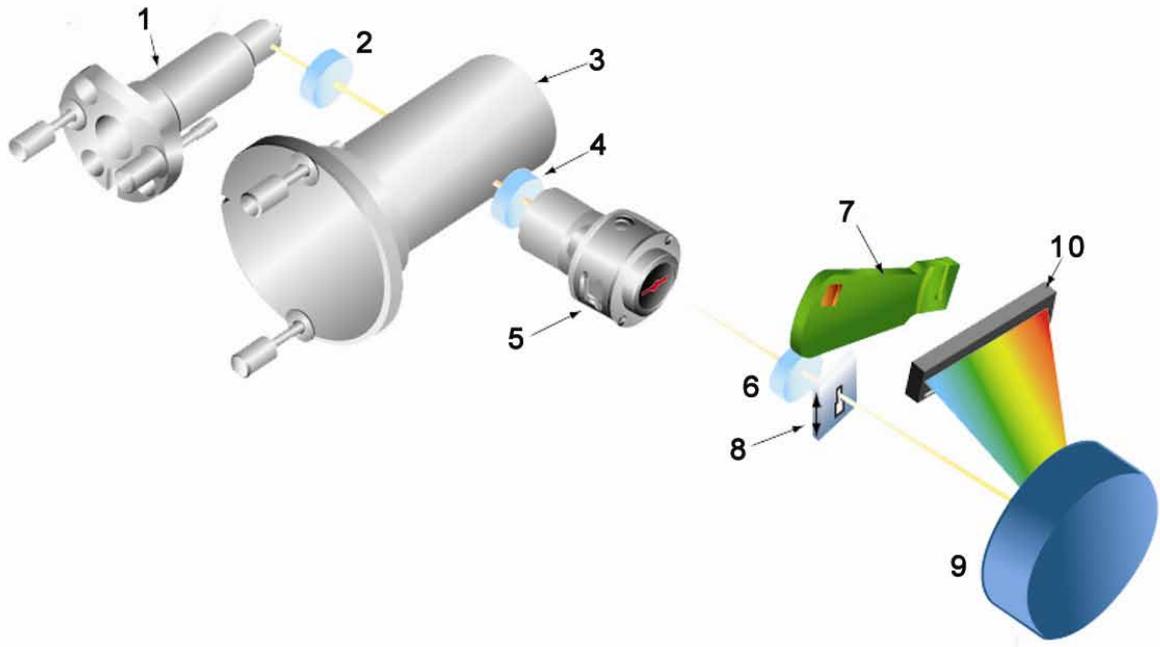


Abb. 1: Aufbau der Optik

Nr.	Komponente des optischen Systems	Beschreibung
1	Wolframlampe	Lichtquelle für die Wellenlängen im sichtbaren und nahen Infrarot-Bereich (345 nm - 800 nm)
2	Linse (VIS)	Bündelt das Licht der Wolframlampe auf das Durchgangsloch der Deuteriumlampe.
3	Deuteriumlampe	Lichtquelle für die UV-Wellenlängen (190 nm - 350 (670) nm)
4	Achromat	Linse aus drei Elementen; bündelt das kombinierte Licht beider Lampen auf die Messzelle.
5	Messzelle	Der Eluent mit den Analyten fließt durch die Messzelle. Der Messstrahl gelangt durch die Messzelle zum Detektor.
6	Linse	Bündelt den Lichtstrahl von der Messzelle auf den Eingangsspalt.
7	Filterrad	Trägt den optischen Filter zur Verifizierung der Wellenlängengenauigkeit.
8	Eingangsspalt	Die Breite des Eingangsspalts definiert die optische Auflösung. Bei MWD-3000RS und DAD-3000RS ist die Breite verstellbar.
9	Optisches Gitter	Gitter (490 l/mm) - Fächert den Lichtstrahl in seine einzelnen Wellenlängen auf und lenkt ihn auf das Photodiodenarray.
10	Photodioden-Array	Anordnung von 1024 lichtempfindlichen Elementen.

2.3 Gerätekonfiguration

Der Detektor ist in folgenden Konfigurationen verfügbar:

Detektor-Beschreibung	Best.-Nr.
DAD-3000RS Detektor für Messungen mit bis zu 200 Hz*	5082.0020
DAD-3000 Detektor für Messungen mit bis zu 100 Hz	5082.0010
MWD-3000RS: wie DAD-3000RS, aber ohne 3D-Datenaufnahme	5082.0040
MWD-3000: wie DAD-3000, aber ohne 3D-Datenaufnahme	5082.0030

*Nur unter Steuerung mit Chromeleon 7.1 oder später

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.

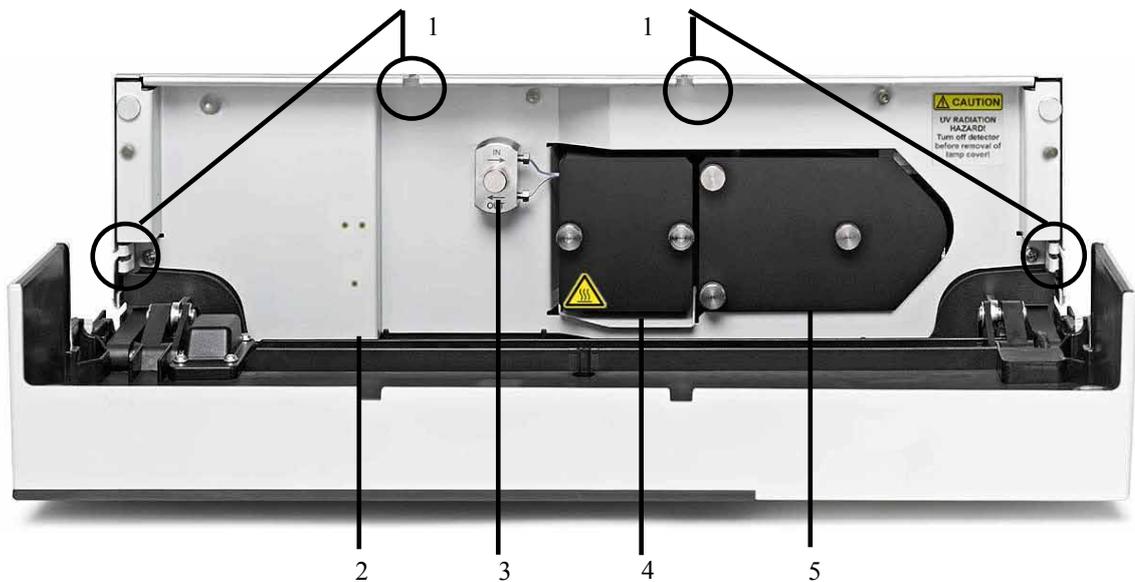


Abb. 2: Innenansicht

Nr.	Beschreibung
1	Kapillardurchlässe (→ Seite 19) Zwei weitere Kapillardurchlässe sind unten im Gehäuseboden vorhanden.
2	Leaksensor (→ Seite 21)
3	Adapterblock der Messzelle
4	Messzellenabdeckung Bei Auslieferung ist <i>keine</i> Messzelle (→ Seite 20) installiert. Installieren Sie eine Messzelle, bevor Sie mit dem Detektor zu arbeiten beginnen.
5	Lampenabdeckung Hinter der Lampenabdeckung sind eine Deuteriumlampe und eine Wolframlampe installiert.

2.5 Gerätevorderseite



Abb. 3: Gerätevorderseite

Nr.	Bedienelement	Funktion
1	Display	Zeigt verschiedene Informationen zum Detektor an: - allgemeine Informationen beim Einschalten des Detektors (→ Seite 47) - Statusanzeige, je nach Detektorkonfiguration (→Seite 48) - Funktionen und Menüs, die über Funktionstasten aufgerufen werden können (→ Seite 55) - Verschiedene Meldungen (→ Seite 81)
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 81). Die LED leuchtet orange, z.B. während des Boot-Vorgangs. Ansonsten leuchtet die LED grün.

2.6 Geräterückseite

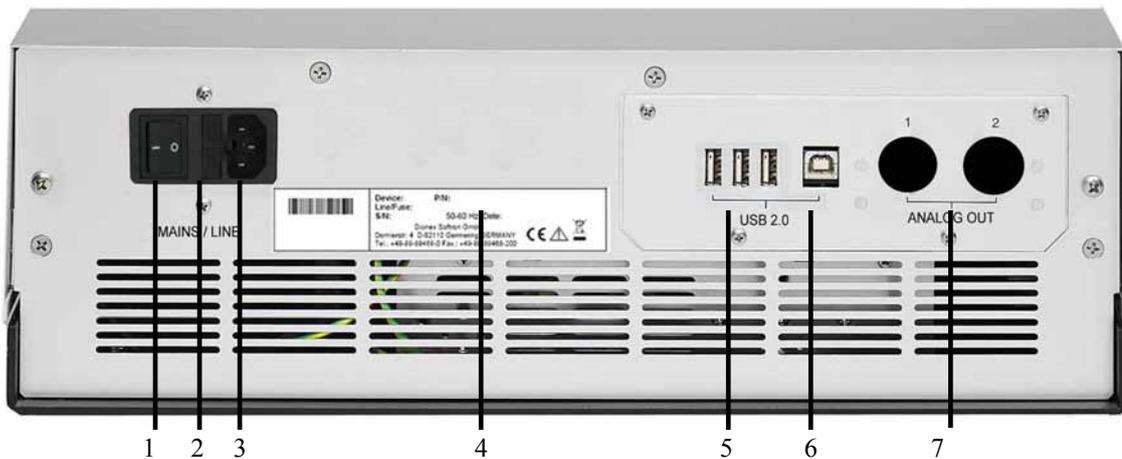


Abb. 4: Geräterückseite

Nr.	Beschreibung
1	Netzschalter (→ Seite 17)
2	Sicherungsschlitten (→ Seite 17)
3	Netzanschluss (→ Seite 29)
4	Typenschild
5	USB-Hub: 3 Anschlussports zum Anschluss je eines UltiMate 3000-Gerätes, oder eines externen USB-Hubs (→ Seite 18)
6	USB 2.0-Schnittstelle (Universal Serial Bus) für den Anschluss an den Chromeleon-Rechner (→ Seite 18)
7	Analogausgänge (optional, → Seite 18)

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 16). 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 77.

2.6.2 Sicherungsschlitten

Im Sicherungsschlitten befinden sich zwei Sicherungen (2A, träge, 5 x 20 mm). Informationen zum Sicherungswechsel finden Sie auf Seite 113.

2.6.3 USB-Anschluss

Der Detektor kann über eine USB-Verbindung (USB = Universal Serial Bus) über das Chromatographie-Management-System Chromeleon gesteuert werden. Die Datenübertragung erfolgt dabei digital über das entsprechende USB-Anschlusskabel (→ Seite 29). Voraussetzung am PC ist eine USB 2.0-Schnittstelle. Schließen Sie den Detektor direkt an den PC an. 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 29).

2.6.4 Analogausgänge (optional)

Über den optional erhältlichen DAC-Einschub (Best.-Nr. 6082.0305) 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.

i Hinweis: Für den Betrieb der Analogausgänge ist Firmware-Version 1.07 (oder höher) und Chromeleon 6.80 SR7 (oder höher) erforderlich.

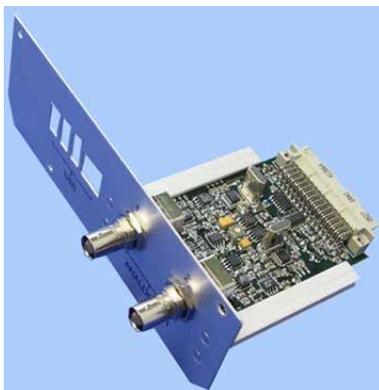


Abb. 5: DAC-Einschub

2.6.5 pH- und Leitfähigkeitsmessgerät (optional)

Ein pH- und Leitfähigkeitsmessgerät (Best.-Nr. 6082.2000) ist optional verfügbar. Es besteht aus einer Erweiterungskarte zur Installation im Detektor, einem Messzellenträger mit vormontierter pH-Messzelle und Leitfähigkeits-Messzelle, einer Abdeckhaube, sowie einer pH-Elektrode.

Informationen zur Installation und Konfiguration finden Sie in der Bedienungsanleitung für das PCM-3000 pH- und Leitfähigkeitsmessgerät.

i Hinweis: Für den Betrieb der pH- und Leitfähigkeitsmessgerätes ist Firmware-Version 2.20 (oder höher) und Chromeleon 6.80 DU10b (oder höher) erforderlich.



Abb. 6: pH- und Leitfähigkeitsmessgerät

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. 2, Seite 15).

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.

i Hinweis: Das Volumen zwischen Säulenausgang und Messzelleneingang sollte möglichst klein sein, um Bandenverbreiterung und damit einhergehenden Verlust chromatographischer Trennleistung zu minimieren.

2.8 Messzellen

Der Detektor wird ohne Messzelle ausgeliefert. Installieren Sie eine für Ihre Anwendung geeignete Messzelle (→ Seite 107). Beachten Sie auch die allgemeinen Hinweise zum Umgang mit Messzellen (→ Seite 45).

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 analytischen, semi-analytischen und Semi-Mikro-Messzellen verfügen über einen eingebauten Wärmetauscher. Dieser passt die Temperatur der mobilen Phase an die Temperatur der Messzelle an, ehe die mobile Phase in die Messzelle eintritt. Das in der Tabelle angegebene Volumen von Wärmetauscher und/oder Einlasskapillare beeinflusst die Retentionszeiten sowie Peakbreiten.

Die folgenden Messzellen sind für den Detektor erhältlich:

Messzellentyp	Messzellenmaterial	Messzellenvolumen	Volumen Wärmetauscher und / oder Einlasskapillare	Best.-Nr.
Analytisch, druckfest bis 120 bar	Edelstahl	13 µL	17 µL	6082.0100
Semi-Mikro, druckfest bis 120 bar	Edelstahl	2,5 µL	3,9 µL	6082.0300
Semi-analytisch, druckfest bis 120 bar	Edelstahl	5 µL	3,9 µL	6082.0200
Analytisch, druckfest bis 50 bar	PEEK	13 µL	34 µL	6082.0400
Semi-Mikro, druckfest bis 50 bar	PEEK	2,5 µL	3,9 µL	6082.0500
Semipräparativ, druckfest bis 100 bar	PEEK	0,7 µL	33 µL	6082.0600

2.9 Lampen

Für den Detektor stehen folgende Lampen zur Verfügung:

- Deuteriumlampe für den ultravioletten Bereich
- Wolframlampe für den sichtbaren und nahen Infrarotbereich

Die Tabelle gibt Auskunft darüber, welche Lampe bei welchen Wellenlängen verwendet werden kann.

Detektierte Wellenlängen	Benötigte Lampe(n)
< 345,0 nm	Deuterium
> 670,0 nm	Wolfram
Zwischen 345,0 und 670,0 nm	Deuterium oder Wolfram (oder beide)
< 345,0 nm und > 670,0 nm	Deuterium und Wolfram

Die Lampen sind mit einem Chip versehen, auf dem verschiedene Informationen zur eindeutigen Identifizierung der Lampe gespeichert sind (z.B. Lampentyp, Anzahl der Lampenzündungen, Lampenalter und Lampenintensität). Die gespeicherten Informationen geben einen Überblick über den Zustand der jeweiligen Lichtquelle. Beim Einbau einer Lampe wird der Chip automatisch über einen Kontakt mit der Detektorelektronik verbunden.

Beide Lampen sind hinter der Lampenabdeckung installiert (→ Abb. 2, Seite 15) und vom Innenraum aus leicht zugänglich. Informationen zur Lampeninstallation finden Sie im Kapitel 7.3 (→ Seite 100).

2.10 Leaksensor

Der Detektor verfügt über einen Leaksensor (→ Abb. 2, Seite 15), über den Undichtigkeiten 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. Außerdem erscheint eine Meldung auf dem Gerätedisplay und im Chromeleon Audit Trail und es ertönt ein akustisches Signal.

Wenn der Leaksensor angesprochen hat, beseitigen Sie die Undichtigkeit und trocknen Sie den Leaksensor (→ Seite 112). Die LED **Status** bleibt rot, bis der Sensor trocken ist. Wählen Sie **Clear** auf der Navigationsleiste, um die Meldung auf dem Gerätedisplay zu löschen (→ Seite 58).

2.11 Steuerung über Chromeleon

i Hinweis: Alle Software-Beschreibungen in dieser Bedienungsanleitung beziehen sich 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):

- *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 in dem Dokument 'Glossary - *Chromeleon 7*' (enthalten im Ordner 'Documents' der *Chromeleon 7*-Installation).

2.11.1 Systemvoraussetzungen

Der Detektor kann über das Chromatographie-Management-System *Chromeleon* gesteuert werden. Voraussetzung hierfür ist eine geeignete *Chromeleon*-Version sowie eine Lizenz der Klasse **Timebase Class 1**. Für die Aufnahme von 3D-Daten mit DAD-3000 und DAD-3000RS ist zudem die Lizenz **3D Data Acquisition** erforderlich.

Bei der Aufnahme von 3D-Feldern mit 100 Hz Datenaufnahmerate fallen erhebliche Datenmengen an. Daher sollte der PC für die Steuerung über *Chromeleon* mindestens die in der Tabelle aufgeführten Leistungsmerkmale aufweisen.

i Hinweise: Der Betrieb eines DAD-3000(RS) mit einer Datenaufnahmerate von 100 Hz auf Netzwerkdatenquellen wird *nicht* empfohlen.

Systemvoraussetzungen für den Betrieb mit 200 Hz unter *Chromeleon 7.1* oder später finden Sie in der zugehörigen Hilfe.

Für den Betrieb von maximal zwei UltiMate 3000-Systemen mit *einem DAD-3000(RS)* und höchstens *einem weiteren MWD-3000(RS)*:

Prozessor:	Pentium IV class, 2,4 GHz
RAM:	512 MB
Festplatte:	60 GB
Schnittstelle:	USB 2.0 Der USB 2.0-Bandbreitenverbrauch liegt bei ca. 12 % pro UltiMate 3000-System

Für den Betrieb von maximal zwei UltiMate 3000-Systemen mit *zwei DAD-3000(RS)*:

Prozessor:	Dual Core CPU, mindestens 2 GHz
RAM:	1024 MB
Festplatte:	100 GB
Schnittstelle:	USB 2.0 Der USB 2.0-Bandbreitenverbrauch liegt bei ca. 12 % pro UltiMate 3000-System

2.11.2 Direkte und automatische Steuerung

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 50.
- **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 53.

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
- Identifizierung des Lampentyps und Dokumentation der Lampeneigenschaften
- Überwachung der Lampenbetriebsstunden und der Lampenintensität (→ Seite 100)
- Identifizierung und Dokumentation des Messzellentyps (→ Seite 62)
- Leaksensor (→ Seite 21)
- Allgemeine Informationen zu Diagnosezwecken (→ Seite 62).

Wird ein Fehler gefunden, leuchtet die LED **Status** auf der Gerätevorderseite rot und eine Meldung blinkt auf dem Gerätedisplay (→ Seite 82).

Zusätzlich stehen Funktionen zur aktiven Überwachung von Verschleißteilen (= Predictive Performance; → Seite 73) sowie (bei Betrieb unter Chromeleon 6.80) verschiedene Diagnosetests (→ Seite 75) zur Verfügung, mit denen der Detektor 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 117) 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.

 **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. Lösen Sie die beiden Transportsicherungsmuttern auf der Detektorunterseite. Die beiden Muttern sichern die Optik während des Transports.

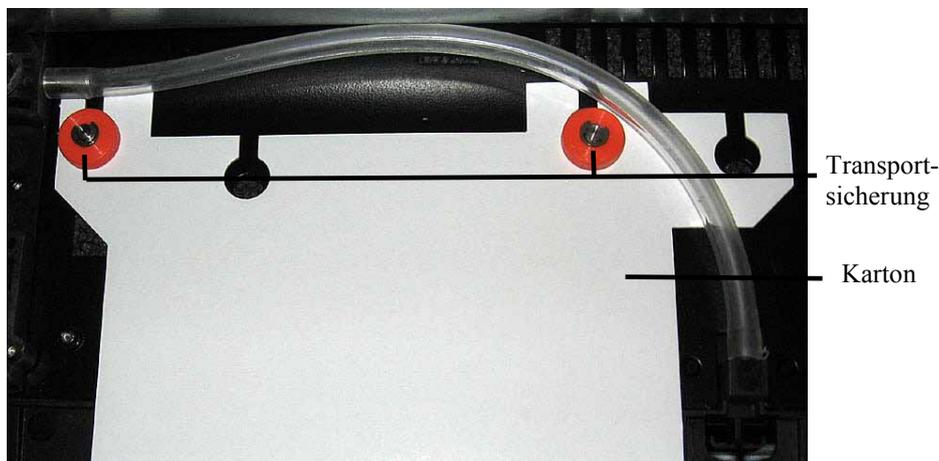


Abb. 7: Transportsicherung der Optik

5. Entfernen Sie den Karton mit dem Hinweis auf die Transportsicherung. Heben Sie den Karton zusammen mit der Verpackung auf. Die beiden Rändelmutter dürfen für den Betrieb *nicht* wieder angezogen werden.
6. 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 wie in Abb. 8 gezeigt übereinander anzuordnen und auf der Rückseite wie in Abb. 9 gezeigt miteinander zu verbinden. Der individuelle Systemaufbau hängt jedoch von der jeweiligen Applikation ab.



Abb. 8: Beispiel für die Aufstellung eines UltiMate 3000-Systems

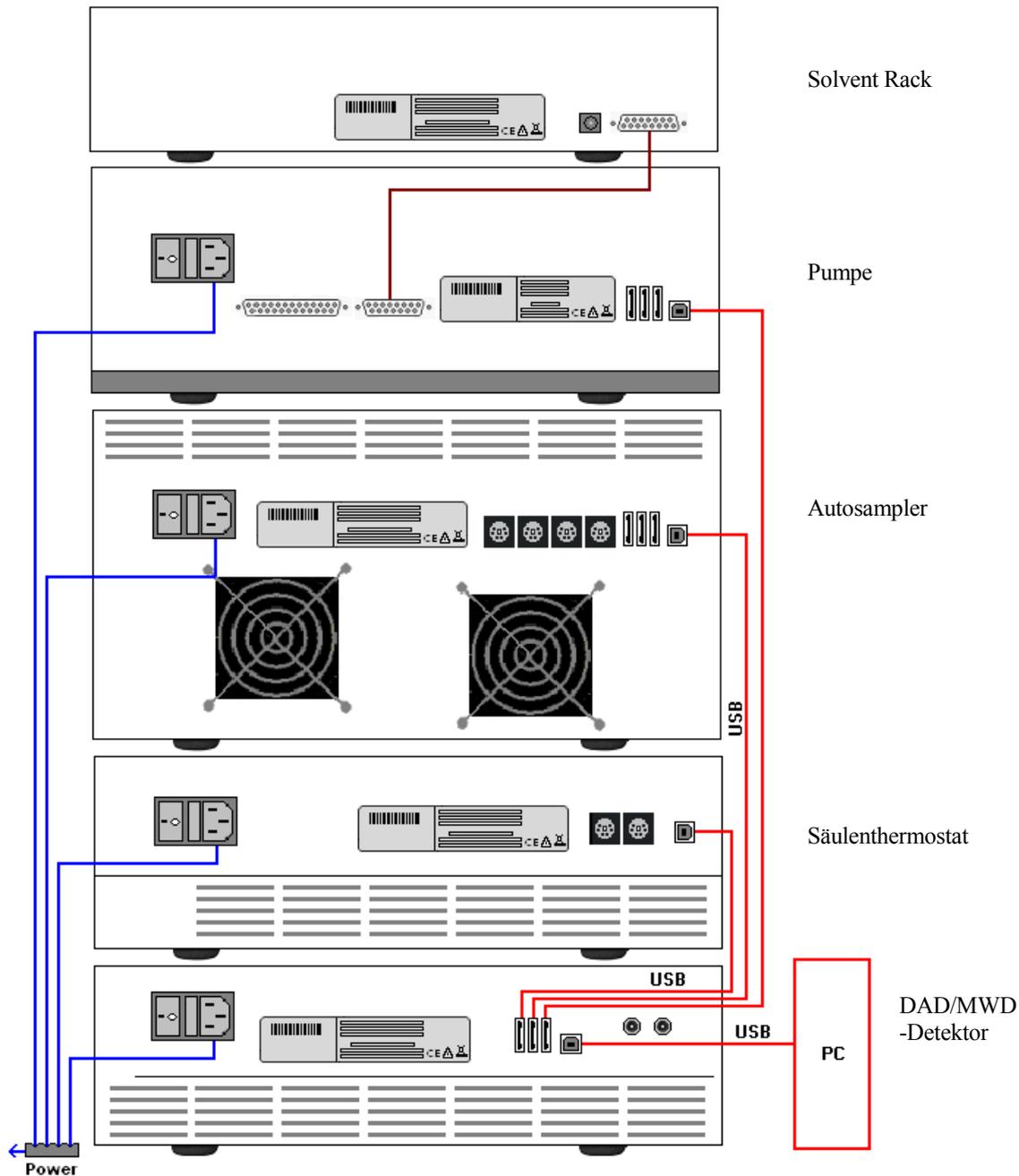


Abb. 9: Beispiel für die Verbindung der Module auf der Rückseite eines UltiMate 3000-Systems

Alle Module eines UltiMate 3000-Systems (mit Ausnahme des Solvent Racks) können auch direkt über die USB-Schnittstelle mit dem Chromeleon-Rechner verbunden werden. Thermo Fisher Scientific empfiehlt jedoch, alle Module mit dem Detektor zu verbinden und nur eine Verbindung zum Rechner zu führen.

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

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 direkt mit dem Chromeleon-Rechner (→ Abb. 4, Seite 17). Voraussetzung am PC ist eine USB 2.0-Schnittstelle. Beachten Sie, dass der Anschluss über den USB-Hub des Autosamplers *nicht* möglich ist.

 **Hinweis:** Die Länge der USB-Verbindung zum Rechner oder nächsten externen 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

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.

3.5 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.

- i 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.

- i 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*

erkennt den neuen Detektor automatisch und führt 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 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 30), können Sie den Detektor in Chromeleon installieren und konfigurieren:

1. Starten Sie, falls erforderlich, den Chromeleon **Server Monitor** und den Chromeleon-Server (→ Seite 30).
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 Server-Symbol , um sich die Einträge unterhalb des Servers anzeigen zu lassen.
4. Wählen Sie die Zeitbasis aus, der Sie den Detektor zuordnen möchten, oder legen Sie eine neue Zeitbasis an (über **Add Timebase** im Menü **Edit**).
5. Öffnen Sie das Dialogfenster **Add device to timebase**. Wählen Sie dazu im Menü **Edit** den Befehl **Add Device** (oder wählen Sie die Zeitbasis per Rechtsklick aus und wählen Sie im Menü den Punkt **Add Device**).
6. Wählen Sie unter **Manufacturers** den Eintrag **Dionex HPLC: UltiMate 3000** und dann unter **Devices** den Eintrag **DAD-3000(RS) Detector** oder **MWD-3000(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 (→ Seite 33).
8. Klicken Sie auf **OK**, um die Konfiguration des Detektors zu beenden.
9. Klicken Sie mit der rechten Maustaste auf das Server-Symbol, unter dem die Zeitbasis installiert wurde, und wählen Sie **Properties**. Prüfen Sie, dass auf der Registerkarte **Advanced** der Wert im Feld **Spectra** mindestens 5000 beträgt. Bei einem geringeren Spektrenpuffer kann es bei hohen Datenaufnahmeraten zu Pufferüberläufen kommen.
10. 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 36).

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:

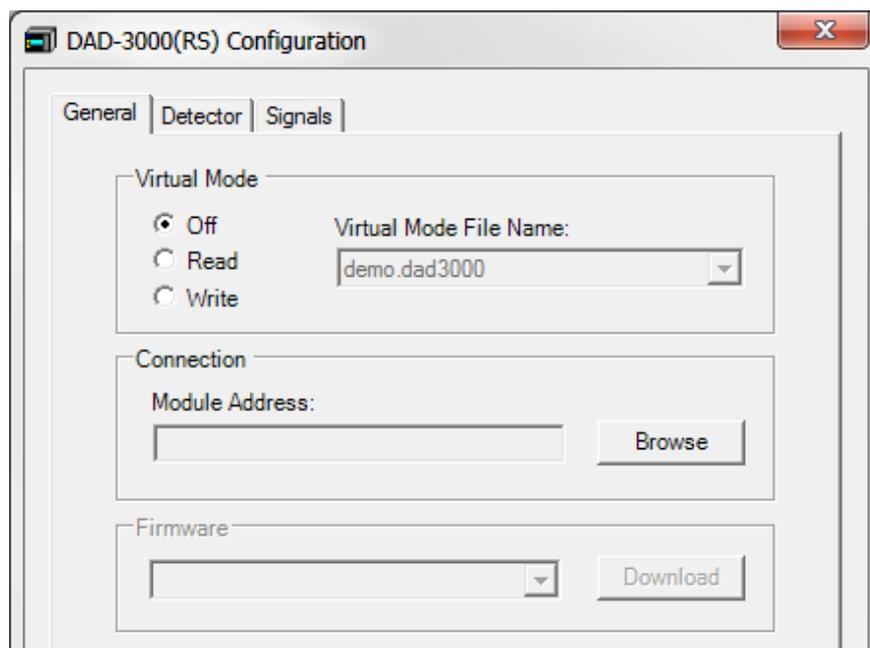


Abb. 10: Registerkarte General (hier: DAD-3000RS)

- **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.
- **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 7.7 (→ Seite 114).

Registerkarte Detector

Zeigt die Detektorkonfiguration:

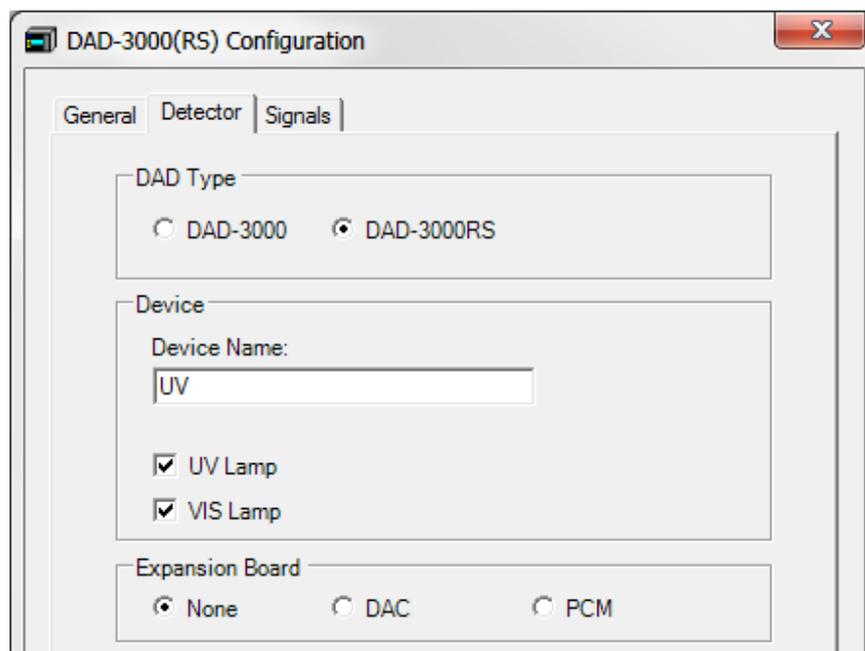


Abb. 11: Registerkarte Detector (hier: DAD-3000RS)

- **DAD Type**
Legt den Detektortyp fest. Stellen Sie sicher, dass die hier ausgewählte Option dem tatsächlich installierten Detektortyp entspricht.
- **Device**
 - ◆ **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.
 - ◆ **UV Lamp**
Dieses Kästchen muss aktiviert sein, wenn eine Deuterium-Lampe installiert ist. (Da die Detektoren standardmäßig mit einer Deuterium-Lampe ausgestattet sind, ist das Kästchen standardmäßig aktiviert.)
 - ◆ **VIS Lamp**
Dieses Kästchen muss aktiviert sein, wenn eine Wolfram-Lampe installiert ist. (Da die Detektoren standardmäßig mit einer Wolfram-Lampe ausgestattet sind, ist das Kästchen standardmäßig aktiviert.)
- **Expansion Board**
 - ◆ **DAC**
Dieses Kästchen muss ausgewählt werden, wenn optionale Analogausgänge installiert wurden (→ Seite 18).
 - ◆ **PCM**
Dieses Kästchen muss ausgewählt werden, wenn ein pH- und Leitfähigkeitsmessgerät installiert wurde (→ Seite 19) .

Registerkarte Signals

Die Registerkarte **Signals** zeigt alle Signale, die über den Detektor aufgezeichnet werden können. Für jedes Signal erscheint der Signaltyp und der Signalname. Damit für ein Signal Rohdaten aufgenommen werden können, muss für das Signal das Kontrollkästchen **Enabled** aktiviert sein. Ist das Kontrollkästchen nicht ausgewählt, kann der Detektor für dieses Signal keine Rohdaten aufnehmen. Wenn Sie einen Signalnamen ändern möchten, können Sie ihn direkt in der entsprechenden Zeile überschreiben.

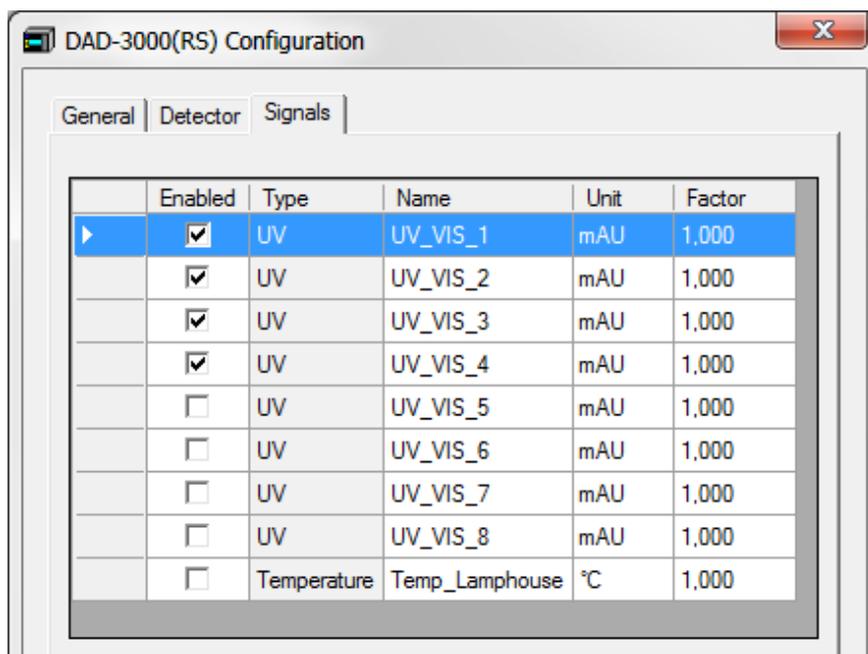


Abb. 12: Registerkarte Signals (hier: DAD-3000RS)

Das Signal **Temp_Lamphouse** ist standardmäßig aktiviert. Übernehmen Sie diese Einstellung, wenn Sie die Lampengehäuse-Temperatur aufzeichnen möchten. Damit wird der entsprechende Kanal für die Datenaufnahme erzeugt. Weitere Informationen finden Sie im Kapitel 5.6.4 (→ Seite 74).

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 32).
2. Markieren Sie in der Zeitbasis **DAD-3000(RS) Detector** oder **MWD-3000(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 33).
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 32).
4. Konfigurieren Sie den Detektor. Die Vorgehensweise entspricht der Beschreibung in Kapitel 3.5.3 (→ Seite 33).

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

 **Vorsicht:** Während des Transports ist die Detektoroptik durch zwei Schrauben auf der Geräteunterseite gesichert (→ Abb. 7, Seite 26). Vergewissern Sie sich, dass die Schrauben gelöst sind, ehe Sie mit dem Detektor zu arbeiten beginnen.

Nachdem Sie den Detektor wie in den Kapiteln 3.1 bis 3.4 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 geeignete Messzelle (→ Seite 107).
2. Schließen Sie die Systemdrainage an (→ Seite 41).
3. Schließen Sie den Detektor fluidisch an die Trennsäule an.
4. Installieren Sie den Detektor in Chromeleon (→ Seite 30).
5. Schalten Sie den Detektor ein (→ Seite 47).
6. Überprüfen und ändern Sie gegebenenfalls die Einstellung für die Leakerkennung (→ Seite 66).
7. Passen Sie, falls erforderlich, die Helligkeit und den Kontrast der Displayanzeige an Ihre Anforderungen an (→ Seite 66).
8. Alternativ können Sie entweder einen DAC-Einschub oder ein pH- und Leitfähigkeitsmessgerät anschließen:
 - a) *Wenn Sie zusätzliche Auswertegeräte an den Detektor anschließen möchten*
Installieren Sie den DAC-Einschub und konfigurieren Sie die Analogausgänge (→ *Installationsanleitung DAC-Einschub*).
 - b) *Wenn Sie zusätzlich ein pH- und Leitfähigkeitsmessgerät an den Detektor anschließen möchten*
Installieren Sie das PCM-3000 und konfigurieren Sie dieses in Chromeleon (→ *Installationsanleitung PCM-3000*).
9. Ehe Sie mit der Probenanalyse beginnen, sollten Sie das gesamte System äquilibrieren (→ Seite 42).

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 Detektor verwenden.
- Wenn Sie mehr als einen Detektor in einem System verwenden, zum Beispiel einen Diodenarray-Detektor und einen Fluoreszenz-Detektor, finden Sie im Zubehör der Messzelle des Fluoreszenz-Detektors eine weitere Viper-Kapillare.
- Verwenden Sie nur die mitgelieferten, fertig konfektionierten Anschlusskapillaren bzw. Original-Ersatzkapillaren.
- 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.

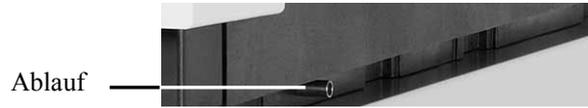


Abb. 13: Ablauf

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

4.4 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. Stellen Sie die Wellenlänge ein und schalten Sie die Lampen ein.
4. Beobachten Sie den Pumpendruck. Vergewissern Sie sich, dass der Druck für die jeweilige Anwendung korrekt ist und dass er stabil bleibt.
5. Beobachten Sie das Detektorsignal. 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.

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 53).
- 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 (→ Abb. 14, Seite 43).
 - ◆ 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.

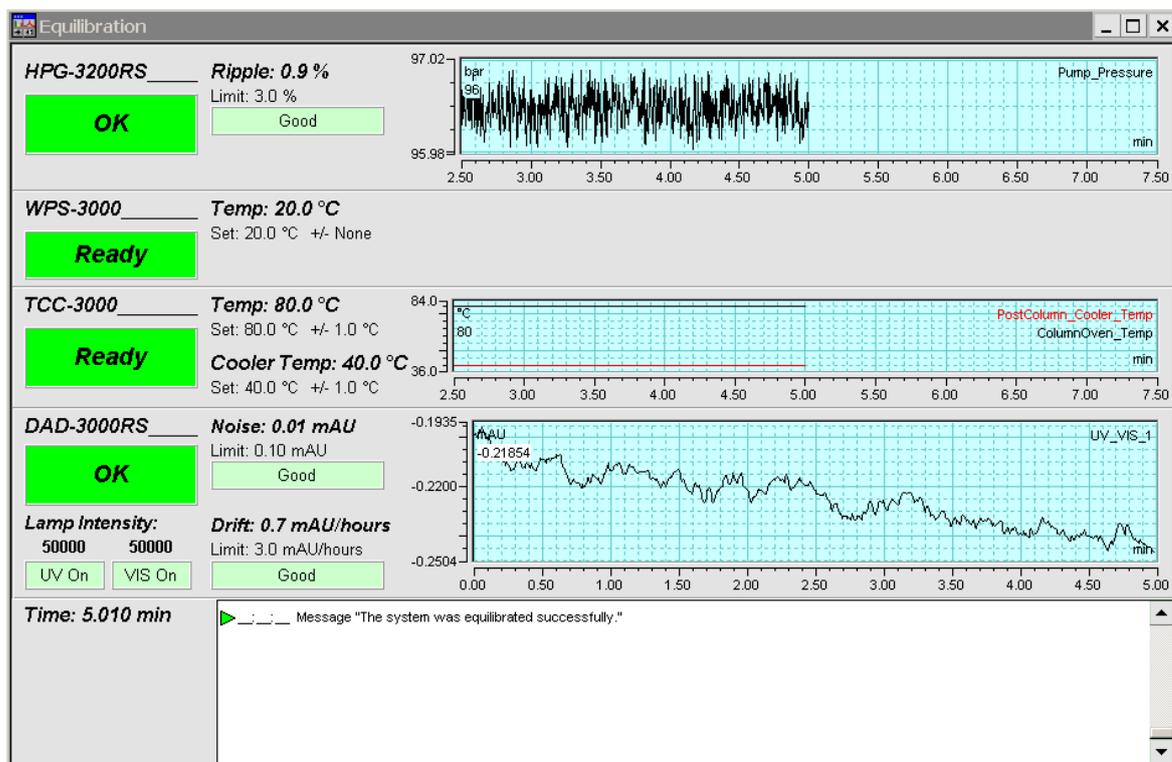


Abb. 14: Äquilibrierfenster

Äquilibrieren des Systems über die Gerätemenüs

Wählen Sie die Befehle und Parameter in den Menüs der einzelnen Geräte aus. Informationen zu den Menüs des Detektors finden Sie im Kapitel 5.4.2.1 (→ Seite 57). Informationen zu den Menüs der anderen Systemmodule finden Sie in der *Bedienungsanleitung* des jeweiligen Gerätes.

4.5 Allgemeine Hinweise zum Detektorbetrieb

In den folgenden Kapiteln finden Sie allgemeine Hinweise zum Detektorbetrieb. Beachten Sie darüber hinaus auch die Informationen im Kapitel 5.6.1, wie Sie die Detektorleistung optimieren können (→ Seite 67).

4.5.1 Wellenlänge

Die folgenden beiden Kriterien sind bei der Festlegung einer Wellenlänge für die Analyse von Bedeutung:

- Die Probenbestandteile sollten bei der festgelegten Wellenlänge stark absorbieren. Wählen Sie, wenn möglich, eine Messwellenlänge auf dem Absorptionsmaximum.
- Die mobile Phase sollte "transparent" sein und bei der ausgewählten Wellenlänge keine oder nur wenig Absorption zeigen.

4.5.2 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 in HPLC-Qualität, Chemikalien in Reagenz-Qualität und gefiltertem Wasser in HPLC-Qualität zu.
- Entgasen Sie die mobile Phase und halten Sie sie gasfrei.
- Starke Basen können die Quarzfenster der Messzelle anätzen. Wenn es sich bei der mobilen Phase um eine Base handelt, sollte die Konzentration der mobilen Phase 0.1 M nicht übersteigen. Liegt die Konzentration der Base über 50 mM, sollten Sie 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 das Absorptionsvermögen der Probe und die Hintergrundabsorption der mobilen Phase.
- 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 127).

4.5.3 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 mit dem Pumpenhub auf, sollten Sie Ihre HPLC-Pumpe überprüfen.

Bei einigen Systemen zur Lösungsmittelzuführung 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 UV-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.

4.5.4 Messzelle

Beachten Sie die folgenden Hinweise für den Umgang mit Messzellen:

- Die medienberührten Teile der Messzelle bestehen, je nach Ausführung, aus Quarzglas (Fused Silica), PEEK (Polyetheretherketon), Edelstahl oder PTFE (Polytetrafluorethylen). Die chemische Beständigkeit einer Messzelle ist lösungsmittelabhängig. Dies gilt besonders für sehr stark saure Lösungsmittel mit großen Pufferkonzentrationen und bestimmten Lösungsmitteln wie THF (Tetrahydrofuran) und CHCl₂ (Dichlormethan).
- Um Schäden an der Messzelle zu vermeiden, sollte ein Detektor, der mit einer PEEK-Messzelle ausgestattet ist, nicht über längere Zeit (5 Minuten oder länger) ohne Fluss und mit eingeschalteter Lampe betrieben werden.
- Informationen zur Reinigung der Messzellen finden Sie auf Seite 106.

4.5.5 Lampen

Um optimale Ergebnisse zu erzielen, sollte die jeweilige Lampe mindestens 60 Minuten vor Beginn der ersten Analyse eingeschaltet werden.

5 Betrieb und Wartung

Informationen zur Steuerung des Detektors über das Chromatographie-Management-System Chromeleon finden Sie im Kapitel 5.3 (→ Seite 49).

Zusätzlich stehen am Gerätedisplay Funktionstasten und Menüs zur Verfügung, um die Erstinstallation des Detektors zu erleichtern. So können Sie bestimmte Funktionen direkt vom Gerätedisplay aus durchführen:

- Ein- und Ausschalten der Lampen
- Durchführen eines Autozero
- Meldungen vom Gerätedisplay löschen
- Helligkeit der Hintergrundbeleuchtung und den Kontrast der Displayanzeige anpassen

Informationen hierzu finden Sie im Kapitel 5.4 (→ Seite 55).

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 48).
- 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 81) und schalten Sie den Detektor wieder ein.

Im Normalbetrieb brauchen Sie den Detektor nicht über den Netzschalter auszuschalten. Verwenden Sie stattdessen die Standby-Taste auf der Gerätevorderseite (→ Seite 16). 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 Statusanzeige

Nach erfolgreichem Selbsttest erscheint die Statusanzeige auf dem Gerätedisplay.



DAD-3000RS				
1:	220 nm	2:	254 nm	
3:	272 nm	4:	520 nm	
10 Hz	UV: On	VIS: On	Slit: N	

Abb. 15: Statusanzeige (Beispiel)

Angezeigt werden

- Datenaufnahmerate
- Wellenlängen
- Status der Lampen (On oder Off)

Falls erforderlich, können Sie die Helligkeit der Hintergrundbeleuchtung und den Kontrast der Displayanzeige an Ihre Anforderungen anpassen (→ Seite 66).

5.3 Steuerung über Chromeleon

Vergewissern Sie sich zunächst, dass folgende Voraussetzungen erfüllt sind:

1. Die Chromeleon-Software ist auf dem Rechner installiert und der Lizenzcode ist eingegeben. Der Rechner erfüllt die Systemvoraussetzungen (→ Seite 22).
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 30).

Damit der Detektor über Chromeleon gesteuert werden kann, müssen Sie die Zeitbasis, auf welcher der Detektor installiert ist, mit dem Chromeleon-Client verbinden (→ Seite 49).

Die Steuerung kann auf zwei Arten erfolgen:

- **Direkt** über die Parameter und Befehle im Dialogfenster **Commands** (→ Seite 50) oder auf einem Steuerfenster (Control Panel) (→ Seite 51)
- **Automatisch** über ein Steuerprogramm (PGM) (→ Seite 53)

5.3.1 Verbinden mit Chromeleon

1. Starten Sie gegebenenfalls den Chromeleon **Server Monitor** und den Chromeleon-Server (→ Seite 30).
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 50 und für das Steuerfenster auf der Seite 51.

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.
- ist die **Standby**-Taste auf der Gerätevorderseite weiterhin aktiv.
- stehen weitere Funktionen zur Lebensdauerprognose von Verschleißteilen zur Verfügung (→ Seite 73).
- stehen Diagnosetests zur Verfügung (Chromeleon 6.80 ab SR10), mit denen der Detektor und verschiedene seiner Komponenten auf ihre Funktionsfähigkeit hin überprüft werden können (→ Seite 75)

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

5.3.2 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.

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 **UV** klicken.

Welche Parameter und Befehle angezeigt werden, hängt ab von

- ◆ der Chromeleon-Version
- ◆ den in der Detektorkonfiguration festgelegten Optionen (→ Seite 33).
- ◆ 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.

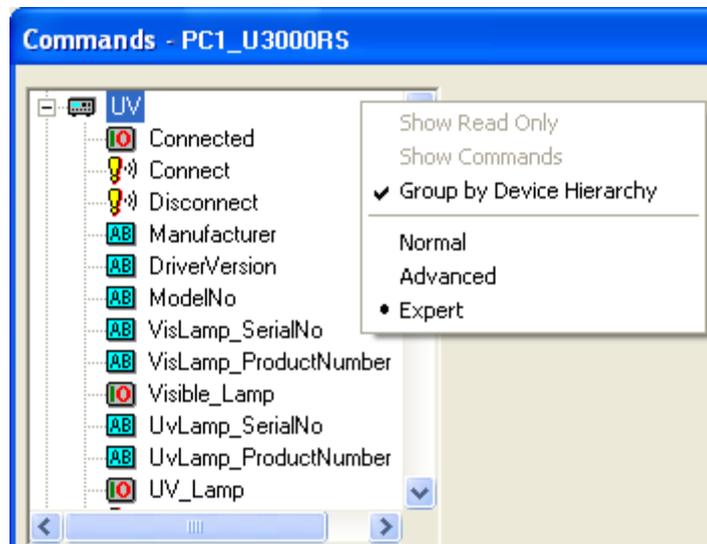


Abb. 16: Dialogfenster Commands

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**.

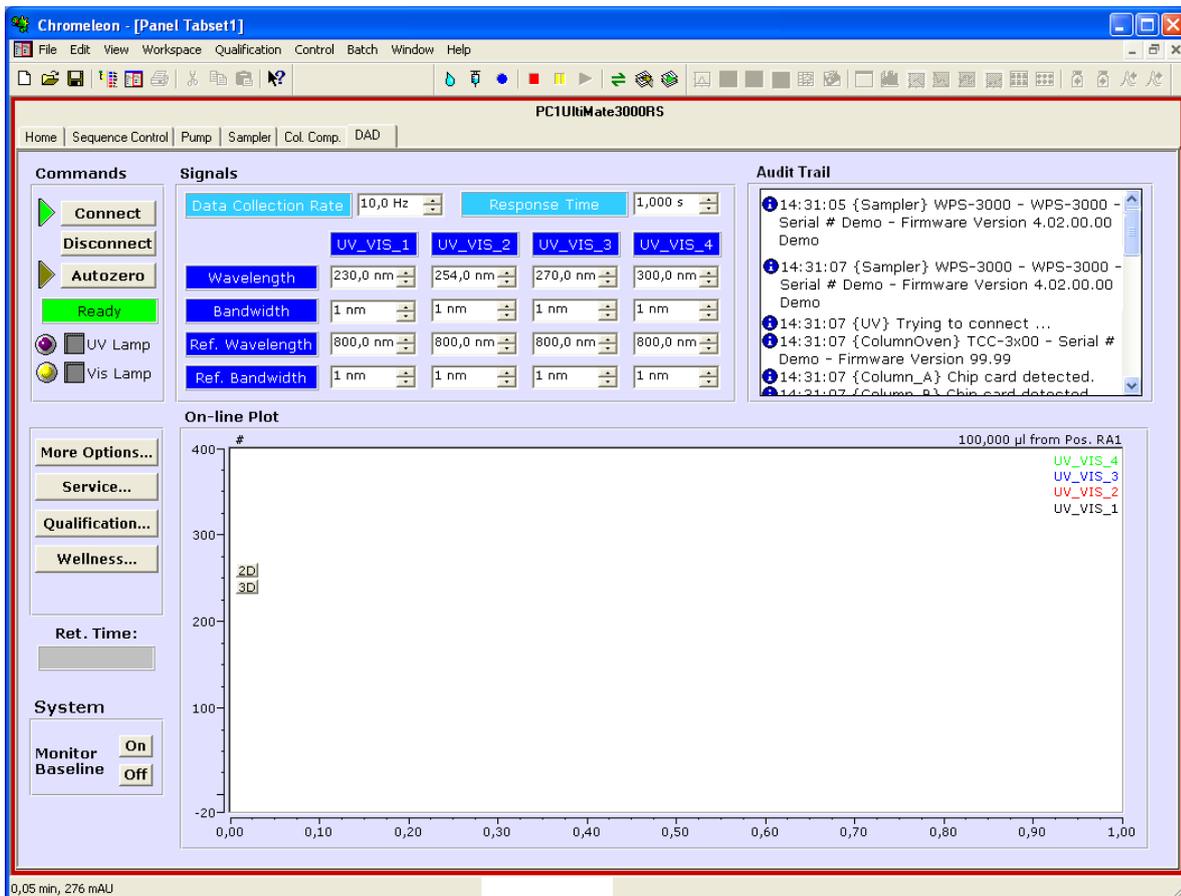


Abb. 17: Steuerfenster für den Detektor innerhalb eines Panel Tabsets

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.

5.3.3 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 78) 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**.
3. Nach Abschluss des Programm-Assistenten erstellt Chromeleon automatisch das entsprechende Programm.
4. Starten Sie das Programm wie unten beschrieben (→ Seite 54).

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.

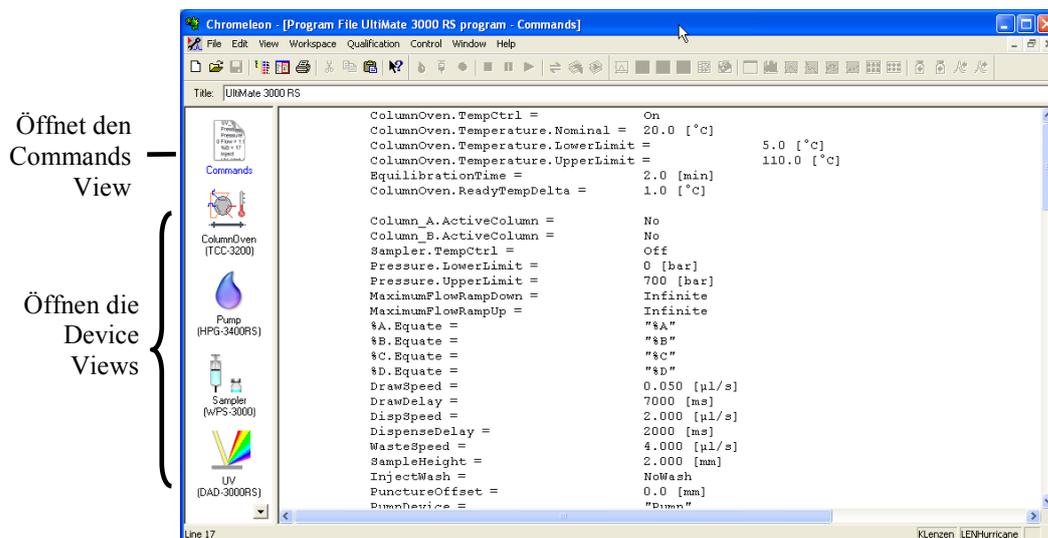


Abb. 18: Chromeleon Programm (hier: Programmansicht im Commands View)

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

Die Geräteansichten (Device Views) bieten die einfachste Möglichkeit, ein Programm zu ändern → Abb. 18). 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 Probenaten (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 Funktionstasten und Menüs am Gerätedisplay

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

Informationen zu den verschiedenen Funktionstasten finden Sie im Kapitel 5.4.1 (siehe unten) sowie auf der Seite 57. Informationen zu den einzelnen Menüs finden Sie im Kapitel 5.4.2.1 (→ Seite 57).

5.4.1 Einblenden der Funktionstasten

Vier weiße Punkte unterhalb des Displays markieren die Positionen der Funktionstasten (→ Tabelle auf Seite 56).

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. 19: Einblenden der Funktionstasten (hier: unter Steuerung mit Chromeleon)

Die Funktionstasten ersetzen die Informationen in der untersten Zeile der Statusanzeige. Wird keine Auswahl getroffen, erscheint nach circa 5 Sekunden wieder die ursprüngliche Zeile der Statusanzeige.



Abb. 20: Funktionstasten (hier: keine Verbindung zu Chromeleon)

Um...	Wählen Sie...
das Hauptmenü aufzurufen (→ Seite 59)	Menu
Wenn ein PCM-3000 installiert ist (ab Firmware 2.30) Zwischen dem Anzeigemodus "Standard" (vier Detektorkanäle) und dem Anzeigemodus "pH/Cond" (zwei Detektorkanäle sowie pH- und Leitfähigkeitswert) umzuschalten	pH/Cond bzw. Standard
einen automatischen Nullabgleich durchzuführen (= das aktuelle Detektorsignal wird als 0 interpretiert. Daher sollte sich keine absorbierende Probe in der Messzelle befinden, wenn ein AutoZero durchgeführt wird; nur verfügbar, wenn der Detektor nicht mit Chromeleon verbunden ist.)	AutoZero

Wenn der Detektor mit Chromeleon verbunden ist, können Einstellungen, welche die Messung betreffen, nicht mehr über das Gerätedisplay vorgenommen werden und sind "read-only". Einstellungen, welche die Messung nicht betreffen (z.B. Helligkeit und Kontrast der Displayanzeige), können jedoch weiterhin am Display verändert werden.

5.4.2 Detektor-Menüs

Abb. 21 zeigt eine Übersicht über die verschiedenen Detektor-Menüs. Informationen zum allgemeinen Aufbau der Menüs finden Sie auf Seite 57. Informationen zu den einzelnen Kommandos und Parametern, die in den verschiedenen Menüs zur Verfügung stehen, finden Sie in den Kapiteln 5.4.2.2 bis 5.4.2.4 (→ Seite 59).

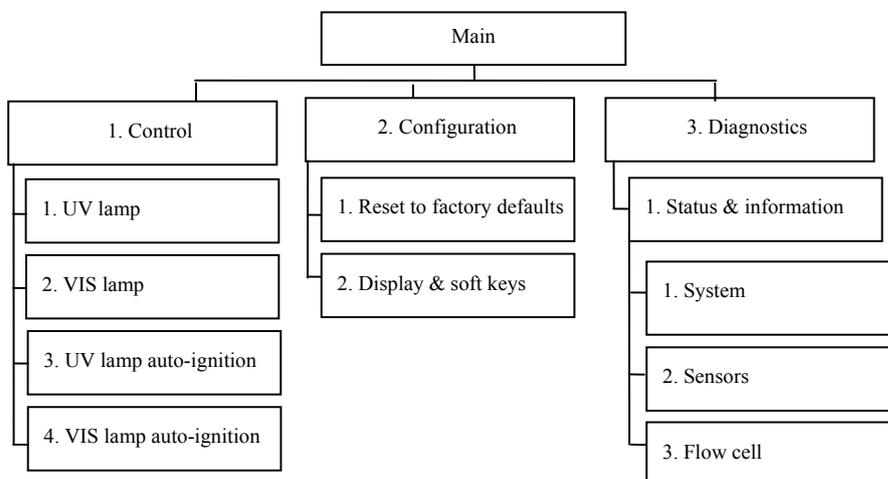


Abb. 21: Detektormenüs

5.4.2.1 Aufbau der Menüs

Die einzelnen Menüs sind wie folgt aufgebaut:

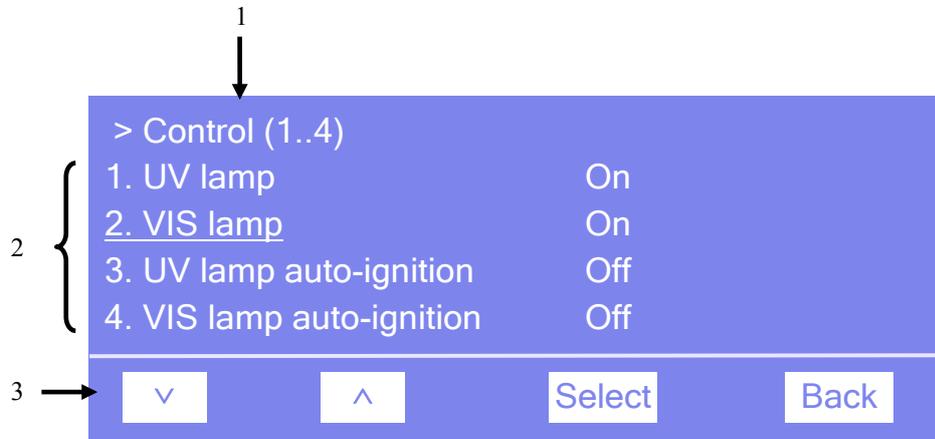


Abb. 22: Aufbau der Menüs (hier: Menü "Control")

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 61).	^
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 61).	∨
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 On und Off bei einer Lampe.	Toggle
die Auswahl zu bestätigen und die Aktion auszuführen. Wenn Sie beispielsweise den Betriebszustand einer Lampe von Off auf On geändert haben, müssen Sie dies mit OK bestätigen, damit die Änderung wirksam und die Lampe eingeschaltet wird.	OK
die Aktion abzubrechen und den alten Wert wieder herzustellen. Wenn Sie beispielsweise den Betriebszustand einer Lampe von Off auf On geändert haben, können Sie diese Änderung über Cancel rückgängig machen. Der Betriebszustand wird wieder auf Off 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

5.4.2.2 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 55) auf.

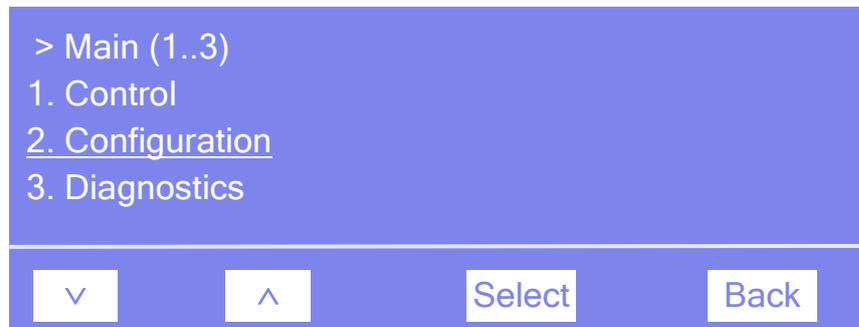


Abb. 23: Hauptmenü "Main"

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 Control (→ Seite 60)
- Menü Configuration (→ Seite 61)
- Menü Diagnostics (→ Seite 62)

5.4.2.3 Menü Control

Über das Menü **Control** können Sie die allgemeinen Einstellungen für die Lampen vornehmen:



Abb. 24: Menü "Control"

Um ...	Wählen Sie ...
die Deuteriumlampe ein- oder auszuschalten (On oder Off).	UV lamp
die Wolframlampe ein- oder auszuschalten (On oder Off).	VIS lamp
festzulegen, ob die Deuteriumlampe standardmäßig eingeschaltet werden soll, sobald der Detektor eingeschaltet oder der Standby-Modus aufgehoben wird (On = ein; Off = aus).	UV lamp auto-ignition
festzulegen, ob die Wolframlampe standardmäßig eingeschaltet werden soll, sobald der Detektor eingeschaltet oder der Standby-Modus aufgehoben wird (On = ein; Off = aus).	VIS lamp auto-ignition

5.4.2.4 Menü Configuration

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

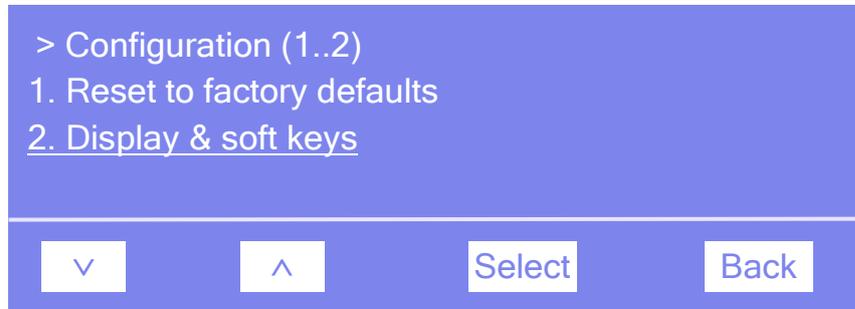


Abb. 25: Menü "Configuration"

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
Nehmen Sie hier Einstellungen zum Display und den Funktionstasten vor: 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

5.4.2.5 Menü Diagnostics

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

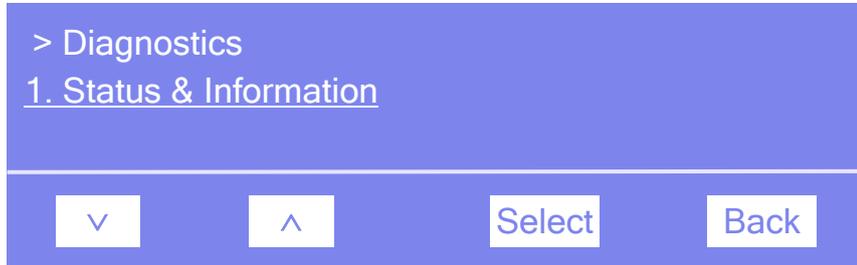


Abb. 26: Menü "Diagnostics"

Um ...	Wählen Sie ...
allgemeine Informationen zum Detektor zu sehen (siehe unten). Alle Informationen sind read-only.	Status & information

Über das Menü **Status & Information** können folgende Informationen abgerufen werden:

Um ...	Wählen Sie ...
Informationen zum Detektor zu sehen, wie Detektortyp und Firmware-Version.	System
den Status des Sensors am Frontdeckel (Open oder Closed) und des Leaksensors (Leak oder OK) abzufragen.	Sensors
Informationen zur Messzelle zu sehen, wie Seriennummer, Messzellentyp und Material.	Flow cell

5.5 Einstellungen für den Betrieb

In diesem Kapitel finden Sie Informationen für den Betrieb des Detektors:

Erfahren Sie mehr über ...	Auf Seite ...
Einschalten der Lampen	siehe unten
Einstellen der Wellenlängen bei UV-Vis-Kanälen	64
Einstellen des 3D-Wellenlängenbereichs	64
Starten und Stoppen der Datenaufnahme	65
Erkennen von Undichtigkeiten	66
Anpassen von Helligkeit und Kontrast der Displayanzeige	66

Beachten Sie darüber hinaus auch die Informationen zu den speziellen Funktionen, die Ihnen für den Betrieb des Detektors in Chromeleon zur Verfügung stehen (→ Seite 67).

5.5.1 Einschalten der Lampen

 **Hinweise:** Um optimale Ergebnisse zu erzielen, sollte die jeweilige Lampe mindestens 60 Minuten vor Beginn der ersten Analyse eingeschaltet werden.

Wird die Deuteriumlampe ausgeschaltet, kann die Lampe erst nach einer Abkühlzeit von 5 Minuten erneut gezündet werden. Diese Zeit wird vom Detektor überwacht. Wird die Lampe vor Ablauf dieser Zeit eingeschaltet, erscheint eine entsprechende Meldung auf dem Gerätedisplay und im Chromeleon Audit Trail.

Sie können festlegen, dass die Lampen standardmäßig eingeschaltet werden, sobald der Detektor eingeschaltet oder der Standby-Modus aufgehoben wird. Sie können die Lampen jedoch auch manuell ein- und ausschalten. Es ist nicht möglich, eine der Lampen ein- oder auszuschalten, während eine Datenaufnahme läuft.

Lampen standardmäßig einschalten

- *In Chromeleon*
Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor. Setzen Sie **AutoactivateUV_Lamp** auf **On**, damit die Deuteriumlampe automatisch eingeschaltet wird. Setzen Sie **AutoactivateVisible_Lamp** auf **On**, damit die Wolframlampe automatisch eingeschaltet wird.
- *Am Gerätedisplay*
Wählen Sie die Funktionstaste **Menu**, rufen Sie das Menü **Control** auf und setzen Sie **UV lamp auto-ignition** auf **On**, damit die Deuteriumlampe automatisch eingeschaltet wird. Setzen Sie **VIS lamp auto-ignition** auf **On**, damit die Wolframlampe automatisch eingeschaltet wird.

Lampen manuell einschalten

- *In Chromeleon*
Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
Setzen Sie **UV_Lamp** auf **On**, um die Deuteriumlampe einzuschalten.
Setzen Sie **Visible_Lamp** auf **On**, um die Wolframlampe einzuschalten.
- *Am Gerätedisplay*
Wählen Sie die Funktionstaste **Menu** und rufen Sie das Menü **Control** auf. Setzen Sie **UV lamp** auf **On**, um die Deuteriumlampe einzuschalten. Setzen Sie **Vis Lamp** auf **On**, um die Wolframlampe einzuschalten.

Informationen zur Wellenlängenverifizierung finden Sie auf Seite 98.

5.5.2 Einstellen der Wellenlängen bei UV_VIS-Kanälen

Legen Sie die Wellenlängen für die Analyse in Chromeleon fest. Beachten Sie hierzu auch die Hinweise zur Auswahl der Wellenlänge auf den Seiten 44 und 69.

Einstellen der Wellenlänge

Vergewissern Sie sich, dass die Signale, die Sie aufnehmen möchten, bei der Installation des Detektors in den Eigenschaften auf der Seite **Signals** ausgewählt wurden (→ Seite 36). Andernfalls stehen diese Signale in Chromeleon nicht zur Verfügung und der Detektor kann keine Rohdaten für Sie aufnehmen.

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
2. Wählen Sie das gewünschte Signal aus (**UV_VIS_1** bis **UV_VIS_8**).
3. Geben Sie die Wellenlänge im Eingabefeld **Wavelength** ein.

5.5.3 Einstellen des 3D-Wellenlängenbereichs (nur DAD-3000(RS))

Bei der 3D-Datenaufnahme werden standardmäßig alle Wellenlängen im gesamten Bereich zwischen 190 und 800 nm aufgenommen. Sie können diesen Bereich jedoch in Chromeleon auf die für die Analyse relevanten Wellenlängen einschränken und dadurch die anfallende Datenmenge reduzieren.

Einstellen des Wellenlängenbereichs

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
2. Wählen Sie das Signal **3DFIELD** aus.
3. Geben Sie die untere Grenze des Wellenlängenbereichs im Eingabefeld **MinWavelength** ein.
4. Geben Sie die obere Grenze des Wellenlängenbereichs im Eingabefeld **MaxWavelength** ein.

Zusätzlich zum Wellenlängenbereich können Sie im Dialogfenster **Commands** für das 3D-Feld eine Referenzwellenlänge, Referenzbandbreite sowie die BunchWidth wählen. Welche Auswirkungen diese Parameter haben, finden Sie im Kapitel 'Optimieren der Detektorleistung' (→ Seite 67).

i Hinweis: Auf dem Steuerfenster für den Detektor stehen entsprechende Befehle über die Schaltfläche **More Options** zur Verfügung.

5.5.4 Starten und Stoppen der Datenaufnahme

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

Datenaufnahme über Chromeleon starten oder stoppen

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
2. Wählen Sie das Signal aus, für das Sie die Datenaufnahme starten oder stoppen möchten (**3DFIELD**, **UV_VIS_1** bis **UV_VIS_8**).
3. Geben Sie den Befehl **AcqOn**, um die Datenaufnahme zu starten.
Geben Sie den Befehl **AcqOff**, um die Datenaufnahme zu beenden.

Verfolgen der Datenaufnahme am Gerätedisplay

Sie können die Datenaufnahme am Gerätedisplay verfolgen. Dabei wird die Absorption in mAU bei der gewählten Wellenlänge angezeigt.

DAD-3000RS					
1:	0.234	@ 220 nm	2:	1.234	@ 254 nm
		mAU			mAU
3:	1.456	@ 272 nm	4:	2.416	@ 520 nm
		mAU			mAU
10 Hz	UV: On	VIS: On	2.31	Acquisition	

Abb. 27: Anzeige während der Datenaufnahme (Beispiel)

Angezeigt werden

- Messwellenlänge
- Messwert
- Datenaufnahmerate, Status der Lampen, Retentionszeit

5.5.5 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** gesetzt.
- ertönt ein akustischer Alarm.

Wenn der Leaksensor angesprochen hat, beseitigen Sie die Ursache für die Undichtigkeit und trocknen Sie den Leaksensor (→ Seite 112). Wird die Undichtigkeit nicht sofort behoben, bricht Chromeleon den laufenden Batch ab.

Sie können die Leakerkennung gegebenenfalls auch dauerhaft ausschalten. (Dies ist jedoch nicht empfohlen.):

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

5.5.6 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 Spezielle Funktionen in Chromeleon

Dieses Kapitel gibt einen kurzen Überblick über einige spezielle Funktionen, die für den Detektor in Chromeleon zur Verfügung stehen.

Erfahren Sie mehr über ...	Auf Seite ...
Optimieren der Detektorleistung	siehe unten
SmartStartup und SmartShutdown	73
Überwachung von Verschleißteilen	73
Aufzeichnen der Lampengehäuse-Temperatur	74
Diagnosetests	75
Operational Qualification und Performance Qualification	76

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

5.6.1 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. Weitere Informationen finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon.

Parameter	Auswirkung auf	Was ist zu beachten...
Data Collection Rate	Auflösung der Peaks und Speicherplatz	→ Seite 68
Response Time	Empfindlichkeit, Basislinienrauschen, Peakbreite	→ Seite 69
Wavelength	Empfindlichkeit und Linearität	→ Seite 69
Bandwidth	Basislinienrauschen	→ Seite 70
Reference Wavelength	Basisliniendrift	→ Seite 70
Reference Bandwidth	Basislinienrauschen und Basisliniendrift	→ Seite 71
Slit Width	Basislinienrauschen, spektrale Auflösung, Peakübereinstimmung	→ Seite 72
Bunch Width (3D-Feld)	Spektrale Auflösung, Peakübereinstimmung, Speicherplatz	→ Seite 72

In Chromeleon können Sie diese Parameter manuell im Dialogfenster **Commands** für den Detektor (→ Seite 50) und auf der Seite des **Panel Tabs** (→ Seite 51) für den Detektor festlegen.

Wenn Sie ein Programm mit Hilfe des Programmassistenten erstellen, berechnet der Assistent die Datenaufnahmerate (Data Collection Rate) und eine dazu passende Response Time automatisch. Die Berechnung erfolgt ausgehend von dem Wert, den Sie für die Peakbreite bei halber Peakhöhe vorgegeben haben.

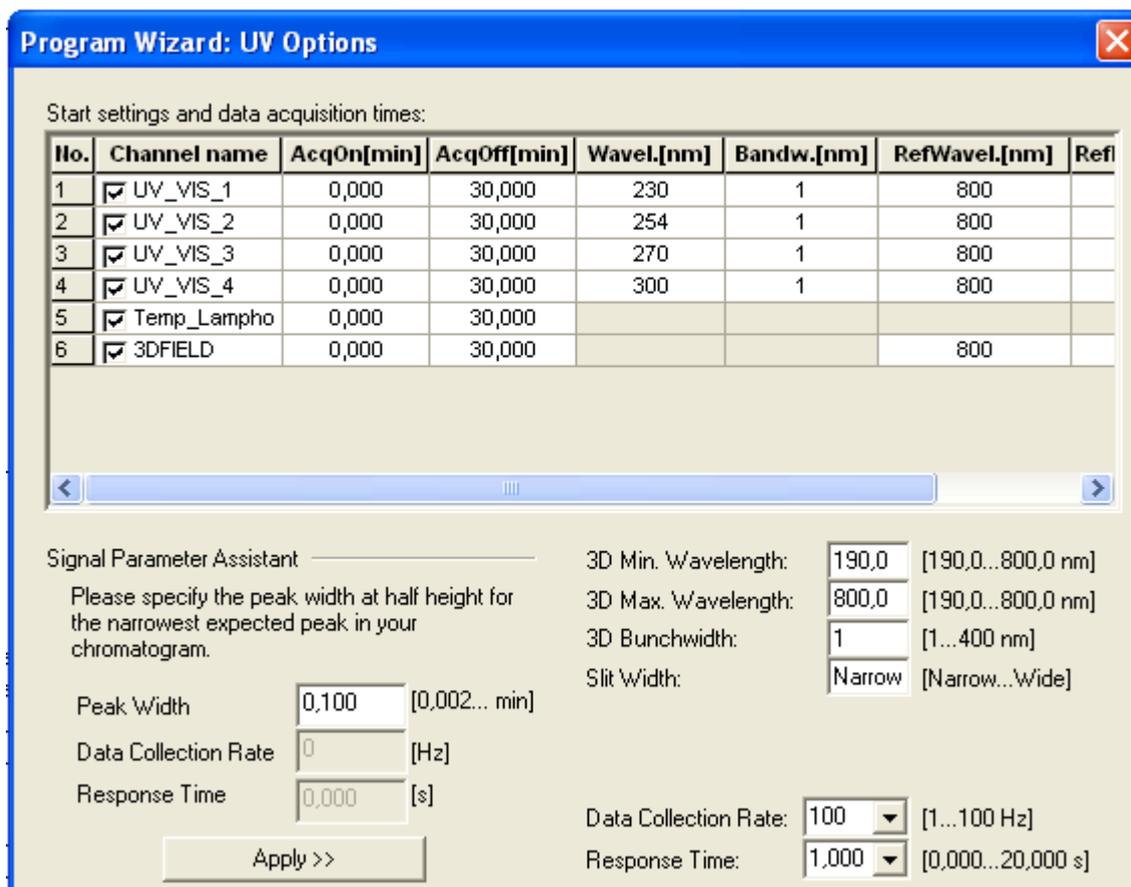


Abb. 28: Seite UV Options im Programmassistenten

5.6.1.1 Data Collection Rate (Datenaufnahmerate)

Die Datenaufnahmerate gibt an, wie viele Datenpunkte Chromeleon pro Sekunde (Hz) vom Detektor übernimmt und als Rohdaten abspeichert. Die maximale Anzahl der Datenpunkte, die der Detektor aufnimmt, hängt von der Detektorversion sowie der Chromeleon-Version ab. Der Detektor kann Daten maximal mit 100 Hz aufnehmen; wird der DAD-3000RS oder MWD-3000RS über Chromeleon 7.1 oder später gesteuert, können Daten mit maximal 200 Hz aufgenommen werden.

- Jeder Peak sollte in der Regel durch wenigstens 20 Datenpunkte definiert werden. Dies ist insbesondere eine Voraussetzung, um eine gute Peakflächenpräzision erzielen zu können. Für Chromatogramme mit koeluiierenden Peaks oder einem geringen Signal/Rausch-Verhältnis werden 40 Punkte pro Peak empfohlen.
- Wählen Sie eine niedrigere Datenerfassungsrate (beispielsweise 1,0 Hz), wenn alle Peaks verhältnismäßig breit sind.

- Wählen Sie eine höhere Erfassungsrate (beispielsweise 10,0 Hz), wenn die interessanten Peaks weniger als einige Sekunden breit sind.
- Bei einer zu niedrigen Datenerfassungsrate werden Peakanfang und Peakende nicht genau bestimmt. Ist die Rate zu hoch, benötigen die Datenfiles gegebenenfalls mehr Speicherplatz als nötig und die Verarbeitungszeit für die Post-run-Analyse verlängert sich.
- Bei Anwendungen, bei denen bei mehreren Wellenlängen gemessen wird, nimmt das Rauschen der Basislinie bei höheren Datenraten zu. Dies gilt insbesondere dann, wenn die Datenrate der maximal möglichen Datenrate entspricht oder dieser sehr nahe kommt. In diesem Fall können Sie das Rauschen reduzieren, indem Sie eine niedrigere Datenrate wählen.
- Die Datenaufnahmerate und Reaktionszeit sollten stets gemeinsam betrachtet und eingestellt werden, um die Anzahl der aufgenommenen Datenpunkte zu optimieren und das Kurzzeitrauschen zu optimieren, während gleichzeitig die Peakhöhe, Symmetrie und Auflösung beibehalten werden.
- Ausgehend von dem Wert, den Sie für die Peakbreite bei halber Peakhöhe vorgegeben haben, berechnet der Programmassistent in Chromeleon die Datenaufnahmerate und die dazu passende Reaktionszeit automatisch (→ Abb. 28, Seite 68).

5.6.1.2 Response Time (Reaktionszeit)

Die Reaktionszeit ist ein Maß dafür, wie schnell der Detektor auf eine Signaländerung reagiert.

Wählen Sie eine Response Time, die bei circa 10 % 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. Eine korrekt gewählte Response Time führt zu einer wesentlichen Reduzierung des Basislinienrauschens, reduziert die Peakhöhe jedoch nur geringfügig.

Ausgehend von dem Wert, den Sie für die Peakbreite bei halber Peakhöhe vorgegeben haben, berechnet der Programmassistent in Chromeleon die Datenaufnahmerate und die dazu passende Response Time automatisch (→ Abb. 28, Seite 68)

5.6.1.3 Wavelength

Wählen Sie für den UV_VIS-Kanal die Wellenlänge, bei der das Signal gemessen werden soll, also bei welcher die zu analysierenden Substanzen ihr Absorptionsmaximum haben. Eine Liste der Wellenlängen von Absorptionsmaxima verschiedener Chromophore finden Sie in Tabelle 2 im Kapitel 10 (→ Seite 128).

5.6.1.4 Bandwidth

Die Bandwidth spezifiziert die optische Bandbreite, mit der ein Chromatogramm (UV_VIS-Kanal) gemessen wird. In der Regel ist dies mit der optischen Auflösung eines Detektors gleichzusetzen.

Eine größere Bandbreite kann durch Mittelung mehrerer Photodioden-Signale zu einem einzigen Signal eingestellt werden. Der Vorgang wird auch als "Diode-Bunching" bezeichnet. Die Mittelung erfolgt symmetrisch zur eingestellten Wellenlänge. So werden bei einer Bandbreite von 31 nm und einer Wellenlänge von 255 nm z. B. die Signale aller Dioden im Bereich von 240 bis 270 nm gemittelt.

Durch eine Änderung der Bandbreite können häufig geringere Stoffmengen gemessen werden. Eine Vervierfachung der Bandbreite bewirkt etwa eine Halbierung des Rauschens. Allerdings nimmt die Linearität dabei im Allgemeinen ab.

5.6.1.5 RefWavelength

Neben der zu messenden Absorption der Probe können zusätzlich auch störende Substanzen Absorption zeigen. Die Störabsorption addiert sich zum Messsignal der Probe und kann so zu Fehlern bei der Ermittlung der Probenkonzentration führen. Häufige Ursachen für eine Störabsorption sind zum Beispiel eine sich ändernde Absorption des Eluenten oder Brechungsindexeffekte (insbesondere bei einer Gradiententrennung).

Wirkt die störende Absorption über einen breiten Spektralbereich, so kann deren Einfluss auf das Messsignal der Probe mathematisch verringert werden. Hierfür wird zusätzlich zur Absorption der Messwellenlänge der zeitliche Verlauf der Absorption bei einer Referenzwellenlänge (RefWavelength) gemessen. Zur Signalkorrektur wird die Absorption bei der Referenzwellenlänge von der Absorption bei der Messwellenlänge subtrahiert.

Um die Störungen wirkungsvoll zu verringern, wählen Sie die Referenzwellenlänge so, dass

- die Absorption der Störsubstanz bei der Messwellenlänge und der Referenzwellenlänge möglichst gleich groß ist.
- die zu messende Probe bei der Referenzwellenlänge nicht absorbiert.
- keine weiteren Substanzen (z. B. ko-eluierende Probenbestandteile) bei der Referenzwellenlänge absorbieren
- Messwellenlänge und Referenzwellenlänge wenn möglich im Spektralbereich der gleichen Lampe liegen. Wenn beide Lampen verwendet werden, dann sollten beide Wellenlängen entweder kleiner als 400 nm sein oder beide Wellenlängen größer als 350 nm sein.

Wenn sich die Höhe der Absorption der Störung zwischen Mess- und Referenzwellenlänge unterscheidet, wird die Störung nur unzureichend kompensiert oder überkompensiert. Absorbiert die Probe auch im Spektralbereich der Referenzwellenlänge, führt das zu einer Verringerung der gemessenen Peakhöhe und -fläche. Absorbieren weitere Substanzen auf der Referenzwellenlänge, kann dies sogar zu negativen Peaks im Messkanal führen.

Sie können die Referenzwellenlänge für jeden einzelnen Kanal und das 3D-Feld getrennt festlegen. Wenn Sie in Chromeleon die RefWavelength-Funktion auf **Off** setzen, wird die Signalkorrektur mit der Referenzwellenlänge ausgeschaltet.

i Hinweis: Die Verwendung einer Referenzwellenlänge kann zusätzliche Störungen im Chromatogramm erzeugen. Eine Referenzwellenlänge sollte nur mit Bedacht in besonderen Fällen eingesetzt werden. In den meisten Fällen liefert eine Messung ohne Referenz bessere und zuverlässigere Ergebnisse.

5.6.1.6 RefBandwidth

Die Referenzbandbreite dient zur Mittelung mehrerer Photodiodensignale im Bereich der Referenzwellenlänge (s. auch Bandbreite). Sie kann für jeden Kanal, auch für das 3D-Feld, einzeln eingestellt werden. Die Referenzbandbreite muss nur gewählt werden, wenn auch eine Referenzwellenlänge gewählt wurde.

Wählen Sie eine Referenzbandbreite, die so weit wie möglich (beispielsweise 30-100 nm) und doch schmal genug ist, damit der Referenzbereich sich nicht mit dem Absorptionsspektrum der Analyten überschneidet.

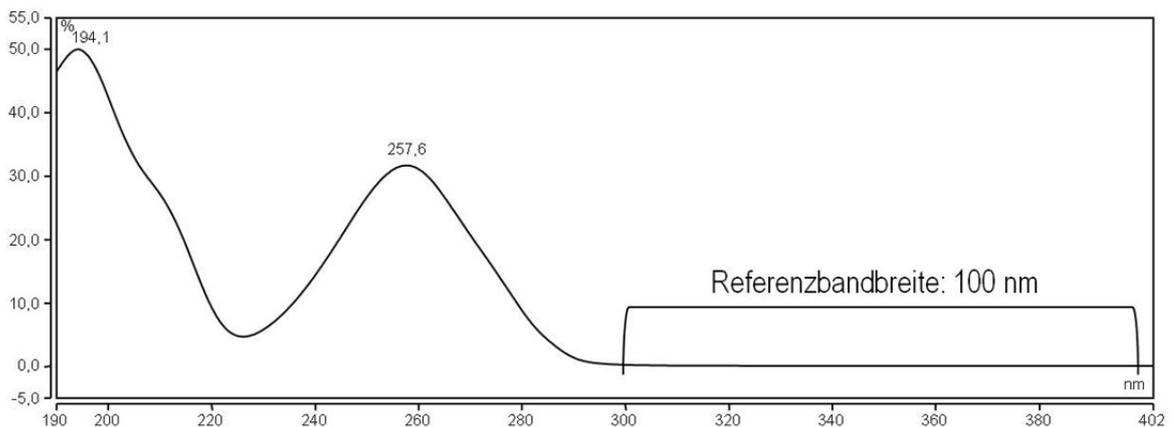


Abb. 29: Beispiel eines Chromatogramms mit Referenzbandbreite

5.6.1.7 Spaltbreite (nur MWD-3000RS und DAD-3000RS)

Die Detektoren in einem UltiMate 3000RS-System sind mit einem verstellbaren Spalt ausgestattet. Sie können zwischen zwei Spaltbreiten wählen: Ein schmaler Spalt bedeutet eine kleinere optische Bandbreite, bietet dafür eine hohe optische Auflösung (die Fähigkeit des Detektors, einzelne Wellenlängen voneinander zu unterscheiden), die für Analyten mit fein strukturierten Spektren (z.B. Benzol) erforderlich ist. Da bei einem breiten Spalt mehr Licht für die Messung zur Verfügung steht, kann das Basislinienrauschen minimiert werden. Die optische Auflösung nimmt jedoch ab.

- Verwenden Sie den breiten Spalt für "normale" Anwendungen und bei niedrigeren Konzentrationen.
- Verwenden Sie den schmalen Spalt bei hohen Konzentrationen und wenn Sie Analyten mit schmalen Absorptionsbanden analysieren.

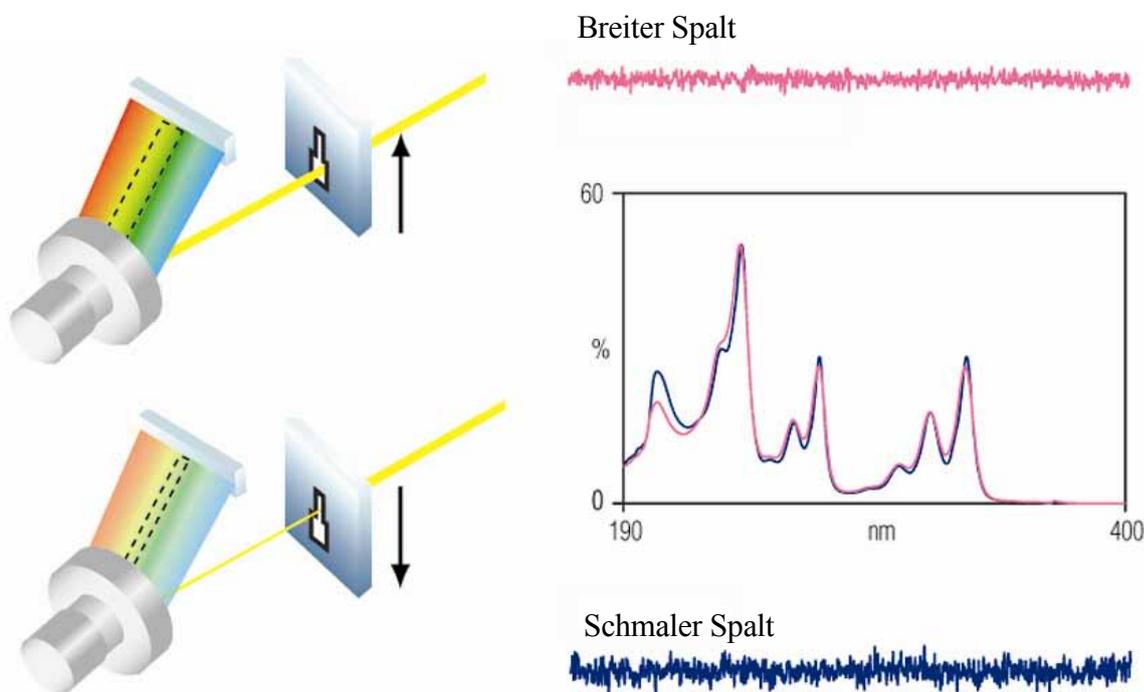


Abb. 30: Auswirkung der Spaltbreite auf das Basislinienrauschen

5.6.1.8 BunchWidth (nur DAD-3000(RS))

Die Bunch Width bestimmt den Bereich, über dem für das Erfassen von 3D-Daten gemittelt wird (analog zur Bandbreite bei einem UV_VIS-Kanal). Eine größere BunchWidth verringert den benötigten Speicherplatz und verbessert das Signal-/Rauschverhältnis, gleichzeitig verschlechtert sich jedoch die optische Auflösung.

5.6.2 SmartStartup und SmartShutdown

Der **SmartStartup**-Assistent hilft Ihnen, wiederkehrende Tätigkeiten zu automatisieren (→ Seite 42). SmartStartup übernimmt das automatisierte und kontrollierte Einschalten der verschiedenen Module Ihres UltiMate 3000-Systems. So werden beispielsweise beim Detektor die Lampen eingeschaltet. 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 78).

5.6.3 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.

Dialogfenster Commands

Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und legen Sie die gewünschten Grenzwerte fest. Eine vollständige Liste der für den Detektor verfügbaren Befehle und Zähler finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon. Um die Informationen für die Predictive Performance aktuell zu halten, werden die in der Tabelle genannten Zähler nach dem Tausch des entsprechenden Teils automatisch zurückgesetzt.

Nach einem Tausch der ...	Werden folgende Zähler automatisch zurückgesetzt ...
Deuteriumlampe	LastUVLampChangeDate (Einbaudatum der neuen Lampe) UVLampOperationTime (wird auf den Wert zurückgesetzt, der auf der Chipkarte der Lampe gespeichert ist.)
Wolframlampe	LastVISLampChangeDate (Einbaudatum der neuen Lampe) VISLampOperationTime (wird auf den Wert zurückgesetzt, der auf der Chipkarte der Lampe gespeichert ist.)

Darüber hinaus werden folgende Maßnahmen empfohlen:

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 **Wellness**, **Qualification** und **Service** zur Verfügung. Hier können Sie die Grenzwerte eingeben und die Zähler gegebenenfalls zurücksetzen. 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.

Wird ein Grenzwert erreicht, erscheint außerdem eine Meldung im Chromeleon Audit Trail.

5.6.4 Aufzeichnen der Lampengehäuse-Temperatur

Bei der Installation des Detektors ist das Kontrollkästchen **Temp_Lamphouse** auf der Seite **Signals** standardmäßig aktiviert (→ Seite 36). Damit wird der entsprechende Kanal für die Aufnahme der Lampengehäuse-Temperatur erzeugt. Der Kanal steht dann im Dialogfenster **Commands** für den Detektor zur Verfügung.

Die Deuteriumlampe des Detektors reagiert sehr empfindlich auf Temperaturschwankungen. Im Fall einer längerfristigen Drift der Basislinie kann das Lampengehäuse-Temperatursignal hilfreiche Hinweise auf die Ursache der Störung liefern. Daher sollten Sie diesen Kanal immer über das Chromeleon-Programm aufzeichnen.

5.6.5 Detektordiagnose

Für Chromeleon 6.80-Versionen ab SR10 stehen Diagnosetests zur Verfügung, mit denen der Detektor und verschiedene seiner Komponenten auf ihre Funktionsfähigkeit hin überprüft werden können.

1. Wählen Sie **Diagnostics** im Menü **Control**. (Das Menü **Control** ist nur sichtbar, wenn ein Steuerfenster geöffnet ist.)
2. Im Dialogfenster **Diagnostics** werden die Diagnosetests für alle Geräte angezeigt, die auf der aktuellen Zeitbasis installiert sind. Wählen Sie den gewünschten Test für den Detektor aus. Hinweise zur Durchführung der Tests finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon.

Um ...	Wählen Sie den ...
die Wellenlängengenauigkeit zu verifizieren (Qualitätssicherung oder vermutete Wellenlängenungenauigkeit)	Holmium Oxide Test ¹
die Intensität der Lampen zu prüfen und dabei Verunreinigungen in der Messzelle/im Laufmittel festzustellen (Qualitätssicherung oder erhöhtes Basislinienrauschen)	Intensity Test ¹ (mit installierter Messzelle)
die Intensität der Deuterium- bzw. Wolframlampe ohne Einfluss der aktuellen Messzelle und des Laufmittels zu prüfen (Qualitätssicherung oder erhöhtes Basislinienrauschen)	Intensity Test ² (ohne Messzelle)
das Dunkelstromsignal (Streulicht) des Detektors im aktuell verwendeten Systems zu bestimmen (erhöhte Drift, schlechte Linearität, erhöhtes Basislinienrauschen)	Dark Current Test ¹ (mit installierter Messzelle)
das Dunkelstromsignal (Streulicht) des Detektors ohne Einfluss der aktuellen Fluidik zu bestimmen (erhöhte Drift, schlechte Linearität erhöhtes Basislinienrauschen)	Dark Current Test ² (ohne Messzelle)
den Mechanismus zur Spaltumstellung auf korrekte Funktionsweise zu prüfen (nur DAD-3000RS und MWD-3000RS) (Qualitätssicherung)	Slit Test ¹

¹ Zur Durchführung dieser Tests wird die Pumpe des UltiMate 3000-Systems benötigt, da der Test mit einer Messzelle durchgeführt werden muss. Beachten Sie, dass die LPG-3400XRS Pumpe keine Diagnose des Detektors unterstützt. Verwenden Sie entgastetes Wasser (HPLC-Qualität).

² Der Test wird ohne Messzelle durchgeführt; die Pumpe ist nicht erforderlich. Entfernen Sie die Messzelle bereits vor dem Start des Tests.

Während der Tests müssen Sie die oberen und unteren Druckgrenzen anpassen. Um eine Beschädigung der Säule zu vermeiden, empfiehlt Thermo Fisher Scientific daher, anstelle der Säule eine Widerstandskapillare zu installieren. (Eine geeignete Kapillare ist zum Beispiel im Diagnosetool-Kit für die Detektoren enthalten.)

Wurde ein Test nicht bestanden, finden Sie im Kapitel 'Diagnosetests in Chromeleon' Vorschläge für Abhilfemaßnahmen (→ Seite 85).

5.6.6 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.

5.7 Außerbetriebnahme des Detektors

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

- Achten Sie darauf, dass die Messzellenabdeckung immer installiert ist, auch bei Betriebsunterbrechungen. Andernfalls kann die Optik durch eintretenden Staub beschädigt werden.
- Wenn Sie den Detektor transportieren oder versenden möchten, müssen Sie zur Sicherung der Optik die beiden Schrauben auf der Geräteunterseite (→ Abb. 7, Seite 26) wieder festziehen. Dabei sollte auch der Karton mit dem Hinweis auf die Transportsicherung, der bei Auslieferung am Gerät befestigt war, wieder wie abgebildet unter die Muttern geklemmt und um den Frontdeckel gefaltet 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.
- 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. Ein Standby-Programm umfasst im Wesentlichen die folgenden Punkte:

- Der Fluss wird am Programmende automatisch verringert.
- Die Temperatur aller temperaturgesteuerten Systemmodule wird heruntergefahren.

Shutdown-Programm

Ein Shutdown-Programm fährt das HPLC-System automatisch herunter. Es umfasst im Wesentlichen die folgenden Punkte:

- Der Fluss wird am Programmende automatisch gestoppt.
- Bestimmte Systemfunktionen werden abgeschaltet (z.B. Detektorlampen, Regelung der temperaturgesteuerten Systemmodule).

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 53).
- 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.

5.8 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, fusselreien 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, der zur Ableitung von Flüssigkeit aus dem Innenraum an den Ablauf rechts unterhalb des Detektors angeschlossen ist (→ Seite 41). 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 Lampen (→ Seite 100) und tauschen Sie diese gegebenenfalls aus (→ Seite 102).
Jährlich	Lassen Sie den Kundendienst eine regelmäßige Überprüfung auf Verschmutzung, Abnutzung, usw. in Abständen von circa 1 Jahr durchführen

 Hinweis: Unter Chromeleon stehen Funktionen zur Lebensdauerprognose von Verschleißteilen sowie Diagnosetests für verschiedene Detektorkomponenten zur Verfügung (→ Seiten 73 und 75).

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 16).

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 82). 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 89).

Diagnosetests

Wird der Detektor unter Chromeleon betrieben, stehen Ihnen in Chromeleon eine Reihe von Testfunktionen zur Verfügung, mit denen Sie verschiedene Komponenten des Detektors auf ihre Funktionsfähigkeit hin testen können (→ Seite 75). Wurde ein Test nicht bestanden, finden Sie im Kapitel 'Diagnosetests in Chromeleon' Vorschläge für Abhilfemaßnahmen (→ Seite 85).

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

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.

Eine Liste der Fehlermeldungen, die beim Betrieb des pH- und Leitfähigkeitsmessgeräts auftreten können, finden Sie in der Bedienungsanleitung zu diesem Gerät.

Meldung	Abhilfe
ADC operation failure.	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.
Internal hardware configuration failure	Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
Lamp cooling down - reignition after x min.	<i>wobei x = 1 bis 5</i> Die Deuteriumlampe wurde ausgeschaltet und wieder eingeschaltet, bevor die Lampe ausreichend abgekühlt ist. Die Lampe kann jedoch erst nach Ablauf der Abkühlzeit (5 Minuten) erneut zünden. Warten Sie, bis die Abkühlzeit abgelaufen ist. Die verbleibende Zeit wird in der Meldung angezeigt.
Lamp house fan operation failure.	Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
Lamp house temperature sensor failure.	Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein. Prüfen Sie, dass die Firmware-Version > 1.09 ist und führen Sie ggf. ein Firmware-Update durch.

Meldung	Abhilfe
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).
Missing xxx temperature sensor.	<i>wobei xxx=Supply, Optics, Ambient</i> Öffnen und schließen Sie die Detektorfront. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
Slit width change failed	(nur DAD/MWD-3000RS) Überprüfen Sie die Messzelle. Führen Sie den Slit Test durch (→ Seite 75).
System fan operation failure.	Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
System 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 verstopft sind und dass der Platz hinter und neben dem Gerät ausreichend ist für die Belüftung. Senken Sie gegebenenfalls die Raumtemperatur.
xxx temperature sensor failure.	<i>wobei xxx=Supply, Optics, Ambient</i> Öffnen und schließen Sie die Detektorfront. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
Transfer bandwidth too low.	Überprüfen Sie, dass der Detektor über eine USB 2.0-Schnittstelle an den PC angeschlossen ist. Reduzieren Sie gegebenenfalls die Datenrate. Entfernen Sie unnötige USB-Geräte.
Unexpected high dark current spectral intensity - check flow cell.	Es liegt gegebenenfalls zu viel Streulicht vor. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.
Unexpected low autozero spectral intensity - check flow cell and lamp.	Reinigen Sie die Messzelle (→ Seite 106). Tauschen Sie die Messzelle gegebenenfalls aus (→ Seite 107). Tauschen Sie die Lampe aus (→ Seiten 102 und 104).
UV lamp high-voltage failure.	Möglicherweise ist die Deuteriumlampe defekt. Schalten Sie die Lampe aus und wieder ein. Tauschen Sie gegebenenfalls die Lampe aus (→ Seite 102).
UV lamp ignition failure.	Die Deuteriumlampe zündet nicht. Möglicherweise ist die Lampe defekt. Schalten Sie die Lampe aus und wieder ein. Tauschen Sie gegebenenfalls die Lampe aus (→ Seite 102).
UV lamp operation failure.	Möglicherweise ist die Deuteriumlampe defekt. Schalten Sie die Lampe aus und wieder ein. Tauschen Sie gegebenenfalls die Lampe aus (→ Seite 102).
UV lamp voltage pre-set failed.	Schalten Sie die Lampe aus und wieder ein. Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite aus und wieder ein.

Meldung	Abhilfe
VIS lamp failure - current breakdown.	Die Wolframlampe brennt nicht. Möglicherweise ist die Lampe defekt. Schalten Sie die Lampe aus und wieder ein. Tauschen Sie gegebenenfalls die Lampe aus (→ Seite 104).
VIS lamp failure - voltage breakdown.	Die Wolframlampe brennt nicht. Möglicherweise ist die Lampe defekt. Schalten Sie die Lampe aus und wieder ein. Tauschen Sie gegebenenfalls die Lampe aus (→ Seite 104).

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
DAD-3000@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 DAD-3000 @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 DAD-3000@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 DAD-3000 @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 DAD-3000 @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 Diagnosetests in Chromeleon

Wenn der Detektor einen Diagnosetest (→ Seite 75) nicht besteht, führen Sie die unten genannten Abhilfemaßnahmen in der genannten Reihenfolge durch und wiederholen Sie den Test nach jeder Aktion. Wird der Test auch nach der letzten Maßnahme nicht bestanden, wenden Sie sich mit dem genauen Wortlaut des Testergebnisses an den Kundendienst.

i Hinweis: Zur Durchführung von Diagnosetests ist Chromeleon 6.80 SR10 oder später erforderlich. Informationen zu den Tests finden Sie im Kapitel 5.6.5 (→ Seite 75). Chromeleon 7 unterstützt derzeit noch keine Diagnosefunktion.

6.3.1 Dark Current Test

Der Dark Current Test überprüft das Messsignal bei abgedunkeltem Photodioden-Array. Beim einfachen Dark Current Test **ohne Stray Light Test** wird hierfür eine Blende in den Strahlengang der Optik gefahren. Schlägt dieser Test fehl, so kann das folgende Ursachen haben:

1. Feuchtigkeit in der Messelektronik verfälscht das Messsignal. Überprüfen Sie die Luftfeuchtigkeit im Raum und folgen Sie gegebenenfalls den Anweisungen zur Abhilfe bei hoher Luftfeuchtigkeit (→ Seite 86).
2. Fremdlicht gelangt über den Messzellenschacht an der Blende vorbei auf das Photodioden-Array. Stellen Sie sicher, dass die Messzellenabdeckung und der Frontdeckel des Detektors geschlossen sind.
3. Sollten die unter 1 und 2 aufgeführten Maßnahmen keine Verbesserung bringen, so liegt vermutlich ein Defekt in der Optik (Filtermotor) oder Elektronik des Detektors vor. Benachrichtigen Sie in diesem Fall den Kundendienst.

Beim Dark Current Test **mit Stray Light Test** wird zusätzlich ohne Blende im Strahlengang gemessen. Hiermit kann festgestellt werden, ob Fremdlicht in die Optik eindringt und/oder das optische Gitter beschädigt ist.

i Hinweise: Dieser Test lässt sich nur ausführen, wenn zu Beginn alle Lampen ausgeschaltet sind. Während des Tests müssen die Lampen ein- und ausgeschaltet werden, wodurch gegebenenfalls eine längere Stabilisierungsphase nach dem Diagnosetest nötig ist, bevor Sie eine Analyse durchführen können.

Wenn Sie den Test mit einer Messzelle durchführen, stellen Sie sicher, dass nur reines Wasser als Eluent verwendet wird und die Messzelle keine Kontamination mit fluoreszierenden Substanzen aufweist.

Wird der Dark Current Test mit Stray Light Test nicht bestanden so kann das (neben den oben genannten) folgende zusätzliche Ursachen haben:

1. *Nur bei Durchführung des Tests mit Messzelle:* Möglicherweise befinden sich fluoreszierende Substanzen in der Messzelle und/oder dem Eluenten. Zur Kontrolle führen Sie den Test ohne Messzelle durch.
2. Fremdlicht gelangt auf das Photodioden-Array. Stellen Sie sicher, dass die Messzellenabdeckung, die Lampenabdeckung und der Frontdeckel geschlossen sind. Reduzieren Sie gegebenenfalls in sehr hellen Räumen (direkte Sonneneinstrahlung) die Helligkeit.
3. Sollten die aufgeführten Maßnahmen keine Verbesserung bringen und wird zugleich der Dark Current Test ohne Stray Light Test bestanden, dann liegt vermutlich ein Schaden an der Optik vor. Benachrichtigen Sie in diesem Fall den Kundendienst.

Einfluss hoher Luftfeuchtigkeit auf den Dunkelstrom und Abhilfemaßnahmen

Hohe Luftfeuchtigkeit ist häufig die Ursache dafür, dass der Dunkelstrom außergewöhnlich hoch ist oder sogar der Dark Current Test nicht bestanden wird. Ein weiteres Indiz für hohe Luftfeuchtigkeit ist, wenn der Dunkelstrom bei mehrfacher Durchführung des Dark Current Tests mit der Zeit kontinuierlich stark abnimmt. Gehen Sie zur Abhilfe folgendermaßen vor:

1. Schalten Sie beide Lampen ein, um eine rasche Erwärmung des Gerätes zu erzwingen.
2. Warten Sie ausreichend lange und wiederholen Sie dabei den Dark Current Test etwa alle halbe Stunde. Achten Sie auf Stabilität der Werte.

Durch Luftfeuchtigkeit bedingte Probleme können durch eine längere Äquilibrierzeit ausgeglichen werden. Treten die Probleme dagegen häufiger auf, sollte die Luftfeuchtigkeit dauerhaft durch Einsatz von Luftentfeuchtern reduziert werden, um unnötige Wartezeiten zu vermeiden.

6.3.2 Holmium Oxide Test

Informationen zur Konformität der Holmiumoxid-Filter finden Sie in Kapitel 10.2 (→ Seite 129).

Holmium Oxide Test nicht bestanden

i Hinweis: Holmiumoxid-Filter sind geringfügig hygroskopisch. Eine hohe Luftfeuchtigkeit kann daher auf Dauer die Filtertransmission beeinträchtigen, so dass der Test nicht bestanden wird.

1. Führen Sie eine Wellenlängenkalibrierung durch (→ Seite 99).
2. Prüfen Sie ob, die Messzelle korrekt installiert ist und wiederholen Sie gegebenenfalls die Installation (→ Seite 107).
3. Vergewissern Sie sich, dass der optische Pfad der Messzelle nicht verschmutzt, blockiert, oder beschädigt ist. Reinigen Sie ggf. die Messzelle (→ Seite 106).
4. Wenn eine Lampe getauscht wurde, prüfen Sie, ob die neue Lampe korrekt eingebaut ist und wiederholen Sie gegebenenfalls die Installation (→ Seite 100).

Wird der Holmium Oxide Test dauerhaft nicht bestanden, liegt möglicherweise ein Fehler am Filter (Filtertransmission) oder am Filtermotor vor. Wenden Sie sich an den Kundendienst.

6.3.3 Intensity Test

Intensity Test mit Messzelle nicht bestanden

1. Prüfen Sie ob, die Messzelle korrekt installiert ist und wiederholen Sie gegebenenfalls die Installation (→ Seite 107).
2. Vergewissern Sie sich, dass die Lampen korrekt eingebaut sind und einen festen Sitz haben. Insbesondere wenn eine Lampe getauscht wurde, prüfen Sie, ob die neue Lampe korrekt eingebaut ist und wiederholen Sie gegebenenfalls die Installation (→ Seite 100).
3. Vergewissern Sie sich, dass der optische Pfad der Messzelle nicht verschmutzt, blockiert, oder beschädigt ist. Reinigen Sie ggf. die Messzelle (→ Seite 106).
4. Wiederholen Sie den Test *ohne* Messzelle.

Wird der Test ohne Messzelle bestanden, installieren Sie eine andere Messzelle (→ Seite 107). Wiederholen Sie den Test mit Messzelle.

Intensity Test ohne Messzelle nicht bestanden

Installieren Sie eine neue Lampe:

- *Meldung UV ... range (...) spectral intensity failed:* Installieren Sie eine neue Deuteriumlampe (→ Seite 102).
- *Meldung VIS ... range (...) spectral intensity failed:* Installieren Sie eine neue Wolframlampe (→ Seite 104).

Wird der Intensity Test dauerhaft nicht bestanden, liegt möglicherweise ein Defekt in der Optik/Sensorelektronik vor. Wurde das Gerät zuvor stark erschüttert, kann die Optik Schaden genommen haben. Wenden Sie sich an den Kundendienst.

6.3.4 Slit Test (nur DAD-3000RS und MWD-3000RS)

Slit Test nicht bestanden

- Führen Sie den Intensity Test durch, um die Lampen zu überprüfen.
- Prüfen Sie ob, die Messzelle korrekt installiert ist und wiederholen Sie gegebenenfalls die Installation (→ Seite 107).
- Vergewissern Sie sich, dass der optische Pfad der Messzelle nicht verschmutzt, blockiert, oder beschädigt ist.

Wird der Slit Test dauerhaft nicht bestanden, liegt möglicherweise ein Fehler am Umschaltmechanismus des Spalts oder am Filtermotor vor. Wenden Sie sich an den Kundendienst.

6.4 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.	<p>Das Gerät ist nicht am Stromnetz angeschlossen.</p> <p>Der Netzschalter ist ausgeschaltet.</p> <p>Das Gerät ist im Standby-Modus.</p> <p>Helligkeit und/oder Kontrast der Displayanzeige ist falsch eingestellt.</p> <p>Die Sicherung ist defekt.</p> <p>Die Ersatzsicherung brennt sofort durch.</p> <p>Fehler in der Elektronik.</p>	<p>Schließen Sie das Netzkabel an.</p> <p>Schalten Sie den Netzschalter ein.</p> <p>Drücken Sie die Taste Standby auf der Gerätevorderseite.</p> <p>Stellen Sie die Helligkeit bzw. den Kontrast in Chromeleon richtig ein. (→ Seite 66)</p> <p>Ersetzen Sie die Sicherungen (→ Seite 113).</p> <p>Wenden Sie sich an den Kundendienst.</p> <p>Wenden Sie sich an den Kundendienst.</p>
Probleme bei der Steuerung unter Chromeleon.	<p>Es besteht keine Verbindung zum Chromeleon-Rechner.</p> <p>Die USB-Schnittstelle am Rechner ist nicht betriebsbereit.</p> <p>Der Chromeleon-Rechner arbeitet sehr langsam.</p>	<p>Überprüfen Sie das USB-Kabel und die Verbindung zum Rechner.</p> <p>Überprüfen Sie die USB-Schnittstelle am Rechner. Sie muss den Standard USB 2.0 erfüllen.</p> <p>Stellen Sie sicher, dass die Systemvoraussetzungen erfüllt sind (→ Seite 22).</p>
In Chromeleon erscheint die Meldung "[Abort] TimeStamp {3DFIELD} Internal spectra buffer overflow!"	<p>Pufferüberlauf.</p>	<p>Stellen Sie sicher, dass die Systemvoraussetzungen erfüllt sind (→ Seite 22) und dass der Detektor mit einer lokalen Datenquelle betrieben wird.</p> <p>Erhöhen Sie ggf. die Pufferkapazität für Spektren (→ Seite 32).</p> <p>Arbeiten Sie mit einer geringeren Datenrate und/oder einem kleineren Wellenlängenbereich (→ Seite 64).</p>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Kein Fluss	<p>Im System tritt eine Undichtigkeit auf.</p> <p>Es gibt eine Luftblase im Flussweg.</p> <p>Weitere Ursachen siehe im Handbuch der jeweiligen Pumpe.</p>	<p>Beheben Sie die Ursache für die Undichtigkeit.</p> <p>Leiten Sie einen Waschvorgang ein (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>). Die Waschflüssigkeit ist nicht entgast. Entgasen Sie die Waschflüssigkeit (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p>
Im System herrscht ein hoher Gegendruck.	<p>Fluidische Teile im System (Kapillaren, Filter, Säule) sind durch Niederschläge blockiert, oder Kapillaren abgeknickt.</p>	<p>Überprüfen Sie die Kapillaren im System schrittweise vom Detektor zur Pumpe, entfernen Sie die Blockade oder tauschen Sie die Kapillaren aus.</p>
Starke Basisliniendrift	<p>Die Transportsicherung der Optik wurde nicht gelöst.</p> <p>Die Trennsäule ist verschmutzt.</p> <p>Das System ist nicht ausreichend äquilibriert.</p> <p>Die verwendeten Eluenten sind verunreinigt oder nicht homogen.</p> <p>Der Detektor hat die optimale Betriebstemperatur noch nicht erreicht.</p> <p>Die Umgebungsbedingungen sind instabil.</p> <p>Die mobile Phase wird im Kreislauf verwendet.</p>	<p>Vergewissern Sie sich, dass die Transportsicherung gelöst wurde (→ Abb. 7, Seite 26).</p> <p>Spülen oder ersetzen Sie die Säule.</p> <p>Spülen Sie das System, bis ein stabiles Gleichgewicht erreicht ist.</p> <p>Sorgen Sie vor der Analyse für ein vollständiges Durchmischen der Eluenten. Tauschen Sie den Eluenten aus und überprüfen Sie die Eluentenfilter. Achten Sie bei wässrigen Eluenten auf eine evtl. Verunreinigung durch Mikroorganismen</p> <p>Beachten Sie die Aufwärmzeit des Detektors (mind. 60 min).</p> <p>Sorgen Sie für gleichmäßige Temperatur und Luftfeuchtigkeit. Vermeiden Sie Zugluft.</p> <p>Zeichnen Sie Temperaturschwankungen mit Hilfe der Temperaturkanäle auf (→ Seite 74).</p> <p>Überprüfen Sie, dass die Lampen- und Messzellenabdeckung richtig sitzen und der Frontdeckel geschlossen ist.</p> <p>Fördern Sie die mobile Phase direkt in ein Abfallgefäß.</p>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Starke Basisliniendrift (Fortsetzung)	Die Messzelle ist verschmutzt. Die Detektorlampe ist zu alt. Die Detektorlampe ist neu.	Reinigen Sie die Messzelle (→ Seite 106). Tauschen Sie die Messzelle gegebenenfalls aus (→ Seite 107). Tauschen Sie die Lampe aus (→ Seiten 102 und 104). Lassen Sie die Lampe für mindestens 24 Stunden "einlaufen", bevor die erste Analyse gestartet wird.
Starkes Rauschen, unregelmäßige Schwankungen der Basislinie	In der Pumpe treten Druckschwankungen auf. Es gibt Luftblasen im System. Der Eluent ist verunreinigt, oder nicht von ausreichender Qualität. Der Gasgehalt des Eluenten ist zu hoch. Der Detektor ist defekt. Die Detektorlampe ist zu alt. Die Referenzwellenlänge wurde falsch gewählt. Die Response Time wurde zu klein gewählt. Die Wellenlänge ist falsch. Die optische Bandbreite (Bandwidth) wurde zu schmal gewählt.	Entlüften und überprüfen Sie die Pumpe (→ <i>Pumpenhandbuch</i>). Entlüften Sie das System (→ <i>Pumpenhandbuch</i>). Tauschen Sie den Eluenten aus. Achten Sie auf HPLC-Qualität. Entgasen Sie den Eluenten und/oder installieren Sie einen Restriktor am Ausgang der Messzelle. Wenden Sie sich an den Kundendienst. Tauschen Sie die Lampe aus (→ Seiten 102 und 104). Die Probe darf nicht im Bereich der Referenzwellenlänge absorbieren. Verwenden Sie ggf. eine Methode ohne Referenzwellenlänge. Wählen Sie eine geeignete Response Time, z.B. mit Hilfe des Programmassistenten (→ Abb. 28) Wählen Sie eine geeignete Wellenlänge. Wählen Sie eine größere Bandbreite (→ Seite 70). Insbes. unter kritischen Bedingungen (kleine Absorption, wenig Licht) kann so das Rauschen verringert werden

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Periodische Schwankungen der Basislinie, Pulsation	<p>In der Pumpe treten Druckschwankungen auf.</p> <p>Es gibt Luftblasen im System.</p> <p>Die Referenzwellenlänge wurde falsch gewählt.</p> <p>Die UV-Lampe ist defekt oder falsch eingebaut.</p> <p>Die Lampengehäuse-Temperatur wird nicht korrekt geregelt.</p>	<p>Entlüften und überprüfen Sie die Pumpe (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).</p> <p>Entlüften Sie das System (→ <i>Pumpenhandbuch</i>).</p> <p>Die Probe darf nicht im Bereich der Referenzwellenlänge absorbieren. Verwenden Sie ggf. eine Methode ohne Referenzwellenlänge.</p> <p>Prüfen Sie, ob die Lampe korrekt eingebaut ist. Sollte das Problem weiterhin bestehen, tauschen Sie die UV-Lampe aus (→ Seite 102).</p> <p>Achten Sie auf eine stabile Umgebungstemperatur. Zeichnen Sie die Lampengehäuse-Temperatur auf (→ Seite 74) und prüfen Sie, dass die Temperatur stabil ist.</p>
Peak-Tailing	<p>Das Extrasäulenvolumen ist zu groß.</p> <p>Die Kapillarverbindungen sind schlecht.</p>	<p>Verwenden Sie kurze Kapillaren mit geeignetem Innendurchmesser.</p> <p>Verwenden Sie andere Kapillaren, z.B. Viper-Kapillaren.</p>
Peakverbreiterung, hohe Totzeit	<p>Es wird eine Kapillare mit einem zu großen Innendurchmesser verwendet.</p> <p>Der Eluentenfilter ist verstopft.</p> <p>Die Kapillaren sind verstopft, oder die Kapillarverbindungen schlecht.</p> <p>Zu großes Messzellenvolumen. Es sollte 1/10 des kleinsten Peakvolumens nicht überschreiten.</p> <p>Die Probenschleife ist verstopft.</p> <p>Das Proportionsventil der Pumpe ist defekt.</p> <p>Die Trennsäule ist überladen oder verschmutzt.</p>	<p>Verwenden Sie eine andere Kapillare.</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>Verwenden Sie eine Messzelle mit kleinerem Volumen.</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>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Peakverbreiterung, hohe Totzeit <i>(Fortsetzung)</i>	Der Eluent hat sich verändert. Die Response Time wurde zu groß gewählt.	Verwenden Sie einen neuen Eluenten. Wählen Sie eine geeignete Response Time, z.B. mit Hilfe des Programmassistenten (→ Abb. 28)
Reproduzierbar auftretende Störpeaks im Chromatogramm	Die Degaserkanäle sind verschmutzt. Die verwendeten Laufmittel sind alt oder verunreinigt oder sie sind nicht ausreichend rein. Es treten Verschmutzungen an anderen Stellen im System auf. Die Referenzwellenlänge wurde falsch gewählt. Die Wolframlampe ist zu alt.	Spülen Sie die Degaserkanäle (→ <i>Handbuch zum Solvent Rack</i> oder <i>Pumpenhandbuch</i>). Verwenden Sie frische und geeignete Laufmittel. Reinigen Sie das System mit einem geeigneten Lösungsmittel. Die Probe darf nicht im Bereich der Referenzwellenlänge absorbieren. Verwenden Sie ggf. eine Methode ohne Referenzwellenlänge. Tauschen Sie die Wolframlampe aus (→ Seite 104).
Einzelne breitere Störpeaks im Chromatogramm	Verspätete Elution aus einer vorausgegangenen Analyse.	Verlängern Sie die Laufzeit. Erhöhen Sie die Elutionsstärke des Gradienten (höherer organischer Anteil). Spülen Sie die Säule nach dem Probenlauf.
Spikes	Es gibt Luftblasen in der Messzelle. Die Lampe ist veraltet oder nicht korrekt installiert. Es treten elektrische Störungen von anderen Geräten auf. Die Säulentemperatur liegt deutlich über dem Siedepunkt der mobilen Phase.	Überprüfen Sie die Verbindungen auf Dichtigkeit. Entgasen Sie die mobile Phase und/oder installieren Sie einen Restriktor am Ausgang der Messzelle. Überprüfen Sie, ob die Lampen korrekt sitzen. Tauschen Sie die Lampe aus (→ Seiten 102 und 104). Isolieren Sie die Stromzufuhr von anderen Geräten. Installieren Sie ggf. eine unterbrechungsfreie Stromversorgung (USV). Installieren Sie einen Restriktor am Ausgang der Messzelle. Verwenden Sie einen Post-Column Cooler (→ <i>Handbuch zum TCC-3000RS</i>).

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Negative Peaks	<p>Lösungsmittel der Probe und mobile Phase unterscheiden sich in der Zusammensetzung</p> <p>Die Absorption der gelösten Substanz ist geringer als die der mobilen Phase.</p> <p>Die Referenzwellenlänge wurde falsch gewählt.</p> <p>Falsche Polarität des Analoganschlusses.</p>	<p>Lösen Sie die Probe in der mobilen Phase.</p> <p>Messen Sie auf einer anderen Wellenlänge. Verwenden Sie eine mobile Phase mit geringerer Absorption.</p> <p>Die Probe darf nicht im Bereich der Referenzwellenlänge absorbieren. Verwenden Sie ggf. eine Methode ohne Referenzwellenlänge.</p> <p>Prüfen Sie die Polarität am Analoganschluss.</p>
Schlechte Präzision der Peakflächen	<p>Der Autosampler saugt Luft an.</p> <p>Es gibt eine Luftblase in der Dosierspritze oder der Autosampler-Fluidik.</p> <p>Es gibt eine Luftblase im Flussweg.</p> <p>Die Ansauggeschwindigkeit ist zu hoch.</p> <p>Der Gasgehalt der Probe ist zu hoch oder gesättigt.</p> <p>Die Probennadel ist verstopft oder die Nadelspitze ist verformt.</p> <p>Der Autosampler, das Injektionsventil oder das Spritzenventil sind undicht.</p>	<p>Es ist zu wenig Probe vorhanden, die Nadelhöhe ist nicht korrekt eingestellt oder es gibt zu viele Replikate (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Spülen Sie die Spritze (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Die Waschflüssigkeit ist nicht entgast. Entgasen Sie die Waschflüssigkeit (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Leiten Sie einen Waschvorgang ein (→ <i>Autosampler-Handbuch</i>).</p> <p>Wählen Sie eine niedrigere Ansauggeschwindigkeit (DrawSpeed) (→ <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>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
<p>Schlechte Präzision der Peakflächen (Fortsetzung)</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>Die Pumpe pulsiert.</p> <p>Der Gradient ist nicht reproduzierbar.</p> <p>Die Probe ist instabil und zerfällt.</p> <p>Basislinienschwankungen</p> <p>Die Wellenlänge ist falsch gewählt, z.B. auf einer Flanke des UV-Spektrums.</p> <p>Die Response Time wurde zu klein gewählt.</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>). 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> <p>Verwenden Sie entgastes Lösungsmittel.</p> <p>Ändern Sie den Gradienten. Prüfen Sie die Pumpenfunktion und Entgasung. Überprüfen Sie die Ansaugfritten auf Verstopfung. Tauschen Sie die Fritten gegebenenfalls aus.</p> <p>Verwenden Sie eine neue Probe oder ändern Sie die Bedingungen. Kühlen Sie die Probe im Autosampler.</p> <p>s. Störung "Schwankungen der Basislinie"</p> <p>Wählen Sie eine Wellenlänge nahe des Spektrumsmaximums. Ggf. sind Wellenlängenschaltungen notwendig.</p> <p>Wählen Sie eine geeignete Response Time, z.B. mit Hilfe des Chromeleon Programmassistenten (→ Abb. 28)</p>

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Schlechte Präzision der Peakflächen (Fortsetzung)	Die Umgebungsbedingungen sind instabil. Es treten Verschmutzungen im System auf.	Sorgen Sie für gleichmäßige Temperatur und Luftfeuchtigkeit (evtl. Säulenthmostat). Thermostatisieren Sie die Säule. Vermeiden Sie Zugluft. Reinigen Sie das System mit einem geeigneten Lösungsmittel.

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 Wartungs- und Reparaturarbeiten die in dieser Anleitung angegebenen Sicherheitshinweise.
- 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 Lampe abgekühlt ist, bevor Sie Wartungs- oder Reparaturarbeiten vornehmen.
- 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 77.

7.2 Wellenlängenverifizierung

Die Wellenlängengenauigkeit wird beim Einschalten des Detektors überprüft. Sie kann jederzeit verifiziert werden. Zur Wellenlängenverifizierung wird ein Holmiumoxidfilter in den Strahlengang eingebracht. Vom resultierenden Transmissionsspektrum werden die Maxima bestimmt und mit den im Gerät für den Holmiumoxidfilter gespeicherten Werten verglichen.

Zusätzlich zur Verifizierung mit dem internen Holmiumfilter kann die Wellenlängenverifizierung auch mit einem externen Standard durchgeführt werden, beispielsweise mit einer Pyrenlösung. Bei diesem Verfahren kann eine Genauigkeit von ± 1 nm erreicht werden.

Beachten Sie folgende Hinweise, ehe Sie mit der Wellenlängenverifizierung beginnen:

- Die Basislinie muss ausreichend stabil sein. Dies kann zum Beispiel aufgrund einer Änderung der Eluentenzusammensetzung oder aufgrund von Luftblasen im Eluenten nicht gegeben sein.
- Das Lösungsmittel, mit dem die Zelle gefüllt ist, darf im zu verifizierenden Wellenlängenbereich keine starke Absorption zeigen. Dieses Problem tritt beispielsweise dann auf, wenn die Zelle mit 96% Hexan / 4 % Ethylacetat gefüllt ist. Es wird empfohlen, entgastetes Wasser (HPLC-Qualität) zu verwenden.
- Für die Verifizierung der Wellenlängen müssen die Lampen die Betriebstemperatur erreicht haben (nach ca. 15 Minuten), da sich ihr Spektrum innerhalb der ersten Minuten nach dem Einschalten der Lampe stark ändert.

Sie können die Wellenlängengenauigkeit in Chromeleon verifizieren.

Die Genauigkeit wird für folgende Wellenlängen geprüft (die genauen Referenzwellenlängen werden in der Detektor-Firmware gespeichert und können von Gerät zu Gerät leicht abweichen):

361,42 nm, 446,36 nm, 536,81 nm und 637,60 nm (breiter Spalt, auch MWD-3000 und DAD-3000) bzw.

287,26 nm, 360,94 nm, 445,89 nm, 536,52 nm und 637,60 nm (schmalere Spalt)

Die Wellenlängenverifizierung kann bis zu 2 Minuten in Anspruch nehmen. In dieser Zeit kann keine Datenaufnahme erfolgen.

Die Konformitätserklärung zum Holmiumoxid-Filter finden Sie in Kapitel 10.2 (→ Seite 129).

Verifizieren der Wellenlängengenauigkeit

i **Hinweis:** Innerhalb der Diagnosefunktionen von Chromeleon können Sie Wellenlängengenauigkeit über den **Holmium Oxide Test** verifizieren (→ Seite 75).

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
2. Starten Sie die Verifizierung über den Befehl **WavelengthValidation**.
Im Chromeleon Audit Trail werden die gemessenen Wellenlängen sowie die theoretischen Wellenlängen angezeigt. Die Abweichung sollte nicht mehr als 1,5 nm betragen.
3. Wenn die Wellenlängengenauigkeit nicht ausreicht, können Sie die Wellenlängenkali-
brierung manuell durchführen:
 - a) Vergewissern Sie sich, dass die Deuteriumlampe eingeschaltet ist.
 - b) Öffnen Sie gegebenenfalls das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
 - c) Starten Sie die Wellenlängenkali-
brierung über den Befehl **WavelengthCalibration**.

7.3 Lampen



Warnung:

Die Deuteriumlampe gibt UV-Strahlung ab, die für Augen und Haut schädlich ist. Schauen Sie daher niemals direkt in die Lampe. Die Deuteriumlampe kann im eingebauten Zustand auf der Lampenrückseite (Seite der Anschlussdrähte) UV-Strahlung abgeben. Betreiben Sie die Lampe nur im Detektor mit montierter Lampenabdeckung und niemals außerhalb des Gerätes. Schalten Sie den Detektor immer aus und ziehen Sie den Netzstecker, wenn Sie die Deuteriumlampe oder die Wolframlampe tauschen möchten.

Um mögliche Verletzungen der Haut zu vermeiden, fassen Sie niemals in den Lampenschacht. Führen Sie ausschließlich die Lampen und keine anderen Gegenstände in die Lampenschächte ein.



Warnung:

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 Lampe abgekühlt ist. Beginnen Sie erst dann mit den Wartungsarbeiten.

Informationen zum Tausch der Deuteriumlampe finden Sie auf Seite 102.

Informationen zum Tausch der Wolframlampe finden Sie auf Seite 104.

7.3.1 Diagnosefunktionen für Lampen

Sie können die Anzahl der Betriebsstunden für die Lampen und die Lampenintensität überwachen. Diese Funktionen können helfen, festzustellen, wann eine Lampe ausgetauscht werden muss.

Betriebsstunden der Lampen

Prüfen Sie die Anzahl der Stunden, die die Lampe insgesamt eingeschaltet war. Die typische Lebensdauer einer Deuteriumlampe beträgt circa 2000 Stunden. Wenn Sie einen Grenzwert festlegen, erscheint eine Warnung, wenn die festgelegte Anzahl Betriebsstunden überschritten wurde.

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
2. Wählen Sie den Parameter **UVLampOperationTime**. Wenn die Deuteriumlampe länger als 2000 Stunden in Betrieb ist, sollte sie ausgetauscht werden (→ Seite 102).

3. Wählen Sie den Parameter **VisLampOperationTime**. Wenn die Wolframlampe länger als 2000 Stunden in Betrieb ist, sollte sie ausgetauscht werden (→ Seite 104).

i **Hinweise:** Beim Tausch einer Lampe wird der Zähler für die Betriebsstunden automatisch auf den Wert gesetzt, der auf dem Lampenchip gespeichert ist. Beim erstmaligen Einschalten des Detektors verzeichnet der Zähler bereits einige abgelaufene Betriebsstunden. Dies entspricht der Zeit, die im Werk für die Kalibrierung und Testläufe nötig war.

Häufiges Zünden verkürzt ebenfalls die Lebensdauer der Lampen.

Lampenintensität

Prüfen Sie die Intensität der Deuteriumlampe bei 254 nm und die der Wolframlampe bei 700 nm in Zählimpulsen pro Sekunde. Überprüfen Sie die Intensität der Deuteriumlampe etwa alle 6 Monate.

i **Hinweis:** Innerhalb der Diagnosefunktionen von Chromeleon können Sie Lampenintensität über den **Intensity Test** prüfen (→ Seite 75).

1. Prüfen Sie, dass die entsprechende Lampe eingeschaltet ist, und dass Wasser durch die Messzelle fließt (empfohlene Flussrate 1 ml/min).
2. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** für den Detektor.
3. Wählen Sie den Parameter **UVLampIntensity** bzw. **VISLampIntensity**. Der Zählwert liegt bei einer analytischen Edelstahl-Messzelle für die UV-Lampe im Normalfall über 3 Millionen, sollte aber auf jeden Fall über 1 Million liegen. Die Grenzwerte für Operational Qualification (OQ) und Performance Qualification (PQ) für alle Messzellen finden Sie in der untenstehenden Tabelle. Für die VIS-Lampe sollte der Wert über 2 Millionen liegen.

Beachten Sie, dass eine Lampe mit einer geringeren Intensität gegebenenfalls. ausreicht, je nachdem, welcher Wert für das Rauschen bei einer bestimmten Anwendung akzeptabel ist.

Messzelle	Grenzwert OQ	Grenzwert PQ
Analytisch	> 2 x 10 ⁶ counts/s	> 1 x 10 ⁶ counts/s
Semi-analytisch	> 2 x 10 ⁶ counts/s	> 1 x 10 ⁶ counts/s
Semi-Mikro	> 1 x 10 ⁶ counts/s	> 0,5 x 10 ⁶ counts/s
Semipräparativ	> 3 x 10 ⁶ counts/s	> 1,5 x 10 ⁶ counts/s

7.3.2 Tauschen der Deuteriumlampe

Beschreibung	Best.-Nr.
Deuteriumlampe	6074.1110

1. Beachten Sie die Vorsichtsmaßnahmen auf Seite 100, ehe Sie mit dem Lampentausch beginnen.
2. Lösen Sie die Schrauben der Lampenabdeckung und nehmen Sie die Abdeckung ab.

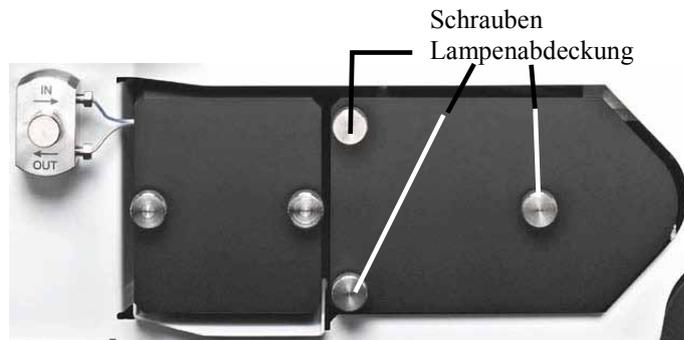


Abb. 31: Abdeckung Lampenhaus

3. Ziehen Sie das Lampenkabel vorsichtig aus seiner Führung heraus.

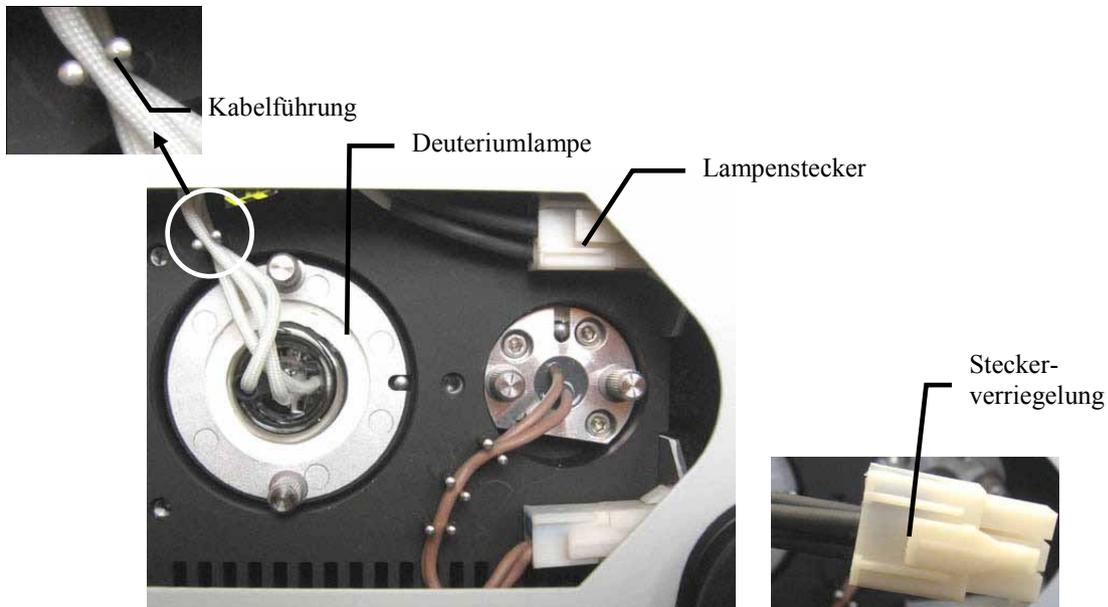


Abb. 32: Lampenstecker Deuteriumlampe

4. Ziehen Sie den Lampenstecker. Drücken Sie dazu die Steckerverriegelung leicht zusammen.

- Lösen Sie die beiden Befestigungsschrauben der Lampe und ziehen Sie die Lampe heraus.

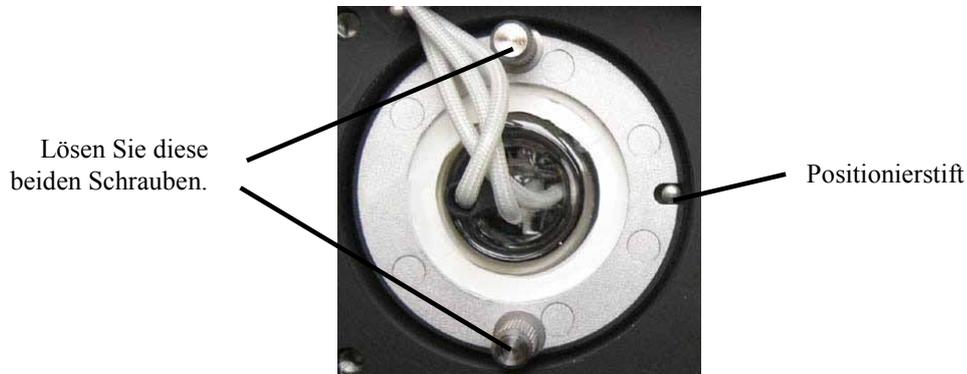


Abb. 33: Befestigungsschrauben Deuteriumlampe

- Überprüfen Sie die neue Lampe auf etwaige Fingerabdrücke oder Staub. Reinigen Sie, falls erforderlich, die Lampe mit Isopropanol.
- Richten Sie die neue Lampe am Positionierstift (→ Abb. 33) aus. Schieben Sie die Lampe vorsichtig in das Lampengehäuse hinein. Achten Sie darauf, dass die Lampe dabei nicht verkantet und der Flansch der Lampe plan auf dem Lampengehäuse aufliegt. Ziehen Sie die Befestigungsschrauben an.
- Stecken Sie den Lampenstecker ein (→ Abb. 32).
- Führen Sie das Lampenkabel wieder durch die Kabelführung (→ Abb. 32).
- Verschließen Sie das Lampenhaus wieder mit der Abdeckung (→ Abb. 31). Führen Sie dabei die Kabel durch die vorgesehene Aussparung an der Innenseite der Abdeckung, damit die Verbindungskabel der Lampen nicht unter der Lampenabdeckung eingeklemmt werden.
- Führen Sie eine Wellenlängenverifizierung durch (→ Seite 98).

Der Zähler für das Lampenalter wird automatisch auf den Wert gesetzt, der auf dem Lampenchip gespeichert ist.

i Hinweis: Eine neue Lampe sollte für mindestens 24 Stunden "eingelaufen" werden, bevor die erste Analyse gestartet wird. Während dieser Zeit kann es zu starken Verschiebungen der Basislinie und verstärktem Rauschen kommen.

Die typische Lebensdauer einer Deuteriumlampe beträgt circa 2000 Stunden.

7.3.3 Tauschen der Wolframlampe

Beschreibung	Best.-Nr.
Wolframlampe	6074.2000

1. Beachten Sie die Vorsichtsmaßnahmen auf Seite 100, ehe Sie mit dem Lampentausch beginnen.
2. Lösen Sie die Schrauben der Lampenabdeckung und nehmen Sie die Abdeckung ab.

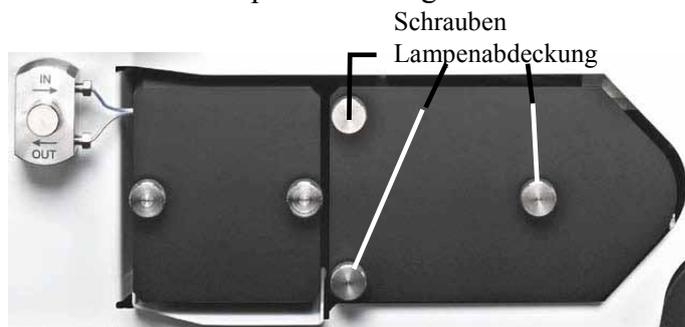


Abb. 34: Abdeckung Lampenhaus

3. Ziehen Sie das Lampenkabel vorsichtig aus seiner Führung heraus.

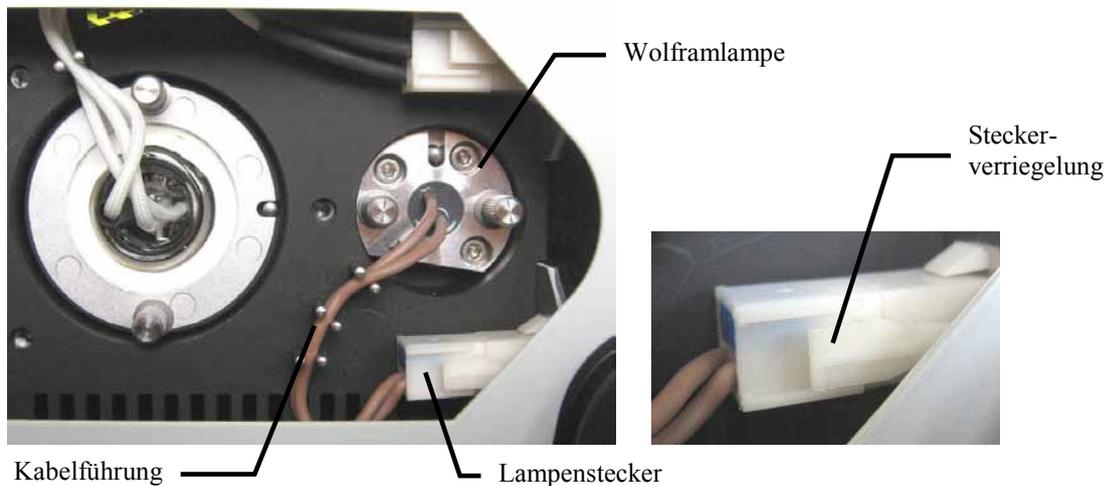


Abb. 35: Lampenstecker Wolframlampe

4. Ziehen Sie den Lampenstecker. Drücken Sie dazu die Steckerverriegelung leicht zusammen.

5. Lösen Sie die beiden Befestigungsschrauben der Lampe (→ Abb. 36) und ziehen Sie die Lampe heraus.

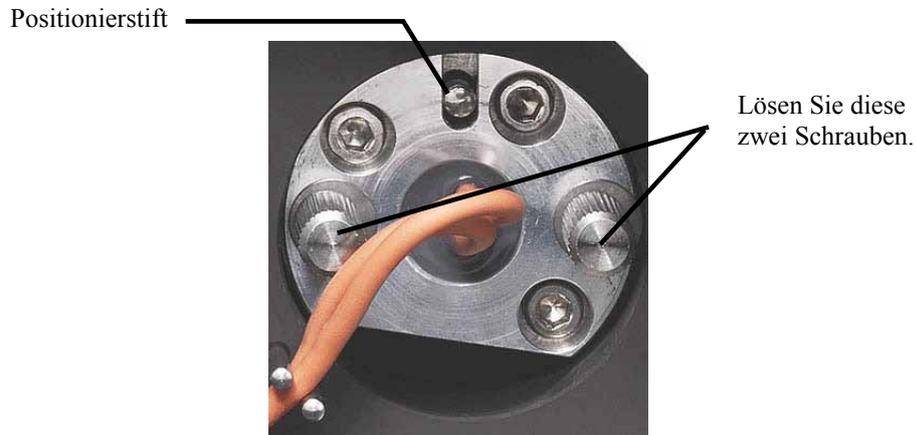


Abb. 36: Befestigungsschrauben

6. Richten Sie die (neue) Lampe am Positionierstift (→ Abb. 36) aus. Schieben Sie die Lampe vorsichtig in das Lampengehäuse hinein. Achten Sie darauf, dass die Lampe dabei nicht verkantet und der Flansch der Lampe plan auf dem Lampengehäuse aufliegt. Ziehen Sie die Befestigungsschrauben an.
7. Stecken Sie den Lampenstecker ein (→ Abb. 35).
8. Führen Sie das Lampenkabel wieder durch die Kabelführung (→ Abb. 35).
9. Verschließen Sie das Lampenhaus wieder mit der Abdeckung (→ Abb. 34). Führen Sie dabei die Kabel durch die vorgesehene Aussparung an der Innenseite der Abdeckung, damit die Verbindungskabel der Lampen nicht unter der Lampenabdeckung eingeklemmt werden.
10. Führen Sie eine Wellenlängenverifizierung durch (→ Seite 98).

Der Zähler für das Lampenalter wird automatisch auf den Wert gesetzt, der auf dem Lampenchip gespeichert ist.

i Hinweis: Nach einem Lampenwechsel kann es zu verstärktem Rauschen und einer Verschiebung der Basislinie kommen. Ehe Sie eine Analyse beginnen, sollte die neue Lampe "eingelaufen" werden, bis das Rauschen reduziert und die Basislinie stabil ist.

7.4 Messzelle

7.4.1 Reinigen der Messzelle

Ablagerungen von Eluenten- oder Probenbestandteilen an den Wänden oder den Fenstern der Messzelle können zu erhöhtem Detektorrauschen führen. Eine Reinigung der Messzelle führt in vielen Fällen zu einer erheblichen Verbesserung der Detektorleistung und damit der Messergebnisse.

 **Hinweis:** Sie können die ausgebaute Messzelle mit Hilfe des optional erhältlichen Spül- und Injektionskits (Best.-Nr. 6078.4200) spülen.

Führen Sie die folgenden Schritte durch:

1. Spülen Sie die Messzelle mit Methanol in HPLC-Qualität und messen Sie die Basislinie.
2. Spülen Sie die Messzelle mit 0,1 molarer Salpetersäure, wenn das Problem weiterhin auftritt.



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 (→ Seite 107), wenn sich das Problem nicht durch Reinigen beheben lässt.

7.4.2 Tauschen der Messzelle



Warnung:

Bei ausgebauter Messzelle tritt im Messzellenschacht aus der Öffnung rechts von der Messzelle Licht von den eingeschalteten Lampen aus. Die UV-Strahlung kann für Augen und Haut schädlich sein. Um eine mögliche Schädigung der Augen und der Haut auszuschließen, schalten Sie beim Wechseln der Messzelle den Detektor am Netzschalter aus oder tragen Sie eine UV-Schutzbrille und geeignete Schutzkleidung.

Um mögliche Verletzungen der Haut zu vermeiden, fassen Sie niemals in den Messzellenschacht. Führen Sie ausschließlich die Messzelle und keine anderen Gegenstände in den Messzellenschacht ein.



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 folgenden Hinweise für den Aus- und Einbau von Messzellen:

- Beachten Sie die Sicherheitshinweise in Kapitel 7.1 (→ Seite 97).
- Semipräparative Messzellen verfügen im Gegensatz zu allen anderen Messzellen nicht über einen Adapterblock. Die Vorgehensweise beim Aus- und Einbau der Messzellen mit und ohne Adapterblock ist unterschiedlich.
- 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. Vermeiden Sie es, die empfindlichen Kontakte zu berühren, um die Funktion des Chips nicht zu beeinträchtigen.
- Die Verbindungen zwischen Adapterblock und Messzelle sind werkseitig montiert und sollten vom Anwender nicht geöffnet werden.
- Der Verbindungsweg zwischen Säulenausgang und Messzelleneingang sollte möglichst kurz sein, um Bandenverbreiterungen und Totvolumina zu vermeiden.

Die folgenden Messzellen sind für den Detektor erhältlich:

Best.-Nr.	Beschreibung
6082.0100	Analytische Messzelle (Volumen: 13 µL, Material: Stahl, Weglänge: 10 mm, druckfest bis 120 bar)
6082.0200	Semi-analytische Messzelle (Volumen: 5 µL, Material: Stahl, Weglänge: 7 mm, druckfest bis 120 bar)
6082.0300	Semi-Mikro-Messzelle (Volumen: 2,5 µL, Material: Stahl, Weglänge: 7 mm, druckfest bis 120 bar)
6082.0400	Analytische Messzelle (Volumen: 13 µL, Material: PEEK, Weglänge: 10 mm, druckfest bis 50 bar)
6082.0500	Semi-Mikro-Messzelle (Volumen: 2,5 µL, Material: PEEK, Weglänge: 7 mm, druckfest bis 50 bar)
6082.0600	Semipräparative Messzelle (Volumen: 0,7 µL, Material: PEEK, Weglänge: 0,4 mm, druckfest bis 100 bar)

7.4.2.1 Ausbau einer Messzelle mit Adapterblock

1. Entfernen Sie die Kapillaren am Eingang und Ausgang des Adapterblocks. Entfernen Sie keinesfalls die Kapillarverbindungen vom Adapterblock zur Messzelle.
2. Lösen Sie die Befestigungsschraube des Adapterblocks (→ Abb. 37).
3. Lösen Sie die beiden Befestigungsschrauben der Messzellenabdeckung und nehmen Sie die Abdeckung ab (→ Abb. 37).

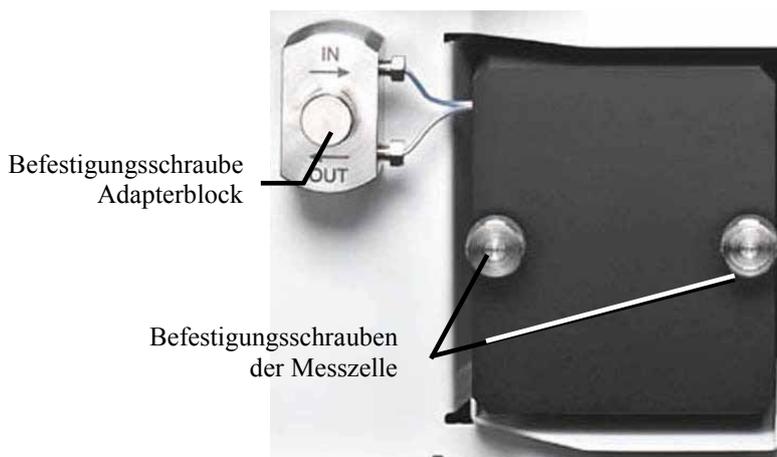


Abb. 37: Messzelle mit Adapterblock

4. Drücken Sie den Griff der Messzelle zusammen und ziehen Sie diese aus der optischen Bank (→ Abb. 38).



Abb. 38: Messzelle herausnehmen

7.4.2.2 Ausbau einer Messzelle ohne Adapterblock

1. Entfernen Sie gegebenenfalls die Kapillaren am Zelleneingang und Zellenausgang.
2. Lösen Sie die beiden Befestigungsschrauben der Messzellenabdeckung (→ Abb. 37) und entnehmen Sie die Messzelle.

7.4.2.3 Einbau einer Messzelle mit Adapterblock

i Hinweis: Auf der Rückseite der Messzellen befinden sich die Kontakte für den Chip zur Messzellen-Identifizierung. Vermeiden Sie es, die empfindlichen Kontakte zu berühren, um die Funktion des Chips nicht zu beeinträchtigen.

1. Drücken Sie den Griff der neuen Messzelle fest zusammen und setzen Sie diese gerade in die optische Bank ein. Lassen Sie den Griff los. Die Messzelle sitzt richtig, wenn sie einrastet. Bewegen Sie den Griff so lange leicht, bis die Messzelle richtig eingerastet ist.
2. Drücken Sie den Positionierstift des Adapterblocks in die entsprechende Aufnahme in der Innenwand.
3. Ziehen Sie die Befestigungsschraube des Adapterblocks handfest an.
4. Setzen Sie die Messzellenabdeckung auf. Die Abdeckung besitzt links oben eine Vertiefung, die den Positionierstift am Gehäuse aufnimmt. Achten Sie außerdem darauf, dass die Kapillarverbindungen vom Adapterblock zur Messzelle durch den Schlitz in der Messzellenabdeckung geführt werden.

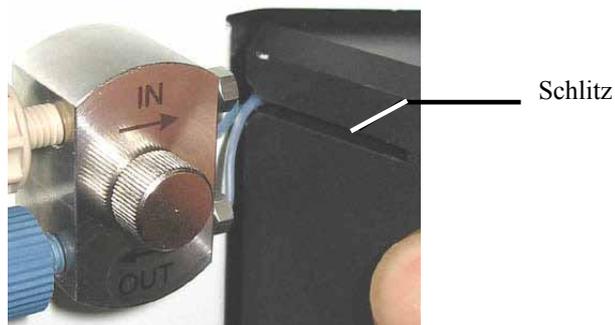


Abb. 39: Einsetzen der Messzellenabdeckung

5. *Nur analytische Messzelle, 13 μ L, PEEK (6082.0400):*

Legen Sie den Wärmetauscher wie in Abb. 40 gezeigt auf die Messzellenabdeckung. Achten Sie darauf, dass die Kapillaren nicht verbogen und/oder eingeklemmt werden.

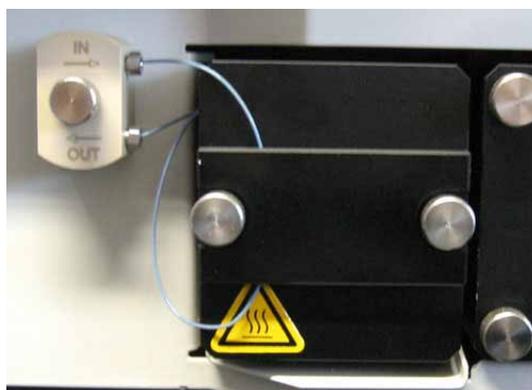


Abb. 40: Eingebaute PEEK-Messzelle

6. Ziehen Sie die Befestigungsschrauben der Messzellenabdeckung handfest an.
7. Entfernen Sie die Blindstopfen am Einlass und Auslass des Adapterblocks. Schließen Sie die Kapillaren an und führen Sie diese entsprechend Ihrer Anwendung durch die Öffnungen im Detektorgehäuse nach außen.
8. Schließen Sie den Frontdeckel, damit die Firmware die neue Messzelle erkennen kann.
9. Führen Sie eine Wellenlängenverifizierung durch (→ Seite 98).

i Hinweis: Die Verbindungen zwischen Adapterblock und Messzelle sind werkseitig montiert und sollten vom Anwender nicht geöffnet werden.

Der Verbindungsweg zwischen Säulenausgang und Messzelleneingang sollte möglichst kurz sein, um Bandenverbreiterungen und Totvolumina zu vermeiden.

7.4.2.4 Einbau einer Messzelle ohne Adapterblock

i Hinweis: Auf der Rückseite der Messzellen befinden sich die Kontakte für den Chip zur Messzellen-Identifizierung. Vermeiden Sie es, die empfindlichen Kontakte zu berühren, um die Funktion des Chips nicht zu beeinträchtigen.

1. Drücken Sie den Griff der neuen Messzelle fest zusammen und setzen Sie diese gerade in die optische Bank ein. Lassen Sie den Griff los. Die Messzelle sitzt richtig, wenn sie einrastet. Bewegen Sie den Griff so lange leicht, bis die Messzelle richtig eingerastet ist.
2. Setzen Sie die Messzellenabdeckung auf. Die Abdeckung besitzt links oben eine Vertiefung, die den Positionierstift am Gehäuse aufnimmt. Ziehen Sie die Befestigungsschrauben der Messzellenabdeckung handfest an.
3. Schließen Sie, falls erforderlich, die Kapillaren aus dem Messzellen-Zubehör an die Messzelle an.
4. Führen Sie die Kapillaren entsprechend Ihrer Anwendung durch die Öffnungen im Detektorgehäuse nach außen.

i Hinweis: Der Verbindungsweg zwischen Säulenausgang und Messzelleneingang sollte möglichst kurz sein, um Bandenverbreiterungen und Totvolumina zu vermeiden.

5. Schließen Sie den Frontdeckel, damit die Firmware die neue Messzelle erkennen kann.
6. Führen Sie eine Wellenlängenverifizierung durch (→ Seite 98).

7.5 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 107).
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. 41: 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 (→ Seite 58).

7.6 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.

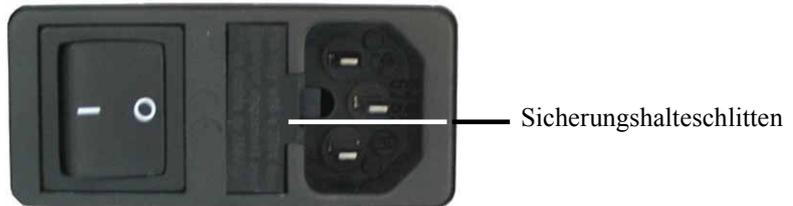


Abb. 42: Sicherungshalteschlitten

2. Wechseln Sie die Sicherungen.

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 124).

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

7.7 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 62). Wählen Sie dann **System** und **Firmware version**.
- *Firmware-Version in Chromeleon*
 - Öffnen Sie im Programm **Server Configuration** die Konfigurationsseiten für den Detektor (→ Seite 33). 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 DAD3000.hex bzw. MWD3000.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 32).
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 33) 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

Optisches Design:	Einstrahl-Photometer; inverse Optik mit konkavem, holographischem Gitter
Lichtquelle:	Deuteriumlampe (30W) und Wolframlampe (20W) Temperaturkontrolle für beide Lampen
Wellenlängenbereich:	190 bis 800 nm
Rauschen:	<p>Analytische Messzelle (Volumen: 13 µL, Material: Stahl, Weglänge: 10 mm, druckfest: bis 120 bar) Alle Werte wurden innerhalb einer Aufwärmzeit von 60 Minuten (typisch) erreicht.</p> <p>MWD-3000/DAD-3000: <math>\leq \pm 8 \mu\text{AU}</math> MWD-3000RS/DAD-3000RS: <math>\leq \pm 8 \mu\text{AU}</math> (breiter Spalt); <math>\leq \pm 10 \mu\text{AU}</math> (schmaler Spalt) Wellenlänge: 254 nm, Response Time: 2 Sekunden (gemäß ASTM Zeitkonstante ~1 s), 4 nm Bandbreite, deionisiertes Wasser bei 1,0 mL/min</p> <p><math>\leq \pm 15 \mu\text{AU}</math> Wellenlänge: 520 nm, Response Time: 2 Sekunden (gemäß ASTM Zeitkonstante ~1 s), 10 Hz Datenaufnahmerate, 10 nm Bandbreite, deionisiertes Wasser bei 1,0 mL/min</p> <p><math>\leq \pm 100 \mu\text{AU}</math> (typisch) Wellenlänge: 254 nm, Response Time: 0,02 Sekunden (gemäß ASTM Zeitkonstante ~1 s), 100 Hz Datenaufnahmerate, 4 nm Bandbreite, deionisiertes Wasser bei 1,0 mL/min</p>
Drift:	<p><math>< 1 \times 10^{-3} \text{ AU/Stunde}</math> (typisch <math>< 0,5 \times 10^{-3} \text{ AU/Stunde}</math>): analytische Edelstahl-Messzelle, Wellenlänge: 254 nm, nur Deuterium- lampe eingeschaltet, deionisiertes Wasser bei 1,0 mL/min, 70 bar (Restriktor), konstante Umgebungsbedingungen (Temperatur, Feuchtigkeit)</p> <p><math>< 1 \times 10^{-3} \text{ AU/Stunde}</math> (typisch <math>< 0,5 \times 10^{-3} \text{ AU/Stunde}</math>): analytische Edelstahl-Messzelle, Wellenlänge: 520 nm, nur Wolframlampe eingeschaltet, deionisiertes Wasser bei 1,0 mL/min, 70 bar (Restriktor), konstante Umgebungsbedingungen (Temperatur, Feuchtigkeit)</p> <p>Alle Werte wurden innerhalb einer Aufwärmzeit von 60 Minuten (typisch) erreicht.</p>
Linearität:	<p><math>< 3\% \text{ RSD}</math> und Korrelationskoeffizient > 0,9995 bis 1,5 AU Typisch <math>< 5\% \text{ RSD}</math> und Korrelationskoeffizient $\geq 0,999$ bis 2,0 AU</p>
Wellenlängengenauigkeit:	$\pm 1,0 \text{ nm}$ (über die Geräte-Lebenszeit)
Wellenlängenwiederholbarkeit:	$\pm 0,1 \text{ nm}$
Wellenlängenkalibrierung:	Interne Kalibrierung mit $D\alpha$ -Linie der Deuteriumlampe
Wellenlängenverifizierung:	Interne Verifizierung über Holmium-Oxid-Filter

Spaltbreite:	Breiter oder schmaler Spalt einstellbar für DAD-3000RS und MWD-3000RS
Pixelauflösung:	< 1 nm
Datenaufnahmerate:	Einstellbar (für alle Absorptionskanäle und Spektrenaufnahme, einschl. des gesamten Spektrbereichs von 190 bis 800 nm); 0,2 Hz, 0,5 Hz, 1 Hz, 2 Hz, 4 Hz, 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 50 Hz, 100 Hz, für DAD-3000RS und MWD-3000RS zusätzlich 200 Hz (Steuerung über Chromeleon 7.1 oder später)
Spektrenaufnahme:	3D-Datenaufnahme mit DAD-3000RS und DAD-3000
Messzellen:	<u>Analytische Standardzelle:</u> Weglänge: 10 mm, Zellenvolumen: 13 µL, druckfest bis 120 bar (Edelstahl), 50 bar (PEEK) <u>Semi-analytische Messzelle:</u> Weglänge: 7 mm, Zellenvolumen: 5 µL, druckfest bis 120 bar (Edelstahl) <u>Semi-Mikro-Messzelle:</u> Weglänge: 7 mm, Zellenvolumen: 2,5 µL, druckfest bis 120 bar (Edelstahl), 50 bar (PEEK) <u>Semipräparative Messzelle:</u> Weglänge: 0,4 mm, Zellenvolumen: 0,7 µL, druckfest bis 100 bar (PEEK) Identifizierung des Messzellentyps und der Seriennummer über einen in der Messzelle eingebauten ID-Chip.
Steuerung:	Alle Parameter und Funktionen sind Software-gesteuert, USB 2.0 3 LEDs (Power, Connected, Status) zur Statusüberwachung
Analogausgänge:	2 Analogausgänge über optionale Erweiterungskarte (6082.0305 DAC-Einschub kpl., DAD/MWD) zur Ausgabe von Absorptionskanälen 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; 4 Funktionstasten zum Betrieb während der Erstinbetriebnahme und 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 50 dB(A)
Medienberühre Teile:	PEEK, Quarzglas, Edelstahl

Umgebungsbedingungen:	Verwendungsbereich: Innenraum Temperaturbereich: 10 °C bis 35 °C Luftfeuchtigkeit: 80% relative Feuchte, nicht kondensierend Überspannungskategorie: II Verschmutzungsgrad: 2
Abmessungen (h × b × t):	16 x 42 x 51 cm
Gewicht:	circa 17 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 DAD-3000(RS) und MWD-3000(RS), mit:		
SicherungsKit DAD (10 Sicherungen, 2A, träge, 5 x 20 mm)	6074.0005	1
T-Anschluss Drainage-System	Enthalten in 6040.0005 (Systemdrainage-Kit)	1
USB-Kabel Typ A auf Typ B, 5m	6911.0002	1

9.2 Optionales Zubehör

Beschreibung	Best.-Nr.	Bemerkung
Analytische Messzelle (Volumen: 13 µL, Material: Stahl, Weglänge: 10 mm, druckfest bis 120 bar)	6082.0100	Hinweise zur Installation finden Sie auf Seite 107.
Semi-analytische Messzelle (Volumen: 5 µL, Material: Stahl, Weglänge: 7 mm, druckfest bis 120 bar)	6082.0200	
Semi-Mikro-Messzelle (Volumen: 2,5 µL, Material: Stahl, Weglänge: 7 mm, druckfest bis 120 bar)	6082.0300	
Analytische Messzelle (Volumen: 13 µL, Material: PEEK, Weglänge: 10 mm, druckfest bis 50 bar)	6082.0400	
Semi-Mikro-Messzelle (Volumen: 2,5 µL, Material: PEEK, Weglänge: 7 mm, druckfest bis 50 bar)	6082.0500	
Semipräparative Messzelle (Volumen: 0,7 µL, Material: PEEK, Weglänge: 0,4 mm; druckfest bis 100 bar)	6082.0600	
Systemdrainage-Kit für UltiMate 3000 Systeme	6040.0005	Enthält alle Komponenten für den Anschluss der Systemdrainage sowie eine detaillierte Installationsanleitung.
Spül-/Injektionskit mit Spritze für Messzellen	6078.4200	Enthält Spritze und Kapillaren zum direkten Injizieren in eine Messzelle.
Diagnosetool-Kit für UltiMate 3000 Pumpen UltiMate 3000 RS- und SD-Pumpen	6035.3000 6040.3099	Enthält die Widerstandskapillare, die für einige der Diagnosetests unter Chromleon benötigt wird.
Kapillarkit, Viper, für UltiMate 3000 RSLC- System mit LPG- oder DGP-Pumpen	6040.2301	Enthält 2 Kapillaren mit 0,13 mm ID und 1 Kapillare mit 0,18 mm ID für den Anschluss in einem HPLC-RS-System mit LPG-3400RS oder DGP-3600RS Pumpe.
Kapillarkit, Viper, für UltiMate 3000 Standard (SD)-System mit ISO-, LPG- oder DGP-Pumpen	6040.2302	Enthält 3 Kapillaren mit 0,18 mm ID für den Anschluss in einem HPLC-SD- System mit ISO-3100SD, LPG-3400SD oder DGP-3600SD Pumpe.
Kapillarkit, Viper, für UltiMate 3000 RSLC- System mit HPG-Pumpen	6040.2308	Enthält 2 Kapillaren mit 0,13 mm ID und 1 Kapillare mit 0,18 mm ID für den Anschluss in einem HPLC-RS-System mit HPG-3x00RS Pumpe.
Kapillarkit, Viper, für UltiMate 3000 Standard (SD)-System mit HPG-Pumpen	6040.2309	Enthält 3 Kapillaren mit 0,18 mm ID für den Anschluss in einem HPLC-SD- System mit HPG-3x00SD Pumpe.

Beschreibung	Best.-Nr.	Bemerkung
Kapillarkit, Viper, für UltiMate 3000 XRS-System mit LPG-3400XRS Pumpe	6043.2301	Enthält 3 Viper-Kapillaren (2 Kapillaren SST, je 0,1 x 350 mm und 0,13 x 550 mm ID x L; 1 Kapillare PEEK, 0,065 x 250 mm ID x L) für den Anschluss in einem XRS-System mit LPG-3400XRS Pumpe.
Kapillarkit, Viper, für UltiMate 3000 BioRS-System	6841.2301	Enthält 3 Viper-Kapillaren, MP35N (je 1 x 0,10 x 250 mm, 0,10 x 350 mm und 0,18 x 550 mm ID x L) für den Anschluss in einem BioRS-System mit UltiMate 3000 RS-Pumpe.
DAC-Einschub	6082.0305	Stellt auf der Detektorrückseite zwei Analogausgänge zur Verfügung.
PCM-3000 pH- und Leitfähigkeitsmessgerät für DAD/MWD Detektoren der UltiMate 3000-Serie	6082.2000	Misst pH-Wert und Leitfähigkeit im Durchfluss.
Upgrade-Kit MWD-3000 auf DAD-3000	6082.3035	Enthält alle Teile zum Aufrüsten eines MWD-3000 auf einen DAD-3000. Das Kit muss vom Kundendienst installiert werden.
Upgrade-Kit MWD-3000RS auf DAD-3000RS	6082.3045	Enthält alle Teile zum Aufrüsten eines MWD-3000RS auf einen DAD-3000RS. Das Kit muss vom Kundendienst installiert werden.
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	6082.0305
Deuteriumlampe	6074.1110
Einteiliges Fitting, fingerfest	6200.5502
Kapillare (PEEK, 1/16" x 0,25 mm AD x ID, 1m)	6251.6001
Kapillare (PEEK, 1/16" x 0,50 mm AD x ID, 1 m)	2251.6002
Kapillare TCC - DAD (0,13 mm x 250 mm ID x L) bei Verwendung einer Semi-mikro-Messzelle aus PEEK, einschließlich geeigneter Fittingverbindungen	6074.2415
Kapillare TCC - DAD (0,13 mm x 250 mm ID x L, SST, Viper) bei Verwendung einer semi-analytischen / Semi-Mikro-Messzelle aus Edelstahl, einschl. geeigneter Fittingverbindungen	6040.2325
Kapillare TCC - DAD (0,18 x 250 mm ID x L, SST, Viper) bei Verwendung einer analytischen Edelstahl-Messzelle, einschließlich geeigneter Fittingverbindungen	6040.2385
Kapillare TCC - DAD (0,25 mm x 250 mm ID x L) bei Verwendung einer analytischen Messzelle aus PEEK, einschließlich geeigneter Fittingverbindungen	6074.2405
Kapillare TCC - DAD (0,5 mm x 250 mm ID x L) bei Verwendung einer semipräparativen Messzelle, einschließlich geeigneter Fittingverbindungen	6074.2425
Kapillare TCC-3000RS – DAD-3000RS/MWD-3000RS (0,10 x 250 mm (ID x L), MP35N, Viper) zur Verwendung in einem UltiMate 3000 BioRS-System	6042.2330
Kapillarkit, Viper, für BioRS-System mit UltiMate 3000 RS-Pumpe	6841.2301
Kapillarkit, Viper, für RSLC-System mit LPG-3400RS oder DGP-3600RS Pumpe	6040.2301
Kapillarkit, Viper, für RSLC-Systeme mit HPG-3200RS oder HPG-3400RS Pumpe	6040.2308
Kapillarkit, Viper, für Standard (SD) System mit HPG-3200SD oder HPG-3400SD Pumpe	6040.2309
Kapillarkit, Viper, für Standard (SD) System mit ISO-3100SD, LPG-3400SD oder DGP-3600SD Pumpe	6040.2302
Kapillarkit, Viper, für UltiMate 3000 XRS-System mit LPG-3400XRS Pumpe	6043.2301
Menüstift	6300.0100
Messzelle, analytisch (Volumen: 13 µL, PEEK, Weglänge: 10 mm, druckfest bis 50 bar)	6082.0400
Messzelle, analytisch (Volumen: 13 µL, Stahl, Weglänge: 10 mm, druckfest bis 120 bar)	6082.0100
Messzelle, semi-analytisch (Volumen: 5 µL, Stahl, Weglänge: 7 mm, druckfest bis 120 bar)	6082.0200
Messzelle, semi-mikro (Volumen: 2,5 µL, PEEK, Weglänge: 7 mm, druckfest bis 50 bar)	6082.0500

Bezeichnung	Best.-Nr.
Messzelle, semi-mikro (Volumen: 2,5 µL, Stahl, Weglänge: 7 mm, druckfest bis 120 bar)	6082.0300
Messzelle, semipräparativ (Volumen: 0,7 µL, PEEK, Weglänge: 0,4 mm; druckfest bis 100 bar)	6082.0600
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
PCM-3000 pH- und Leitfähigkeitsmessgerät für DAD/MWD Detektoren der UltiMate 3000-Serie	6082.2000
Sicherungskit DAD (10 Sicherungen, 2A, träge, 5 x 20 mm)	6074.0005
Spül-/Injektionskit für Messzellen	6078.4200
Systemdrainage-Kit für UltiMate 3000 Systeme	6040.0005
Upgrade-Kit MWD-3000 auf DAD-3000	6082.3035
Upgrade-Kit MWD-3000RS auf DAD-3000RS	6082.3045
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
Wolframlampe	6074.2000

10 Anhang

10.1 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.

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.

Eine Liste der Wellenlängen von Absorptionsmaxima verschiedener Chromophore finden Sie in Tabelle 2 (→ Seite 128).

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

Funktionelle Gruppe	Chromophor	Wellenlänge (nm)
Aldehyd	-CHO	280-300
Amine	-NH ₂	195
Anthracen		252 375
Azido	>C=N-	190
Azo	-N=N-	285-400
Benzol		202 255
Bromid	-Br	208
Carboxyl	-COOH	200-210
Chinolin		227 270 341
Diphenyl		246
Disulfid	-S-S-	194 255
Ester	-COOR	205
Ether	-O-	185
Iodid	-I	260
Isochinolin		218 266 317
Keton	>C=O	270-280
Naphthalin		220 275 312
Nitrat	-ONO ₂	270 (Schulter)
Nitrit	-ONO	220-230 300-400
Nitroso	-N=O	302
Olefine	C=C-	185
Oxalsäure	HOOC-COOH	250
Pyridin		195 251
Thioether	-S-	194 215
Thioketon	>C=S	205
Thiol	-SH	195

Tabelle 2: UV-Absorptionswellenlängen verschiedener Chromophore

10.2 Konformitätserklärung für Holmiumoxidfilter

Konformitätserklärung für Holmiumoxidglas-Filter

Die Holmiumoxidglas-Filter in den Thermo Scientific Dionex Detektoren, die in der Tabelle unten aufgelistet sind, erfüllen die Anforderungen des National Institute of Standards and Technology (NIST).

Diese Erklärung bezieht sich auf die Publikation des Journal of Research des National Institute of Standards and Technology, Band 112, Ausgabe 6 (2007), S. 303-306. Gemäß dieser Publikation verhalten sich Holmiumoxidglas-Filter grundsätzlich stabil hinsichtlich Wellenlängenstandards. Eine Rezertifizierung der Holmiumoxid-Filter ist nicht erforderlich. Die erweiterte Ungenauigkeit der zertifizierten Wellenlängen beträgt 0,2 nm. Diese Anforderungen vom NIST sind als Wellenlängenstandard zu betrachten.

Die Filter zur Wellenlängenverifizierung sind aus Holmiumoxidglas. Thermo Fisher Scientific erklärt, dass diese Filter, wie vom NIST vorgegeben, die grundsätzlich bestehenden Holmiumoxid-Absorptionsbanden repräsentieren.

Referenzwellenlängen:

Detektor	Messwellenlänge*
MWD-3000	<i>Breiter Spalt:</i> 361,42 nm, 446,36 nm, 536,81 nm, 637,60 nm
MWD-3000RS	
DAD-3000	<i>Schmaler Spalt (nur MWD-3000RS und DAD-3000RS):</i> 287,26 nm, 360,94 nm, 445,89 nm, 536,52 nm, 637,60 nm
DAD-3000RS	
VWD-3100	360,9 nm, 418,0 nm, 536,5 nm
VWD-3400RS	

* Die exakten Referenzwellenlängen können je nach Detektor-Typ und Spaltbreite unterschiedlich sein.

02.09.2013

Abgegeben durch
Klaus Rohm, Director HPLC Engineering, und
Burkhard Seitz, Quality Control Manager

11 Index

A	
Ablauf	41
Analogausgang	18
Anschluss	
Chromeleon-Rechner	29
Fluidik	19
Netzkabel	29
USB	29
Anzeige	16
Äquilibrieren	42
Äquilibrieren (SmartStartup Wizard).....	42
Äquilibrierprogramm	42
Auflösung	67
Auspacken	25
Außerbetriebnahme	77
Autozero	56
B	
Back	58
Bandbreite	70
Bandbreite des Diodenbündels	72
Basislinienrauschen	67
Batch	54
Bedienungsanleitung	1
Betrieb	47
Anzeige	16
Bedienelemente	16
Chromeleon	67
Einschalten	47
Funktionstasten	55
Gerätedisplay	55
Hinweise	44
Menü	56
Sicherheitsmaßnahmen	4
Betriebsstunden (Lampe)	100
Buffer Overflow	32, 89
BunchWidth	72
C	
Cancel	58
Chromeleon	49
Betrieb	67
Detektor installieren	32
Detektor konfigurieren	33
Installationsprogramm	30
Lizenz	49
Predictive Performance	73
Program Wizard	53
Programm erstellen	53
Server Configuration Program	30, 32
Server Monitor	30, 32
Steuerung automatisch	53
Steuerung direkt	50
USB-Treiber	30
Verbinden	49
Chromeleon-Dialoge	
Detector	34
General	33
Signals	36
Commands (Dialogfenster)	50
Configuration	61
Control	60
Control Panel	51
D	
DAC-Einschub	18
Data Collection Rate	68
Datenaufnahme	65
Datenaufnahmerate	68
DCMSLink	37
Detector (Dialogfenster)	34
Detektorleistung optimieren	67
Deuteriumlampe	102
Austausch	102
Betriebsstunden	100
Intensität	101
Device View	54
Diagnose	24, 100
Diagnosetests	75, 85
Diagnostics	62
Dialogfenster Commands	50
Drainage	
Detektor	41
System	41
Drift	74
E	
Eingangsspalt	12
Einschalten	47
Elektrischer Anschluss	29
Empfindlichkeit	67
Ersatzteile	124
F	
Fehlermeldungen	82
Fehlersuche	81
Fehlermeldungen	82
Störungen	89
Firmware aktualisieren	114
Firmware-Download	34, 114
Firmware-Version	115

Program Wizard	53
Programm	
Äquilibrierung	42
Herunterfahren	77
Shutdown	77
Standby	77
Programm erstellen	53
Programmstart	54
Pufferüberlauf	32, 89

R

Reaktionszeit	69
Referenzbandbreite	71
Referenzwellenlänge	70
Reset to Factory Defaults	61
Response Time	69
RMA Number	97

S

Select	57
Server Configuration Program	32
Server Monitor	32
Service	
Allgemein	97
Deteriumlampe	102
Firmware aktualisieren	114
Leaksensor	112
Messzelle	107
Sicherheitsmaßnahmen	97
Sicherungswechsel	113
Wolframlampe	104
Shutdown-Programm	77
Sicherheit	3
Sicherheitsmaßnahmen	4
Sicherungsschlitten	17
Sicherungswechsel	113
Signals (Dialogfenster)	36
Slit Test	88
Slit Width	72
SmartShutdown	73, 78
SmartStartup	42, 73
Softkeys	55
Spaltbreite	72
Speicherplatz	67
Spezifikation	117
Standby-Programm	77
Statusanzeige	48
Steuerung	

Automatisch	53
Chromeleon	49
Direkt	50
Störungen	89
Symbole	3
Systemdrainage	41

T

Technische Daten	117
Temperaturkanal	74
Toggle	58

U

USB	29
USB-Anschluss	18
USB-Konfigurationsdatei	31
UV lamp auto-ignition	60

V

Verbrauchsmaterialien	124
Verwendungszweck	8
Virtual Mode	33
VIS lamp auto-ignition	60
Vorbereitung	
Allgemein	39
Äquilibrieren	42

W

Wartung	79
Wartungsintervalle	79
Wellenlänge	44, 69
Festlegen	64
Kalibrieren	98
Verifizieren	98
Wellenlängenkalibrierung	98
Wellenlängenverifizierung	98
Wellness	24
Wolframlampe	104
Austausch	104
Betriebsstunden	100
Intensität	101

Z

Zubehör	
Optional	122
Standard	121

