

Thermo Scientific Dionex UltiMate 3000-Serie

PCM-3000

pH- und Leitfähigkeitsmessgerät

für DAD-3000(RS), MWD-3000(RS) und VWD-3x00(RS)

**Bedienungsanleitung
(Originalbedienungsanleitung)**



Version: 1.2

Datum: September 2013

© 2013 Thermo Fisher Scientific

Dok.-Nr. 4820.8205

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	1
1.1	Über die Bedienungsanleitung	1
1.2	Sicherheit	3
1.2.1	Symbole in der Bedienungsanleitung	3
1.2.2	Sicherheitsmaßnahmen	3
1.3	Verwendungszweck des Gerätes	7
2	Überblick	9
2.1	Kurzbeschreibung	9
2.2	Gerätekonfiguration	10
2.3	pH-Messzelle und pH-Elektrode	11
2.4	Leitfähigkeits-Messzelle	12
2.5	Fluidische Anschlüsse	12
2.6	Steuerung über Chromeleon	13
3	Installation	15
3.1	Anforderungen an den Standort	15
3.2	Auspacken	15
3.3	Installation der Erweiterungskarte	16
3.4	Installation des Messzellenträgers	17
3.5	Einsetzen der pH-Elektrode in den Aufbewahrungsbehälter	19
3.6	Einrichten des PCM-3000 in Chromeleon oder DCMSLink	21
4	Vorbereitung für den Betrieb (Inbetriebnahme)	23
4.1	Übersicht	23
4.2	Anschließen eines Drainageschlauchs	23
4.3	Fluidische Anschlüsse	24
4.4	Allgemeine Hinweise zum Betrieb	26
4.4.1	Mobile Phasen	26
4.4.2	pH-Messzelle und Elektrode	26
4.4.3	Leitfähigkeits-Messzelle	27
5	Betrieb und Wartung	29
5.1	Allgemeines zur Steuerung über Chromeleon	29
5.1.1	Direkte Steuerung	29
5.1.2	Automatische Steuerung	32
5.1.3	Anzeige der Kanäle im Chromatogramm	33
5.2	pH-Wert-Messung	33
5.2.1	Einsetzen der pH-Elektrode in die Messzelle	33
5.2.2	Kalibrieren der pH-Elektrode	34
5.2.3	Überwachung der pH-Kalibrierung	37
5.2.4	Temperaturkompensation pH-Wert	38

5.3	Leitfähigkeits-Messung.....	38
5.3.1	Temperaturkompensation Leitfähigkeits-Wert.....	38
5.3.2	Kalibrieren der Leitfähigkeits-Messzelle.....	40
5.3.3	Überwachung der effektiven Zellkonstante.....	42
5.4	Verringerung des Rauschens (Response Time).....	43
5.5	Ändern der Anzeige am Detektordisplay.....	44
5.6	Außerbetriebnahme des Messgerätes.....	45
5.7	Wartung und Wartungsintervalle.....	46
6	Fehlersuche.....	47
6.1	Meldungen im Chromeleon Audit Trail.....	47
6.2	Mögliche Störungen.....	50
7	Service.....	53
7.1	Allgemeine Hinweise und Sicherheitsmaßnahmen.....	53
7.2	pH-Elektrode.....	54
7.2.1	Reinigen der pH-Elektrode.....	54
7.2.2	Rekonditionieren der pH-Elektrode.....	54
7.2.3	Tauschen der pH-Elektrode.....	55
7.3	pH-Messzelle.....	56
7.3.1	Reinigen der pH-Messzelle.....	56
7.3.2	Tauschen der pH-Messzelle.....	57
7.4	Leitfähigkeits-Messzelle.....	58
7.4.1	Reinigen der Leitfähigkeits-Messzelle.....	58
7.4.2	Tauschen der Leitfähigkeits-Messzelle.....	59
8	Technische Daten.....	61
9	Zubehör, Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien.....	63
9.1	Standardzubehör.....	63
9.2	Optionales Zubehör.....	63
9.3	Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien.....	64
10	Anhang: Temperaturkoeffizienten gebräuchlicher Lösungsmittel.....	65
11	Index.....	67

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™ pH- und Leitfähigkeitsmessgerätes benötigen. Dennoch sollten Sie, bevor Sie mit dem Messgerät arbeiten, die gesamte Anleitung einmal gründlich durchlesen, um sich einen Überblick zu verschaffen.

Alle Beschreibungen innerhalb dieses Handbuchs beziehen sich auf alle Varianten des pH- und Leitfähigkeitsmessgerätes der UltiMate™ 3000-Serie.

Für die Beschreibungen innerhalb dieses Handbuchs gelten die folgenden Konventionen:

- Für die Beschreibung wird der Ausdruck "das Messgerät" verwendet.
- Wenn nicht anders angegeben, gelten alle Beschreibungen der Viper™-Kapillarverbindungen ebenso für nanoViper™- und gegebenenfalls andere Viper-Kapillarverbindungen.
- 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 Chromeleon™-Version 6.80 SR12 und Detektor-Firmware-Version 2.40 (DAD/ MWD) bzw. 3.70 (VWD). Wenn Sie den Detektor unter Chromeleon 7 betreiben, beachten Sie bitte die Hinweise auf Seite 13.

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.

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

Windows und Windows Vista sind eingetragene Warenzeichen von Microsoft Corp.

Torx ist ein eingetragenes Warenzeichen von Textron Industries Inc.

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

1.2 Sicherheit

1.2.1 Symbole in der Bedienungsanleitung

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.

 **Hinweise:** Lesen Sie diese Anleitung einmal vollständig durch, bevor Sie mit dem Messgerät zu arbeiten beginnen, so dass Sie mit dem Inhalt vertraut sind.

Beachten Sie die Informationen in den entsprechenden Kapiteln sowie die Hinweise in den Bedienungsanleitungen der Pumpe und des optischen Detektors.

 **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.

- **Schutzausrüstung**

Tragen Sie bei allen Arbeiten an und in der Nähe des HPLC-Systems persönliche Schutzausrüstung (Schutzkleidung, Sicherheitshandschuhe, Schutzbrille), die der Gefährdung durch die mobile Phase und Probe entspricht. Informationen zum richtigen Umgang mit konkreten Verbindungen 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 Verbindungen 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.

- **Elektrostatistische Entladung**

Elektrostatistische 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 elektrostatistische 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 Abfalleitungen 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.
- ◆ In einem UltiMate 3000 Bio RS System kommen Systemkapillaren zum Einsatz, die aus der Nickel-Kobalt-Legierung MP35N® gefertigt sind. 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.
- Bedenken Sie, dass Flüssigkeit ausgetreten sein könnte, wenn Sie die Haube abnehmen. Wenn eine Undichtigkeit auftritt, beheben Sie die Ursache für die Undichtigkeit sofort.
- Tauschen Sie beschädigte Kommunikationskabel aus.
- Tauschen Sie beschädigte Netzkabel aus. Verwenden Sie nur die für das Gerät bereitgestellten Netzkabel.
- Verwenden Sie ausschließlich die von Thermo Fisher Scientific für das Gerät autorisierten Original-Ersatz und Zubehörteile.
- Achten Sie beim Betrieb Ihres HPLC-Systems stets darauf, dass die Minimum-Druckabschaltung gesetzt ist. So vermeiden Sie, dass durch eventuelle Undichtigkeiten Schäden entstehen. Außerdem wird dadurch ein Trockenlaufen der Pumpe verhindert.
- Das Gerät ist bei Auslieferung mit einer 2-Propanol-Lösung gefüllt. Achten Sie darauf, dass das Gerät vor dem erstmaligen Einsetzen der pH-Elektrode mit Wasser oder einem wässrigen Puffer gespült wird.
- Spülen Sie peroxid-bildende Lösungsmittel und Pufferlösungen nach Arbeitsende aus.
- Spülen Sie bei der Umstellung des Laufmittels von Puffer auf organische Lösungsmittel das HPLC-System zuvor gründlich mit entionisiertem Wasser oder mit Wasser in HPLC-Qualität.
- Wenn Sie auf ein anderes Laufmittel umstellen, achten Sie auf die Mischbarkeit des neuen Laufmittels mit dem Laufmittel, das im HPLC-System enthalten ist. Sind die Laufmittel nicht mischbar, kann das System beschädigt werden, z.B. durch Ausflockungen.

- Verwenden Sie nur handelsübliche Lösungsmittel in HPLC-Qualität und Puffer, die kompatibel mit den medienberührten Teilen des Messgerätes sind.
- Beachten Sie bei längeren Betriebsunterbrechungen (= mehrere Tage) und wenn Sie das Gerät zum Versand vorbereiten die Hinweise zur Außerbetriebnahme (→ Seite 45).
- Setzen Sie das Gerät nur entsprechend seiner 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.

Das pH- und Leitfähigkeitsmessgerät PCM-3000 wurde als ein Modul zur Messung des pH-Werts und der Leitfähigkeit von Flüssigkeiten für Laborforschungsaufgaben in der HPLC und UHPLC (Ultra-High-Performance Liquid Chromatography) in Kombination mit einem optischen UV-Vis-Detektor (Diodenarray-Detektor, Mehrfachwellenlängen-Detektor oder Variablen Wellenlängen-Detektor) der UltiMate™ 3000-Serie entwickelt.

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

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

Beachten Sie Folgendes:

- Das Messgerät darf nur mit den von Thermo Fisher Scientific empfohlenen Zubehörteilen und Ersatzteilen (→ Seite 63) und innerhalb seiner technischen Spezifikationen (→ Seite 61) betrieben werden.
- Verwenden Sie nur handelsübliche Lösungsmittel in HPLC-Qualität oder gegebenenfalls LC-MS-Qualität (0,2 µm, gefiltert). Bei Verwendung der pH-Elektrode dürfen keine organischen Lösungsmittel verwendet werden.
- Beachten Sie auch die Hinweise zur Lösungsmittelkompatibilität und Pufferkonzentrationen der anderen Module Ihres UltiMate 3000-Systems, insbesondere des verwendeten optischen Detektors und der Pumpe. 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

Das pH- und Leitfähigkeitsmessgerät PCM-3000 wurde als Modul zur Messung des pH-Werts und der Leitfähigkeit von Flüssigkeiten in Kombination mit einem Diodenarray-Detektor, Mehrfachwellenlängen-Detektor oder Variablen Wellenlängen-Detektor der UltiMate 3000-Serie entwickelt.

- Über eine pH-Elektrode kann der zeitliche Verlauf des pH-Werts einer Flüssigkeit bestimmt werden, welche die pH-Messzelle durchfließt.
- Die pH-Messzelle verfügt über einen eingebauten Temperatursensor. Die gemessene Temperatur fließt in Chromeleon automatisch in die Berechnung des pH-Werts mit ein und ermöglicht so eine höhere Genauigkeit.
- Über eine Leitfähigkeits-Messzelle kann der zeitliche Verlauf des Leitfähigkeitswerts einer Flüssigkeit bestimmt werden, welche die Messzelle durchfließt.
- Die Leitfähigkeits-Messzelle verfügt über einen eingebauten Temperatursensor. Die gemessene Temperatur fließt in Chromeleon automatisch in die Berechnung des Leitfähigkeits-Werts mit ein.
- Die Kalibrierung der Leitfähigkeits-Messzelle sowie der pH-Elektrode kann auf einfache Art und Weise direkt über Chromeleon ausgeführt werden.
- Zur Fehlererkennung stehen in Chromeleon Funktionen zur Überwachung der Kalibrierung zur Verfügung, die zur Verbesserung der Zuverlässigkeit beitragen.

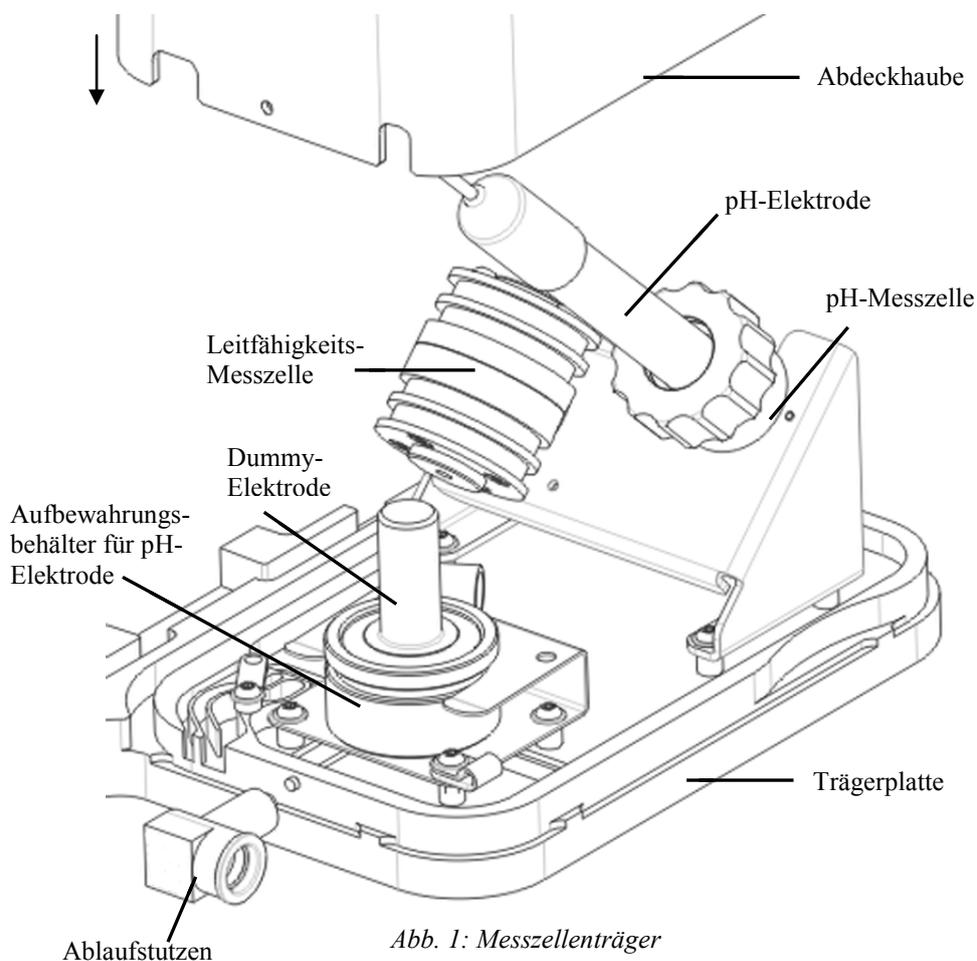
2.2 Gerätekonfiguration

Das pH- und Leitfähigkeitsmessgerät misst den pH-Wert und die Leitfähigkeit von Flüssigkeiten im Durchfluss. Die Messwerte werden vom Gerätetreiber des jeweiligen Detektors verarbeitet und können sowohl in Chromeleon als auch auf dem Detektordisplay angezeigt werden. Das Modul ist in folgenden Konfigurationen verfügbar:

Beschreibung	Best.-Nr.
PCM-3000 für DAD/MWD-Detektoren der UltiMate 3000-Serie	6082.2000
PCM-3000 für VWD-Detektoren der UltiMate 3000-Serie	6082.2005

Im Lieferumfang enthalten sind jeweils eine passende Erweiterungskarte zur Installation im Detektor, ein Messzellenträger mit vormontierter pH-Messzelle und Leitfähigkeits-Messzelle, eine Abdeckhaube, eine pH-Elektrode, sowie das benötigte Zubehör (→ Seite 63). Die pH-Elektrode sowie beide Messzellen sind als separate Ersatzteile erhältlich (→ Seite 64).

Die folgende Abbildung zeigt die Komponenten des pH- und Leitfähigkeitsmessgeräts.



2.3 pH-Messzelle und pH-Elektrode

Die pH-Messzelle ist bei Auslieferung auf dem Messzellenträger installiert. Eine Dummy-Elektrode schützt die Messzelle vor Staub. Da die Temperatur der Flüssigkeit in die Berechnung des pH-Werts mit einfließt, verfügt die pH-Messzelle über einen eingebauten Temperatursensor, der über ein Kabel mit der PCM-3000-Erweiterungskarte an der Detektorrückseite verbunden wird. Die Temperaturwerte können in Chromeleon als separate Signale ausgegeben werden.

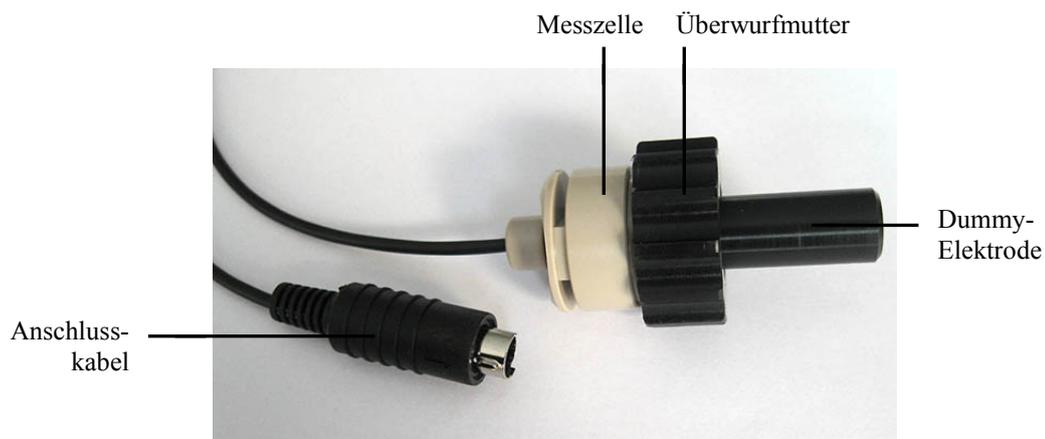


Abb. 2: pH-Messzelle mit Dummy-Elektrode

Die mitgelieferte pH-Elektrode wird zur pH-Messung in die pH-Messzelle eingesetzt. Für die Zeit außerhalb der Messungen steht auf dem Messzellenträger ein Aufbewahrungsbehälter zur Verfügung. Vor Inbetriebnahme der pH-Elektrode muss eine Kalibrierung durchgeführt werden.

2.4 Leitfähigkeits-Messzelle

Die Leitfähigkeits-Messzelle ist bei Auslieferung auf dem Messzellenträger installiert.

Die Messzellen sind werkseitig mit einem Chip versehen, auf dem unter anderem die Kalibrierdaten der Zelle gespeichert sind. Beim Anschließen der Messzelle an der Detektorrückseite wird der Chip mit der Elektronik verbunden. Es ist daher nicht zwingend erforderlich, die Zelle vor der Inbetriebnahme zu kalibrieren. Um eine optimale Genauigkeit mit den verwendeten Substanzen zu erreichen empfehlen wir jedoch eine Kalibrierung der Messzelle vor Inbetriebnahme (→ Seite 40).

Da die Leitfähigkeit einer Substanz von der Temperatur beeinflusst wird, verfügt die Leitfähigkeits-Messzelle über einen eingebauten Temperatursensor. Die Temperaturwerte können in Chromeleon als separate Signale ausgegeben werden. Über Chromeleon kann dann eine Temperaturkompensation des Leitfähigkeitswertes durchgeführt werden.



Abb. 3: Leitfähigkeits-Messzelle mit Anschlusskabel

2.5 Fluidische Anschlüsse

Die Kapillarverbindungen sind werkseitig montiert. Für die Verbindung vom optischen Detektor zur Leitfähigkeits-Messzelle ist in der Abdeckhaube eine größere Aussparung vorgesehen. Im Detektorgehäuse eignet sich dazu der Kapillardurchlass auf der linken Seite.

Die Kapillare von der pH-Messzelle in den Abfall kann durch eine weitere kleine Aussparung an der hinteren Seite der Abdeckhaube geführt werden.

2.6 Steuerung über Chromeleon

Der Betrieb des Messgerätes erfolgt über das Chromatographie-Management-System Chromeleon. Voraussetzung ist, dass ein entsprechender optischer Detektor bereits installiert ist und ebenfalls über Chromeleon betrieben wird. Informationen zur Steuerung des optischen Detektors über Chromeleon finden Sie in der Bedienungsanleitung für den Detektor.

Für den Betrieb des PCM-3000 ist eine der folgenden Chromeleon-Versionen erforderlich:

- Chromeleon 6.80 DU10b (Driver Update) oder höher
- Chromeleon 7.1 DU0a (Driver Update) oder höher

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

Wenn Sie das System 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 zu einzelnen Geräten finden Sie in der Hilfe zum Chromeleon 7 Instrument Configuration Manager.

Bitte 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).

3 Installation

i **Hinweise:** Die Abbildungen in diesem Kapitel zeigen die Installation an einem DAD-3000. Die Installationsschritte sind jedoch für die anderen optischen Detektoren identisch, auch wenn sich die Blenden an der Detektorrückseite bzw. an der Erweiterungskarte unterscheiden.

Voraussetzung für den Betrieb des PCM-3000 ist Detektor-Firmware-Version 2.20 (DAD-3000(RS) und MWD-3000(RS) bzw. 3.40 (VWD-3x00(RS)) oder höher. Führen Sie ggf. ein Firmware-Upgrade durch.

In einem Detektor kann nur entweder ein PCM-3000 oder ein DAC-Einschub zur Bereitstellung von Analogausgängen installiert werden. Wenn bereits ein DAC-Einschub installiert ist, muss dieser zuerst ausgebaut werden, bevor das PCM-3000 installiert werden kann.

3.1 Anforderungen an den Standort

- Der Standort muss die in den technischen Daten (→ Seite 61) unter Leistungsaufnahme und Umgebungsbedingungen genannten Spezifikationen erfüllen.
- Stellen Sie das Messgerät 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 darauf, dass der Platz hinter und neben dem optischen Detektor auch nach der Installation des PCM-3000 ausreichend für die Belüftung und den Netzanschluss ist.

3.2 Auspacken

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

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

Bewahren Sie die Originalverpackung auf. Sie ist die bestmögliche Verpackung für den Transport des Gerätes (z.B. im Reparaturfall). Informationen zur Garantieleistung entnehmen Sie bitte den zugehörigen Auftragsbedingungen.

1. Stellen Sie den Karton auf eine stabile Oberfläche, und entnehmen Sie den alle mitgelieferten Teile.
2. Entfernen Sie die Verpackungsteile und Kunststoff-Folien.
3. Während des Transports kann sich durch große Temperaturunterschiede Kondenswasser im Gerät bilden. Temperieren Sie daher das Messgerät nach dem Auspacken einige Stunden, damit das Kondenswasser entfernt wird. Installieren Sie erst anschließend die Erweiterungskarte im Detektor. Bestehen offensichtliche Zweifel an der vollständigen Auflösung des Kondenswassers, ist das Messgerät so lange im elektrisch nicht angeschlossenen Zustand zu akklimatisieren, bis sich Niederschläge vollständig verflüchtigt haben.

3.3 Installation der Erweiterungskarte

STOP Warnung: Schalten Sie den Detektor aus und ziehen Sie den Netzstecker auf der Geräterückseite, ehe Sie die Erweiterungskarte installieren.

1. Ergreifen Sie geeignete Schutzmaßnahmen (Erdungsschutz), um elektrostatische Entladungen zu vermeiden, durch die elektronische Bauteile zerstört werden können.
2. Lösen Sie die vier in der Abbildung markierten Schrauben auf der Detektorrückwand mit einem Kreuzschlitzschraubendreher (Größe 1) und nehmen Sie die Blende ab.



Abb. 4: Zu lösende Schrauben auf der Detektorrückwand

3. Schieben Sie die Erweiterungskarte mit der Führungsschiene (links) auf die Kante neben dem USB-Anschluss.

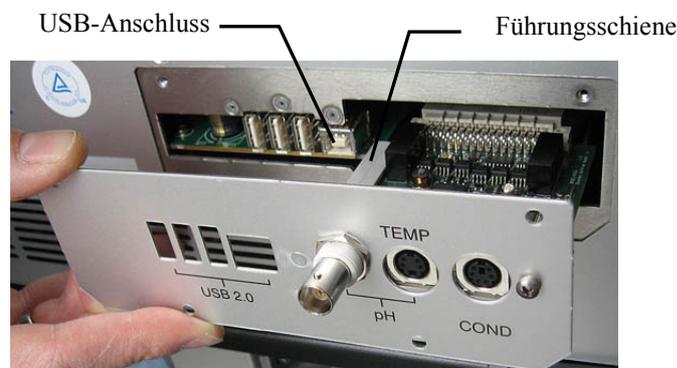


Abb. 5: Einsetzen der Erweiterungskarte

4. Schieben Sie die Erweiterungskarte bis zur Detektorrückwand in das Gehäuse hinein. Üben Sie mit dem Finger einen leichten Druck auf den mit TEMP bezeichneten Anschluss aus, bis die Karte einrastet.
5. Schrauben Sie die Erweiterungskarte an der Detektorrückwand fest. Verwenden Sie dazu die vier Schrauben der Blende.

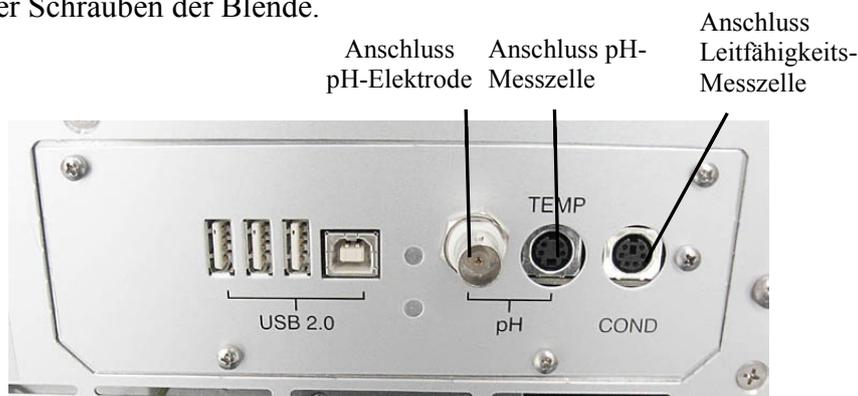


Abb. 6: PCM-3000-Anschlüsse auf der Detektorrückseite

3.4 Installation des Messzellenträgers

Der Träger mit den Messzellen kann am Detektor befestigt werden. Die Installation wird erleichtert, wenn der Detektor mit der linken Seite einige cm über die Tischkante übersteht.

i Hinweis: Bei älteren VWD-Detektoren ist die Befestigung des Messzellenträgers am Gerät nicht möglich, da die gezeigten Bohrungen für die Schrauben nicht vorhanden sind. Stellen Sie in diesem Fall den Messzellenträger neben oder auf das HPLC-System.

1. Auf der Detektorunterseite befinden sich links vorne drei rechteckige Aussparungen, die das Profil des Messzellenträgers aufnehmen sollen. In die Bohrungen neben den beiden äußeren Aussparungen werden die beiden Schrauben für den Messzellenträger eingeschraubt (→ Abb. 7).

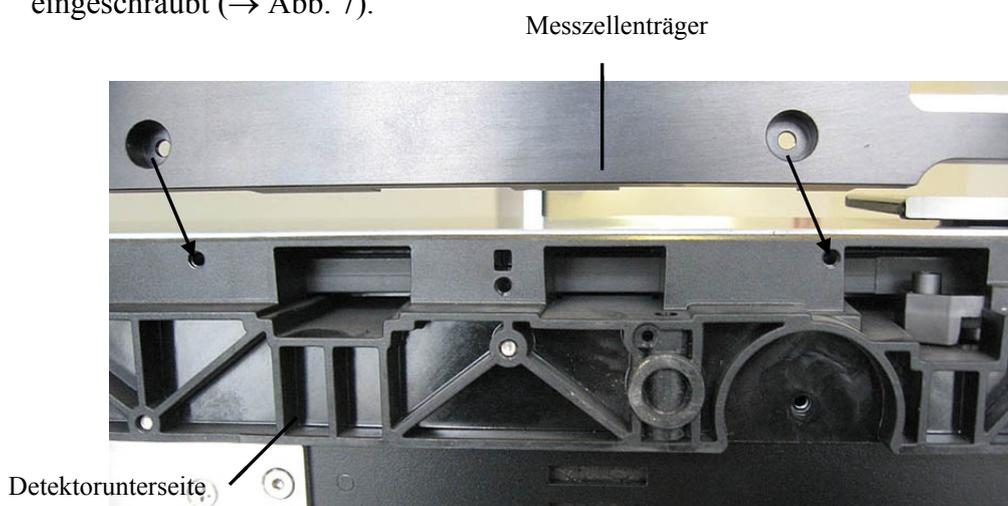


Abb. 7: Aussparungen an Detektorunterseite

2. Setzen Sie den Messzellenträger von unten in die Aussparungen ein (→ Abb. 8). Die Bohrungen auf dem Messzellenträger müssen sich über den gezeigten Löchern befinden. Die Führungsschiene der linken Aussparung ist auch von der Seite gut zu erkennen und hilft dabei, die richtige Position zu finden.



Abb. 8: Installieren des Messzellenträgers

3. Setzen Sie die beiden mitgelieferten Schrauben in die beiden Bohrungen ein und drehen Sie diese mit einem Schraubendreher (TX20, im Zubehör enthalten) fest.
4. Platzieren Sie den Detektor ggf. wieder vollständig auf dem Labortisch und/oder positionieren Sie ihn im HPLC-System wie in der Bedienungsanleitung für den Detektor beschrieben. Greifen Sie zum Anheben des Detektors bitte unter den Boden oder heben Sie das Gerät an den Seiten an. Heben Sie den Detektor nicht am Messzellenträger an.
5. Verbinden Sie den Stecker für das Kabel der Leitfähigkeits-Messzelle (6-poliger Mini DIN-Stecker) mit der Anschlussbuchse COND auf der Detektorrückseite (→ Abb. 6), so dass der Pfeil oben auf dem Stecker zu sehen ist.
6. Verbinden Sie den Stecker für das Temperatursensor-Kabel der pH-Messzelle (4-poliger Mini DIN-Stecker) mit der Anschlussbuchse TEMP auf der Detektorrückseite (→ Abb. 6), so dass der Pfeil oben auf dem Stecker zu sehen ist.
7. Setzen Sie die pH-Elektrode ein (→ Kapitel 3.5).

3.5 Einsetzen der pH-Elektrode in den Aufbewahrungsbehälter

Bei Inbetriebnahme wird die pH-Elektrode in den dafür vorgesehenen Aufbewahrungsbehälter eingesetzt. Belassen Sie die Elektrode mindestens 30 Minuten im Aufbewahrungsbehälter, bevor Sie eine Messung in der pH-Messzelle durchführen. Beachten Sie auch die allgemeinen Hinweise zu pH-Elektrode und -Messzelle (→ Seite 26).

Wenn Sie keine pH-Wert-Messung durchführen möchten, sollten Sie die pH-Elektrode *nicht* auspacken und *nicht* installieren.

i **Hinweise:** Behandeln Sie die pH-Elektrode stets mit erhöhter Vorsicht, da die Glasmembran leicht beschädigt oder verunreinigt werden kann.

Um die Elektrode vor Austrocknung zu schützen, sollte diese immer in den Aufbewahrungsbehälter gesetzt werden, wenn gerade keine pH-Messung durchgeführt wird. Die Elektrode darf nicht in deionisiertem Wasser gelagert werden.

1. Füllen Sie den Aufbewahrungsbehälter für die pH-Elektrode (→ Abb. 1) mit einem Gemisch aus pH4-Pufferlösung und Kaliumchlorid (100 g KCl auf 1 Liter pH4-Puffer, basierend auf Kaliumhydrogenphthalat (KHP)). Füllen Sie nur so viel Flüssigkeit ein, bis die Unterkante der Schrägflächen erreicht ist.

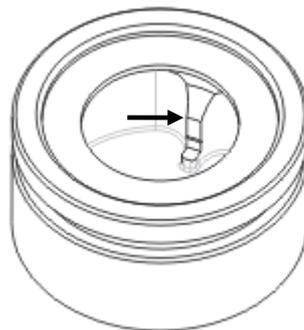


Abb. 9: Auffüllhöhe des Aufbewahrungsbehälters

2. Nehmen Sie die pH-Elektrode aus Ihrer Verpackung und entfernen Sie vorsichtig die mit einem Gemisch aus pH4-Pufferlösung und Kaliumchlorid gefüllte Kappe. Prüfen Sie die Elektrode auf Beschädigungen. Spülen Sie anschließend die Kappe mit Wasser und heben Sie sie zusammen mit der Verpackung auf.
3. Nehmen Sie die mitgelieferte Überwurfmutter und ziehen Sie das Kabel der pH-Elektrode durch die Überwurfmutter wie in Abb. 10 gezeigt. Diese wird benötigt, um die pH-Elektrode für den Betrieb in die pH-Messzelle einzusetzen.

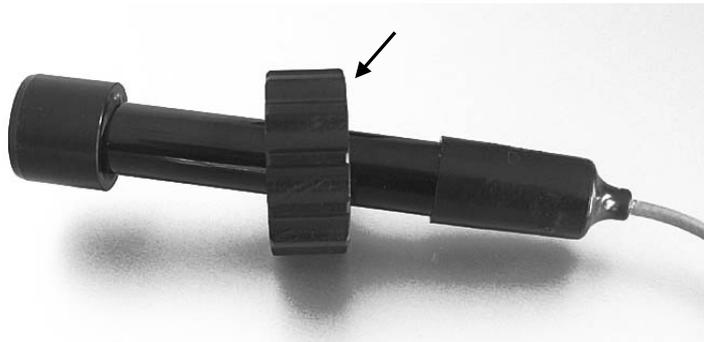


Abb. 10: Vorbereiten der pH-Elektrode

4. Setzen Sie die pH-Elektrode in den Aufbewahrungsbehälter. Belassen Sie die Elektrode im Aufbewahrungsbehälter, bis sie für die Messung benötigt wird. Lesen Sie in Kapitel 5.2.1 (→ Seite 33), wie die pH-Elektrode zur Messung in die pH-Messzelle eingesetzt wird.
5. Verbinden Sie den Stecker für das Kabel der pH-Elektrode (BNC-Stecker) mit der BNC-Anschlussbuchse der PCM-3000-Einschubkarte auf der Detektorrückseite. Der Stecker weist einen Schlitz auf, der den kleinen Stift an der Steckerbuchse aufnimmt. Drehen Sie den Stecker im Uhrzeigersinn, bis er einrastet.
6. Drehen Sie die Zugentlastung (→ Abb. 11) zur Seite und führen Sie das Kabel der Elektrode durch die vorgesehene (mittlere) Führung.

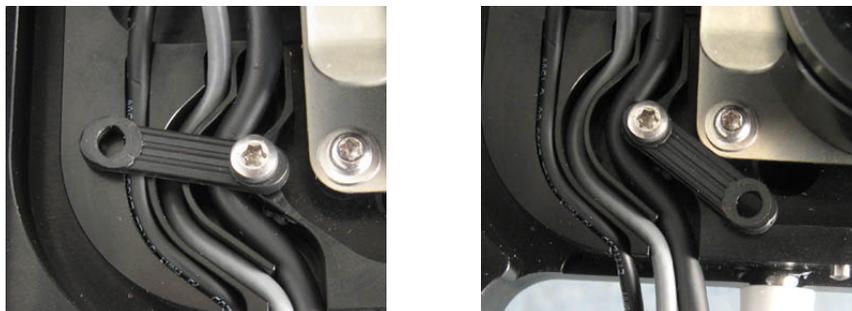


Abb. 11: Zugentlastung (links: geschlossen, rechts: geöffnet)

7. Schließen Sie den Detektor wieder an die Stromversorgung an.

3.6 Einrichten des PCM-3000 in Chromeleon oder DCMSLink

Nach erfolgter Installation muss das pH- und Leitfähigkeitsmessgerät in der Chromatographie-Software konfiguriert werden. Dies setzt voraus, dass ein optischer Detektor (DAD-3000(RS), MWD-3000(RS) oder VWD-3x00(RS) bereits installiert und konfiguriert ist.

- Informationen zum Einrichten des Detektors in Chromeleon finden Sie in der Bedienungsanleitung des Detektors und in der Hilfe zu Chromeleon.
 - Informationen zum Einrichten des Detektors in DCMSLink finden Sie in der Bedienungsanleitung des Detektors und im *DCMSLink Installation Guide*, der auf der DCMSLink-DVD im Verzeichnis *Additional Documents\DCMSLink User Documents* zur Verfügung steht.
1. Schalten Sie den Detektor ein.
 2. Öffnen Sie in Chromeleon im Programm **Server Configuration** die Eigenschaften des Detektors und klicken Sie auf der Seite **Detector** die Option **PCM** an. Nur wenn diese Option ausgewählt ist, stehen die Kanäle für pH-Wert und Leitfähigkeit und die entsprechenden Temperatursensoren in Chromeleon zur Verfügung.

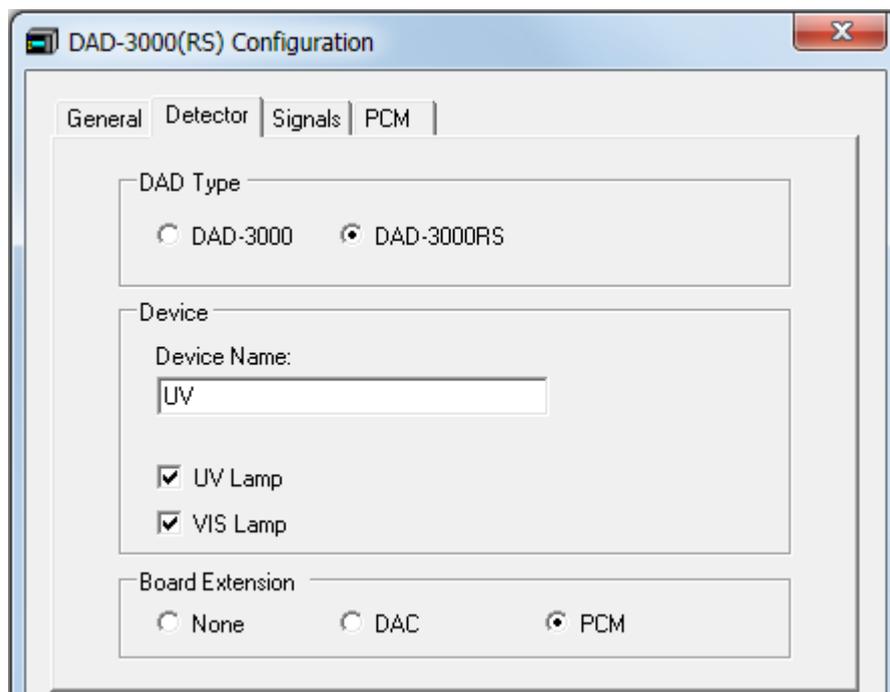


Abb. 12: Registerkarte Detector (hier: DAD-3000RS)

3. Die Registerkarte **PCM** zeigt alle Signale, die über das Messgerät aufgezeichnet werden können. Für jedes Signal erscheinen 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 Chromeleon für dieses Signal keine Rohdaten aufnehmen. Wenn Sie einen Signalnamen ändern möchten, können Sie ihn direkt in der entsprechenden Zeile überschreiben.

Das Feld **Device Name** zeigt den Namen an, unter dem das Messgerät in der Installationsumgebung und im Chromeleon Client geführt wird (Voreinstellung: **UV_PCM**). Sie sollten den vorgegebenen Namen nicht ändern. Wenn Sie einen anderen Namen eingeben, müssen Sie gegebenenfalls die Links der Bedienelemente auf den Steuerfenstern und den Namen in den Programmen entsprechend anpassen.

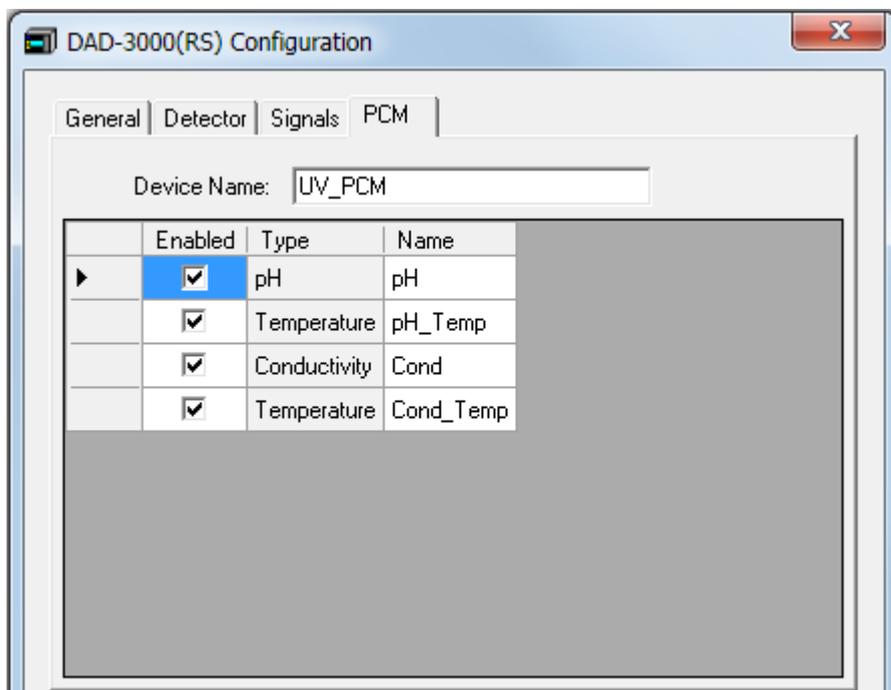


Abb. 13: Registerkarte Signals (hier: DAD-3000RS)

4 Vorbereitung für den Betrieb (Inbetriebnahme)

4.1 Übersicht

⚠ Vorsicht: Das Gerät ist bei Auslieferung mit einer 2-Propanol-Lösung gefüllt. Achten Sie darauf, dass das Gerät vor dem erstmaligen Einsetzen der pH-Elektrode mit Wasser oder einem wässrigen Puffer gespült wird.

Nachdem Sie das pH- und Leitfähigkeitsmessgerät wie in den Kapiteln 3.3 bis 3.6 beschrieben installiert und angeschlossen haben (→ Seite 15 und folgende), bereiten Sie das Messgerät für den Betrieb vor:

1. Schließen Sie einen Drainageschlauch an (→ Kapitel 4.2).
2. Schließen Sie die Messzellen fluidisch an (→ Kapitel 4.3).
3. Setzen Sie die pH-Elektrode in die Messzelle ein (→ Kapitel 5.2.1, Seite 33).
4. Kalibrieren Sie die pH-Elektrode (→ Kapitel 5.2.2, Seite 33).
5. Kalibrieren Sie ggf. die Leitfähigkeits-Messzelle im Messbereich (→ Kapitel 5.3.2, Seite 40).

4.2 Anschließen eines Drainageschlauchs

Zur Ableitung von Flüssigkeiten bei einer Undichtigkeit in einer Messzelle oder einer Kapillarverbindung verfügt der Messzellenträger über einen Ablaufstutzen (→ Abb. 1, Seite 10). Leiten Sie die Flüssigkeiten von dort in einen geeigneten Abfallbehälter. Schieben Sie den beiliegenden Schlauch per Hand bis zum Anschlag in das Verbindungsstück ein; die Verbindung ist selbstdichtend.

4.3 Fluidische Anschlüsse

Beachten Sie beim Anschluss der Kapillaren bitte die folgenden Hinweise:

- Beachten Sie die Sicherheitshinweise zu Kapillaren und Kapillarverbindungen im Kapitel 1.2.2 (→ Seite 3).
- Verwenden Sie nur die mitgelieferten, fertig konfektionierten Anschlusskapillaren bzw. Original-Ersatzkapillaren aus PEEK. Es dürfen *keine* Kapillaren aus Stahl oder Titan verwendet werden.
- Der Verbindungsweg zwischen der Detektormesszelle und dem Messzelleneingang sollte möglichst kurz sein, um Bandenverbreiterungen und Totvolumina zu vermeiden.
- Ziehen Sie 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.

- Beim Anschluss der Kapillaren an die pH- und Leitfähigkeits-Messzellen muss stets die Eingangskapillare unten und die Ausgangskapillare oben angeschlossen werden. Diese Anschlüsse dürfen nicht vertauscht werden. Dadurch kann evtl. in die Messzelle eingetretene Luft wieder entweichen.

Anschluss von pH-Messzelle und Leitfähigkeits-Messzelle

Die Kapillarverbindungen sind werkseitig montiert.

1. Verbinden Sie die Eingangskapillare der Leitfähigkeits-Messzelle mit dem Messzellenausgang des optischen Detektors. Für die Verbindung ist in der Abdeckhaube eine größere Aussparung vorgesehen. Achten Sie beim Schließen des Frontdeckels des Detektors darauf, dass die Kapillare durch den Kapillardurchlass auf der linken Seite nach außen geführt und nicht abgeknickt wird.
2. Schließen Sie an die Waste-Kapillare einen Waste-Schlauch an (im Zubehör enthalten). In der Abdeckhaube ist eine Aussparung für die Waste-Kapillare vorgesehen.

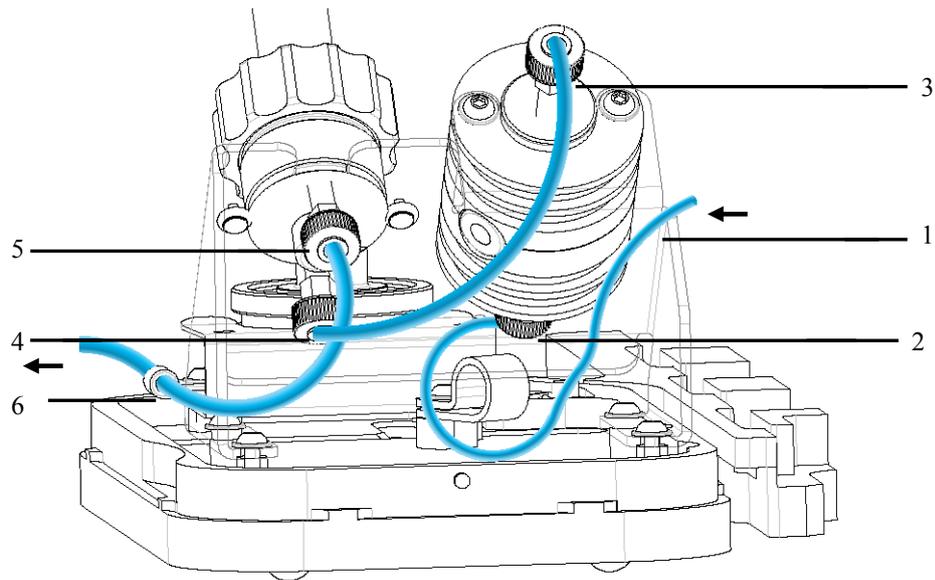


Abb. 14: Fluidische Anschlüsse am PCM-3000

Nr.	Beschreibung
1	Kapillare vom Messzellenausgang (durch Kapillardurchlass am optischen Detektor)
2	Eingang Leitfähigkeits-Messzelle (unterer Anschluss)
3	Ausgang Leitfähigkeits-Messzelle (oberer Anschluss)
4	Eingang pH-Messzelle (unterer Anschluss)
5	Ausgang pH-Messzelle (oberer Anschluss)
6	Führung für die Waste-Kapillare

Alternativ ist es möglich, nur die pH-Messzelle oder nur die Leitfähigkeits-Messzelle zu verwenden. Die Kapillaren sollten in diesem Fall so angeschlossen werden, dass die jeweilig nicht verwendete Messzelle umgangen wird:

Anschluss der pH-Messzelle ohne Leitfähigkeits-Messzelle

1. Entfernen Sie die vorhandene Kapillarverbindung zwischen Leitfähigkeits-Messzelle und pH-Messzelle.
2. Entfernen Sie die Kapillarverbindung am Eingang der Leitfähigkeits-Messzelle und verbinden Sie den Messzellenausgang des optischen Detektors stattdessen mit dem Eingang der pH-Messzelle.

Anschluss der Leitfähigkeits-Messzelle ohne pH-Messzelle

1. Verbinden Sie den Messzellenausgang des optischen Detektors mit der Eingangskapillare der Leitfähigkeits-Messzelle.
2. Entfernen Sie die vorhandene Kapillarverbindung zwischen Leitfähigkeits-Messzelle und pH-Messzelle.
3. Entfernen Sie die Waste-Kapillare vom Ausgang der pH-Messzelle und schließen Sie die Waste-Kapillare stattdessen an den Ausgang der Leitfähigkeits-Messzelle an.

Auch wenn Sie keine pH-Wert-Messung durchführen möchten, empfehlen wir, die pH-Elektrode wie in Kapitel 3.5 beschrieben in den Aufbewahrungsbehälter einzusetzen und mit der BNC-Anschlussbuchse auf der Detektorrückseite zu verbinden.

4.4 Allgemeine Hinweise zum Betrieb

4.4.1 Mobile Phasen

Beachten Sie die Hinweise zur Qualität und Zuführung der mobilen Phase in einem HPLC-System in der Bedienungsanleitung des Detektors und der HPLC-Pumpe.

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 Messzellen 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 den Messzellen bleiben.

4.4.2 pH-Messzelle und Elektrode

Beachten Sie folgende Hinweise zur pH-Messzelle:

- Um die Messzelle vor Staub zu schützen, sollte die mitgelieferte Dummy-Elektrode auf der pH-Messzelle aufgesetzt werden, wenn diese nicht zur Messung verwendet wird, d.h. wenn sich die pH-Elektrode im Aufbewahrungsbehälter befindet.
- Der Gegendruck auf die Messzelle darf 7 bar nicht überschreiten. Schließen Sie am Ausgang der Messzelle keine Kapillaren oder Geräte an, die einen höheren Gegendruck erzeugen könnten. Beim Schalten von Ventilen unter Fluss entstehen Druckspitzen, welche die Messzelle oder die pH-Elektrode zerstören können. Thermo Fisher Scientific empfiehlt, am Messzellen-Ausgang eine Kapillare oder einen Schlauch mit einem Innendurchmesser von mindestens 0,75 mm zu verwenden.
- Versuchen Sie niemals, die Messzelle mechanisch mit Scheuermittel, Bürste o.Ä zu reinigen. Verwenden Sie ggf. ein weiches, fusselfreies Tuch. Informationen zur Reinigung der Messzelle finden Sie auf Seite 56.
- Ziehen Sie nicht am Anschlusskabel der Messzelle.

Beachten Sie folgende Hinweise zur pH-Elektrode:

- Behandeln Sie die pH-Elektrode stets mit erhöhter Vorsicht, da die Glasmembran leicht beschädigt oder verunreinigt werden kann.
- Die Elektrode darf nicht bei Temperaturen unterhalb von -11°C gelagert werden, da das Glas dadurch beschädigt werden kann.
- Zum Schutz vor Austrocknung sollte die pH-Elektrode außerhalb von Messungen in den Aufbewahrungsbehälter auf dem Messzellenträger gestellt werden, der stets einen ausreichenden Flüssigkeitsstand aufweisen muss (→ Seite 19). Die Elektrode darf nicht in deionisiertem Wasser gelagert werden.
- Bei Verwendung organischer Lösungsmittel sollte die pH-Elektrode nicht verwendet werden. Setzen Sie stattdessen die Dummy-Elektrode in die Messzelle ein, oder umgehen Sie die Messzelle wie auf Seite 26 beschrieben.
- Versuchen Sie niemals, die pH-Elektrode mechanisch mit Scheuermittel, Bürste o.Ä. zu reinigen. Informationen zur Reinigung der pH-Elektrode finden Sie auf Seite 54.
- pH-Elektroden haben eine begrenzte Lebensdauer und sollten ausgetauscht werden, wenn sich die Messleistung erheblich verschlechtert. Zur Überwachung der Messleistung stehen in Chromeleon Funktionen zur Verfügung (→ Seite 37).

4.4.3 Leitfähigkeits-Messzelle

Beachten Sie folgende Hinweise zur Leitfähigkeits-Messzelle:

- Der Gegendruck auf die Messzelle darf 50 bar nicht überschreiten. Schließen Sie am Ausgang der Messzelle keine Kapillaren oder Geräte an, die einen höheren Gegendruck erzeugen könnten. Beim Schalten von Ventilen unter Fluss entstehen Druckspitzen, welche die Messzelle zerstören können.
- Besteht der Verdacht, dass die Leitfähigkeits-Messzelle verstopft ist, sollte diese sofort fluidisch von der Messzelle des optischen Detektors getrennt werden, da die optische Messzelle durch den erhöhten Rückdruck zerstört werden kann.
- Informationen zur Reinigung der Messzelle finden Sie auf Seite 58.
- Halten Sie die Messzelle niemals am Anschlusskabel.

5 Betrieb und Wartung

Die Steuerung des pH- und Leitfähigkeitsmessgerätes erfolgt über das Chromatographie-Management-System Chromeleon. Voraussetzung ist, dass ein entsprechender optischer Detektor bereits installiert ist und ebenfalls über Chromeleon betrieben wird. Informationen zur Steuerung des Detektors über Chromeleon finden Sie in der Bedienungsanleitung für den Detektor.

Schalten Sie den Detektor über den Netzschalter auf der Geräterückseite ein. Damit steht auch die Stromversorgung für das pH- und Leitfähigkeitsmessgerät zur Verfügung.

Die Messwerte für pH und Leitfähigkeit können außerdem auf dem Detektordisplay abgelesen werden.

5.1 Allgemeines zur Steuerung über Chromeleon

Vergewissern Sie sich zunächst, dass folgende Voraussetzungen erfüllt sind:

1. Die Chromeleon-Software ist auf dem Rechner installiert und der Lizenzcode ist eingegeben.
2. Der optische Detektor ist über eine USB-Verbindung mit dem Chromeleon-Rechner verbunden.

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

3. Der optische Detektor ist wie in der Bedienungsanleitung für den Detektor beschrieben in Chromeleon eingerichtet.
4. Das Messgerät ist, wie im Kapitel 3.6 beschrieben, in Chromeleon eingerichtet (→ Seite 21).

Damit das Messgerät über Chromeleon gesteuert werden kann, müssen Sie die Zeitbasis, auf welcher der Detektor installiert ist, mit dem Chromeleon-Client verbinden (→ *Bedienungsanleitung des Detektors*).

5.1.1 Direkte Steuerung

Verwenden Sie die direkte Steuerung bei der Kalibrierung sowie für das Eingeben von Grenzwerten. Die Befehle werden über das Dialogfenster **Commands** (F8-Box) oder auch auf einem Steuerfenster eingegeben und mit der Eingabe direkt ausgeführt.

Öffnen des Dialogfensters Commands für das PCM-3000

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.
5. Scrollen Sie nach unten bis zu dem Bereich, in dem die einzelnen Detektorkanäle aufgeführt sind. Zeigen Sie die Parameter und Befehle für das PCM-3000 an, indem Sie auf das Pluszeichen neben einem Kanal des PCM-3000 klicken:

UV_PCM: Geräteparameter, u.a. zur Kalibrierung und Überwachung

pH_Temp: Temperatursignal der pH-Messzelle

pH: Signal des pH-Werts

Cond_Temp: Temperatursignal der Leitfähigkeits-Messzelle

Cond: Signal des Leitfähigkeitswerts

6. Welche Parameter und Befehle angezeigt werden, hängt vom Anzeigefilter (**Normal**, **Advanced** oder **Expert**) ab. Ändern Sie den Anzeigefilter, falls erforderlich. Führen Sie in der Befehlsliste einen Rechtsklick aus und wählen Sie den gewünschten Filter im Menü aus.

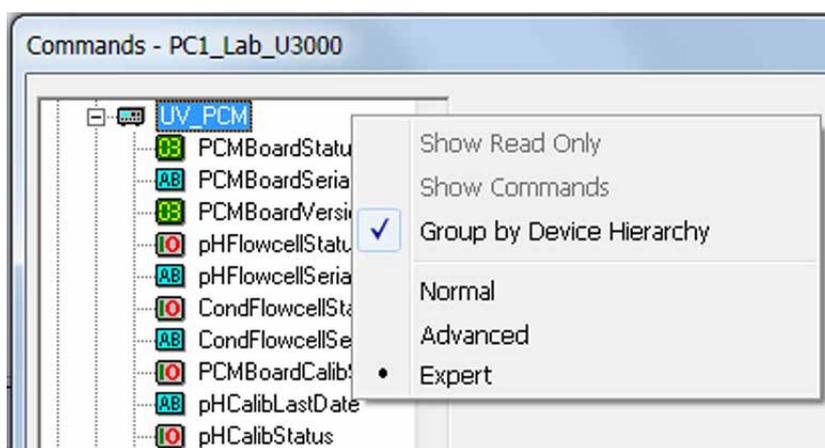


Abb. 15: Dialogfenster Commands

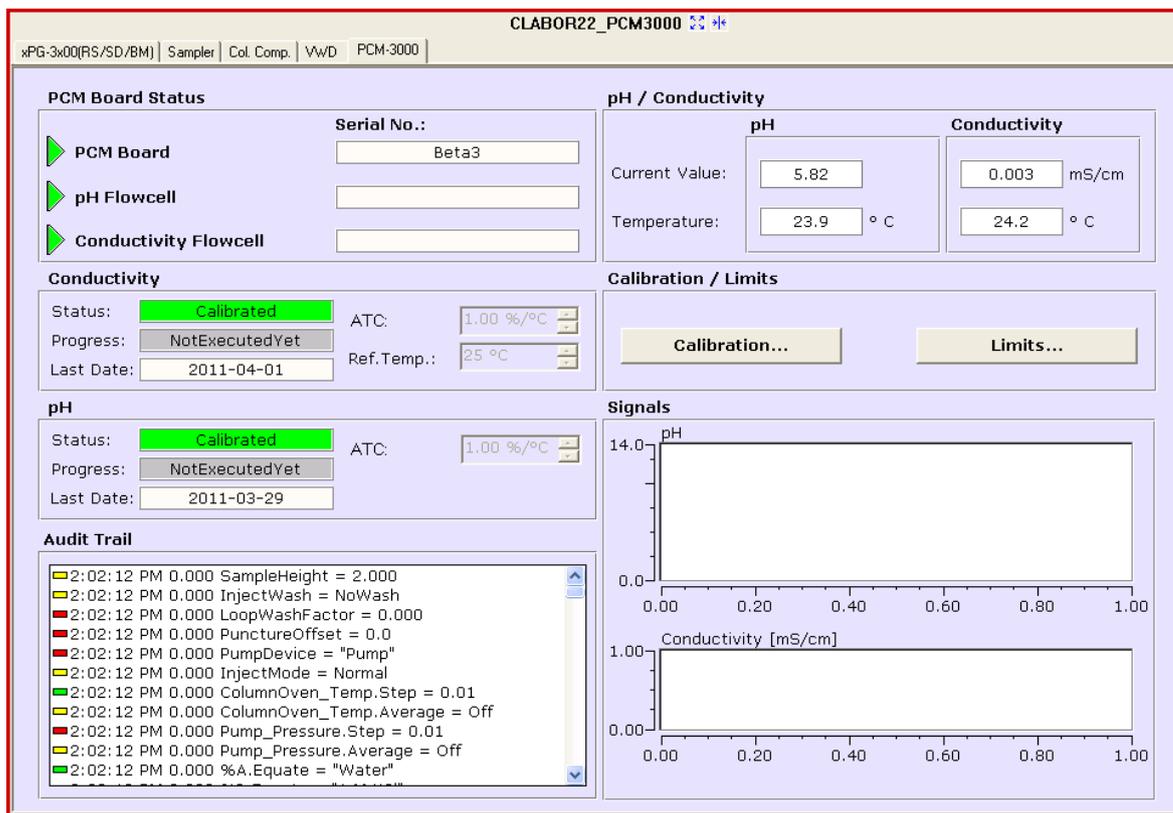
7. Vergewissern Sie sich, dass der Detektor mit Chromeleon verbunden ist. Verbinden Sie den Detektor gegebenenfalls über den Befehl **Connect**.

Öffnen des Steuerfensters für das PCM-3000

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 das PCM-3000 an.
3. Vergewissern Sie sich, dass der Detektor mit Chromeleon verbunden (connected) ist. Verbinden Sie den Detektor gegebenenfalls über die Schaltfläche **Connect** auf der Registerkarte für den Detektor.



The screenshot displays the control interface for the PCM-3000 instrument. The window title is 'CLABOR22_PCM3000'. The interface is divided into several sections:

- PCM Board Status:** Shows the Serial No. as 'Beta3'. It includes expandable sections for 'PCM Board', 'pH Flowcell', and 'Conductivity Flowcell'.
- pH / Conductivity:** Displays 'Current Value' for pH as 5.82 and Conductivity as 0.003 mS/cm. Temperature is shown as 23.9 °C for pH and 24.2 °C for Conductivity.
- Conductivity:** Status is 'Calibrated'. ATC is 1.00 %/°C. Progress is 'NotExecutedYet'. Last Date is 2011-04-01. Ref. Temp. is 25 °C.
- pH:** Status is 'Calibrated'. ATC is 1.00 %/°C. Progress is 'NotExecutedYet'. Last Date is 2011-03-29.
- Calibration / Limits:** Contains buttons for 'Calibration...' and 'Limits...'.
- Signals:** Contains two line graphs. The top graph is for 'pH' (y-axis 0.0 to 14.0) and the bottom graph is for 'Conductivity [mS/cm]' (y-axis 0.00 to 1.00). Both graphs have an x-axis from 0.00 to 1.00.
- Audit Trail:** A list of log entries with timestamps and parameters such as 'SampleHeight = 2.000', 'InjectWash = NoWash', 'LoopWashFactor = 0.000', etc.

Abb. 16: Steuerfenster für das PCM-3000

Auf dem Steuerfenster stehen die wichtigsten Funktionen zur Verfügung. Alle Parameter und Befehle können Sie auch über das Dialogfenster **Commands** ausführen. Sie können das Dialogfenster direkt vom Panel Tabset aus über **Command** im Menü **Control** öffnen.

5.1.2 Automatische Steuerung

Das Aufzeichnen der Kanäle für pH-Wert und Leitfähigkeit und die entsprechenden Temperatursensoren kann über ein Programm (PGM) erfolgen. Das Programm können Sie automatisch mit Hilfe eines Software-Assistenten erstellen oder manuell, indem Sie ein vorhandenes Programm editieren. Informationen zum Erstellen und Starten eines Programms finden Sie in der Hilfe zu Chromeleon sowie in der Bedienungsanleitung für den optischen Detektor.

Die Kanäle für die Überwachung des pH-Wertes (**pH**) und der Leitfähigkeit (**Cond**) sowie die Temperaturkanäle der beiden Messzellen (**pH_Temp** und **Cond_Temp**) können Sie im Programm-Assistenten auf der Seite mit den Einstellungen für den optischen Detektor (**UV Options**) aktivieren oder deaktivieren (→ Abb. 17).

Program Wizard: UV Options

Start settings and data acquisition times:

Id	Channel name	AcqOn[<i>min</i>]	AcqOff[<i>min</i>]	Wavel.[<i>nm</i>]	Bandw.[<i>nm</i>]	RefWavel.[<i>nm</i>]
1	<input checked="" type="checkbox"/> UV_VIS_1	0,000	30,000	230,0	1	Off
2	<input checked="" type="checkbox"/> UV_VIS_2	0,000	30,000	254,0	1	Off
3	<input checked="" type="checkbox"/> UV_VIS_3	0,000	30,000	270,0	1	Off
4	<input checked="" type="checkbox"/> UV_VIS_4	0,000	30,000	300,0	1	Off
5	<input checked="" type="checkbox"/> Temp_Lampho	0,000	30,000			
6	<input checked="" type="checkbox"/> pH_Temp	0,000	30,000			
7	<input checked="" type="checkbox"/> pH	0,000	30,000			
8	<input checked="" type="checkbox"/> Cond_Temp	0,000	30,000			
9	<input checked="" type="checkbox"/> Cond	0,000	30,000			

PCM {

Signal Parameter Assistant

Please specify the peak width at half height for the narrowest expected peak in your chromatogram.

Peak Width: [0,002... min]

Data Collection Rate: [Hz]

Response Time: [s]

3D Min. Wavelength: [190,0...800,0 nm]

3D Max. Wavelength: [190,0...800,0 nm]

3D Bunchwidth: [1...400 nm]

Slit Width: [Narrow...Wide]

Data Collection Rate: [1,0...100,0 Hz]

Response Time: [0,000...20,000 s]

Apply >>

Abb. 17: Seite UV Options im Programmassistenten (hier: DAD-3000)

5.1.3 Anzeige der Kanäle im Chromatogramm

Wenn die Kanäle für pH-Wert und Leitfähigkeit und die entsprechenden Temperatursensoren im Programm-Assistenten aktiviert wurden, stehen die Daten in Chromeleon zur Verfügung. Während der Datenaufnahme können Sie die Werte auf dem Steuerfenster in zwei Online-Signalfenstern verfolgen (→ Abb. 16). Im Chromatogramm können Sie die aufgezeichneten Kanäle mit den Kanälen des optischen Detektors überlagern ("Overlay"):

- Führen Sie im Browser einen Rechtsklick auf eine Probe aus, zeigen Sie auf **Open** und klicken Sie dann auf **All Channels**. Es werden alle Kanäle einer Probe angezeigt.
- Wenn Sie die Kanäle des PCM-3000 in separaten Teilfenstern anzeigen möchten, führen Sie einen Rechtsklick auf das Chromatogramm aus und klicken Sie auf **Decoration**. Wählen Sie im Dialogfenster **Chromatogram Decoration** auf der Registerkarte **Comparison** in der Gruppe **Arrangement** die Option **Mixed**.

Um einen Kanal aus dem Overlay zu entfernen, führen Sie einen Rechtsklick auf die Chromatogramm-Überschrift des jeweiligen Kanals aus und klicken Sie auf **Remove Chromatogram**.

Weitere Informationen zum Überlagern von Kanälen finden Sie in der Chromeleon-Hilfe.

5.2 pH-Wert-Messung

Der zeitliche Verlauf des pH-Werts wird in Chromeleon wie in Kapitel 5.1.2 (→ Seite 32) beschrieben über den Kanal **pH** aufgezeichnet. Ein entsprechendes Programm muss die Befehle **pH.AcqOn** (Datenaufnahme starten) und **pH.AcqOff** (Datenaufnahme beenden) enthalten.

5.2.1 Einsetzen der pH-Elektrode in die Messzelle

Beachten Sie die allgemeinen Hinweise zu pH-Elektrode und -Messzelle (→ Seite 26).

i **Hinweis:** Prüfen Sie vor dem Einsetzen der pH-Elektrode, dass sich keine Salzablagerungen in der Messzelle befinden und reinigen Sie diese ggf. (→ Seite 56) bevor Sie die Elektrode einsetzen, da diese sonst beschädigt werden kann.

1. Lösen Sie die Überwurfmutter der Dummy-Elektrode und entfernen Sie die Dummy-Elektrode aus der Messzelle. Prüfen Sie dabei, dass sich die O-Ringe (→ Abb. 18) nicht gelöst haben und drücken Sie diese ggf. (mit Handschuhen) wieder in die vorgesehenen Nuten. (Ein Satz passender O-Ringe ist unter Best-Nr. 6082.2035 erhältlich.)

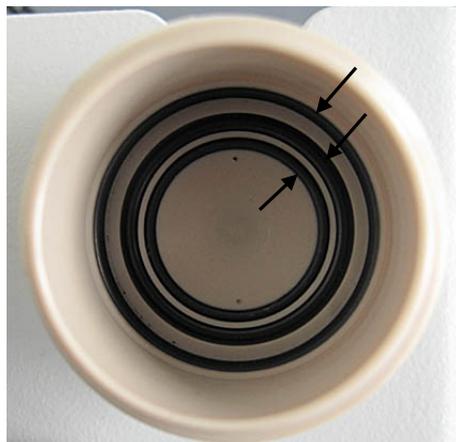


Abb. 18: O-Ringe in der pH-Messzelle

2. Setzen Sie die pH-Elektrode in die pH-Messzelle ein und drehen Sie die Überwurfmutter handfest zu. Die Mutter und die Elektrode müssen fest sitzen.
3. Setzen Sie die Dummy-Elektrode in den Aufbewahrungsbehälter ein und bewahren Sie die Überwurfmutter auf der Dummy-Elektrode auf.

5.2.2 Kalibrieren der pH-Elektrode

Die pH-Elektrode muss regelmäßig kalibriert werden. Die optimale Genauigkeit kann durch eine tägliche Kalibrierung sicher gewährleistet werden. In jeden Fall ist eine Kalibrierung nach einem Tausch der Elektrode oder bei einer deutlichen Änderung der Umgebungstemperatur erforderlich. Die pH-Elektrode kann direkt in der Messzelle ("intern") oder in separaten Gefäßen ("extern") kalibriert werden. Wenn Sie eine externe Kalibrierung durchführen möchten, müssen Sie die Temperatur der Pufferlösungen kennen bzw. separat mit Hilfe eines Thermometers messen.

Grundsätzlich sollten Sie die Pufferlösung(en) in einem Bereich wählen, in dem normalerweise Ihre Messungen liegen. Wählen Sie z.B. pH=7,0 und pH=4,0, wenn Sie eher im Bereich unterhalb von pH=7 messen. Wählen Sie dagegen pH=7,0 und pH=10,0, wenn Sie eher im Bereich oberhalb von pH=7 messen.

Die Kalibrierung wird mit Hilfe von Chromeleon durchgeführt. Dabei wird unterschieden zwischen einer Einpunktkalibrierung und einer Zweipunktkalibrierung.

Spülen der pH-Elektrode bei externer Kalibrierung

Wenn Sie die Kalibrierung in einem separaten Gefäß durchführen, muss die Elektrode vor und nach der Kalibrierung sowie zwischen den beiden Pufferlösungen (Zweipunktkalibrierung) gespült werden. Tauchen Sie die Elektrode dazu in eine Spülflüssigkeit (z.B. deionisiertes Wasser) und bewegen Sie die Elektrode in der Lösung, so dass diese gut abgespült wird. Schütteln Sie die Elektrode anschließend vorsichtig, um verbleibende Tropfen der Reinigungslösung zu entfernen.

Durchführung der Zweipunktkalibrierung (empfohlen)

Mit einer Zweipunktkalibrierung wird die pH-Elektrode mit Hilfe von zwei Pufferlösungen sowohl auf den Nullpunkt wie auch auf die Steilheit kalibriert. Dadurch wird die beste Kalibrierung ermöglicht. Der Unterschied der beiden Pufferlösungen muss mindestens 1 pH-Einheit betragen.

 **Hinweis:** Die folgende Beschreibung bezieht sich auf das Dialogfenster **Commands**. Alle Befehle und Eingabefelder für die Zweipunkt-Kalibrierung stehen Ihnen aber auch auf dem Steuerfenster für das PCM-3000 zur Verfügung (→ Seite 31).

1. Setzen Sie die Elektrode in die Messzelle ein und fördern Sie die erste Pufferlösung durch das System oder verwenden Sie das Spül-/Injektionskit zur direkten Injektion in die Messzelle. Wenn Sie in einem externen Gefäß kalibrieren möchten, tauchen Sie die Elektrode in die Pufferlösung. Durch Rühren in der Lösung kann der Vorgang beschleunigt werden. Warten Sie in beiden Fällen, bis sich der angezeigte pH-Wert (auf dem Detektordisplay oder über Chromeleon) stabilisiert hat.
1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und gehen Sie zu den Befehlen für das PCM-3000 (**UV_PCM**). Wählen Sie den Anzeigefilter **Expert**.
2. Wählen Sie den Befehl **pHClearCalibrationPoints** und klicken Sie auf **Execute**.
3. Wählen Sie den Parameter **pHSetCalibrationPoint1**. Geben Sie im Feld **pH** den pH-Wert der Pufferlösung ein, z.B. 7.0. Den Messwert für die Temperatur müssen Sie nur dann im Feld **Temperature** eingeben, wenn Sie eine externe Kalibrierung durchführen. Wenn Sie keinen Wert eingeben, verwendet Chromeleon den Wert, der durch den Temperatursensor in der Messzelle gemessen wurde.
4. Klicken Sie auf **Execute**. Der neue Kalibrierpunkt wird in Chromeleon zwischengespeichert.
5. Fördern Sie die zweite Pufferlösung durch das System. Wenn Sie in einem externen Gefäß kalibrieren möchten, tauchen Sie die Elektrode, nachdem sie gespült wurde, in die zweite Pufferlösung. Durch Rühren in der Lösung kann der Vorgang beschleunigt werden. Warten Sie erneut, bis sich der angezeigte pH-Wert (auf dem Detektordisplay oder über Chromeleon) stabilisiert hat.
6. Wählen Sie den Parameter **pHSetCalibrationPoint2**. Geben Sie im Feld **pH** den pH-Wert der Pufferlösung ein, z.B. 4.0. Den Messwert für die Temperatur müssen Sie nur dann im Feld **Temperature** eingeben, wenn Sie eine externe Kalibrierung durchführen. Wenn Sie keinen Wert eingeben, verwendet Chromeleon den Wert, der durch den Temperatursensor in der Messzelle gemessen wurde.
7. Klicken Sie auf **Execute**. Der zweite Kalibrierpunkt wird in Chromeleon zwischengespeichert.

8. Wählen Sie den Befehl **pHTwoPointCalibration** und klicken Sie auf **Execute**. Die neuen Werte werden an das Messgerät gesendet.
9. *Bei Kalibrierung in der pH-Messzelle:* Spülen Sie die Pufferlösung aus der HPLC-Anlage aus.

i Hinweis: Sie können die Messung und Eingabe der Kalibrierpunkte beliebig oft wiederholen, ohne die bestehende Kalibrierung zu verändern. Erst mit dem Befehl **pHTwoPointCalibration** werden die neuen Werte berechnet und gespeichert.

Durchführung der Einpunktkalibrierung

Mit einer Einpunktkalibrierung wird die pH-Elektrode nur auf die Steilheit kalibriert. Die verwendete Pufferlösung darf nicht den pH-Wert 7,0 haben (< pH 6,0 oder > pH 8,0, je größer die Abweichung, desto besser die Kalibrierung).

1. Setzen Sie die Elektrode in die Messzelle ein und fördern Sie die Pufferlösung durch das System. Wenn Sie in einem externen Gefäß kalibrieren möchten, tauchen Sie die Elektrode in die Pufferlösung. Durch Rühren in der Lösung kann der Vorgang beschleunigt werden. Warten Sie in beiden Fällen, bis sich der angezeigte pH-Wert (auf dem Detektordisplay oder über Chromeleon) stabilisiert hat.
2. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und gehen Sie zu den Befehlen für das PCM-3000 (**UV_PCM**). Wählen Sie den Anzeigefilter **Expert**.
3. Wählen Sie den Befehl **pHOnePointCalibration**. Geben Sie im Feld **pH** den pH-Wert der Pufferlösung ein, z.B. 4.0. Den Messwert für die Temperatur müssen Sie nur dann im Feld **Temperature** eingeben, wenn Sie eine externe Kalibrierung durchführen. Wenn Sie keinen Wert eingeben, verwendet Chromeleon den Wert, der durch den Temperatursensor in der Messzelle gemessen wurde.
4. Klicken Sie auf **Execute**. Der neue Wert für die Steilheit wird an das Messgerät gesendet.
5. *Bei Kalibrierung in der pH-Messzelle:* Spülen Sie die Pufferlösung aus der HPLC-Anlage aus.

Fehler bei der Kalibrierung

Wenn die Kalibrierung mit einem Fehler abgebrochen wird, weicht die neu berechnete Steilheit oder Nullpunktspannung zu stark vom Erwartungswert ab (→ Kapitel 5.2.3). Die neuen Werte werden in diesem Fall nicht gespeichert. Prüfen Sie, ob Sie den korrekten pH-Wert für die Kalibrierlösung eingegeben haben. Reinigen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 54). Ggf. muss die pH-Elektrode getauscht werden (→ Seite 55).

5.2.3 Überwachung der pH-Kalibrierung

Mit zunehmender Alterung der pH-Elektrode verschiebt sich die Nullpunktspannung und sinkt die Steilheit der Kalibrierkurve der Elektrode. In Chromeleon stehen daher Funktionen für die Überwachung dieser Kalibrierparameter zur Verfügung, die dazu dienen, nach einer Kalibrierung eine Alterung der Elektrode rechtzeitig zu erkennen, so dass diese gereinigt oder getauscht werden kann. Die Grenzwerte für die Verschiebung der Nullpunktspannung (Offset) und die Steilheit können Sie dabei selber festlegen. Abhilfemaßnahmen finden Sie im Kapitel 6.1 (→ Seite 47) unter dem Wortlaut der jeweiligen Fehlermeldung.

Fallen die berechneten Werte bei einer pH-Kalibrierung in einen Warnbereich, so wird im Chromeleon Audit Trail eine Warnung ausgegeben. Fallen die Werte dagegen in einen Bereich oberhalb und unterhalb der festgelegten Grenzen, wird die Kalibrierung als ungültig betrachtet und nicht gespeichert.

i Hinweis: Die folgende Beschreibung bezieht sich auf das Dialogfenster **Commands**. Alle Grenzwerte können aber auch über das Steuerfenster für das PCM-3000 (Schaltfläche **Limits**) eingegeben werden (→ Seite 31).

So legen Sie Grenzwerte für die Steilheit fest

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und gehen Sie zu den Befehlen für das PCM-3000 (**UV_PCM**). Wählen Sie den Anzeigefilter **Expert**.
2. Geben Sie für den Parameter **pHCalibSlope** die gewünschten Werte ein und klicken Sie jeweils auf **Execute**:
3. **LowerWarning:** Untere Warngrenze für die Steilheit. Es erscheint eine Warnung im Chromeleon Audit Trail, wenn bei der Kalibrierung ein niedrigerer Wert erreicht wird.

LowerLimit: Untergrenze für die Steilheit. Eine Kalibrierung schlägt fehl, wenn ein niedrigerer Wert erreicht wird.

UpperWarning: Obere Warngrenze für die Steilheit. Es erscheint eine Warnung im Chromeleon Audit Trail, wenn bei der Kalibrierung ein höherer Wert erreicht wird.

UpperLimit: Obergrenze für die Steilheit. Eine Kalibrierung schlägt fehl, wenn ein höherer Wert erreicht wird.

So legen Sie Grenzwerte für die Verschiebung der Nullpunktspannung (Offset) fest

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und gehen Sie zu den Befehlen für das PCM-3000 (**UV_PCM**). Wählen Sie den Anzeigefilter **Expert**.
2. Geben Sie für den Parameter **pHCalibOffset** die gewünschten Werte ein und klicken Sie jeweils auf **Execute**:

LowerWarning: Untere Warngrenze für den Offset. Es erscheint eine Warnung im Chromeleon Audit Trail, wenn bei der Kalibrierung ein niedrigerer Wert erreicht wird.

LowerLimit: Untergrenze für den Offset. Eine Kalibrierung schlägt fehl, wenn ein niedrigerer Wert erreicht wird.

UpperWarning: Obere Warngrenze für den Offset. Es erscheint eine Warnung im Chromeleon Audit Trail, wenn bei der Kalibrierung ein höherer Wert erreicht wird.

UpperLimit: Obergrenze für den Offset. Eine Kalibrierung schlägt fehl, wenn ein höherer Wert erreicht wird.

5.2.4 Temperaturkompensation pH-Wert

Die Temperatur des Eluenten wird beim Durchfließen der pH-Messzelle von einem Temperatursensor erfasst und von Chromeleon bei der Berechnung des pH-Wertes mit einbezogen. Wenn Chromeleon kein Signal vom Temperatursensor bekommt, beispielsweise weil das Sensorkabel nicht korrekt verbunden ist, oder der Sensor defekt ist, kann keine Datenaufnahme gestartet werden. In diesem Fall können Sie in Chromeleon die Temperaturkompensation über den Parameter **pHTempCompensation = Never** ausschalten. Beachten Sie jedoch, dass eine Berechnung des pH-Wertes ohne Einbeziehung der aktuellen Temperatur zu Messfehlern führen kann, wenn die Temperatur nicht ungefähr bei 25°C konstant gehalten wird.

5.3 Leitfähigkeits-Messung

Beachten Sie die Hinweise zum Betrieb der Leitfähigkeits-Messzelle (→ Seite 27).

Der zeitliche Verlauf des Leitfähigkeitswerts wird in Chromeleon wie in Kapitel 5.1.2 (→ Seite 32) beschrieben über den Kanal **Cond** aufgezeichnet. Ein entsprechendes Programm muss die Befehle **Cond.AcqOn** (Datenaufnahme starten) und **Cond.AcqOff** (Datenaufnahme beenden) enthalten.

5.3.1 Temperaturkompensation Leitfähigkeits-Wert

Die Leitfähigkeit einer Lösung steigt mit ansteigender Temperatur, da die Beweglichkeit der Ionen temperaturabhängig ist. Soll aus der Leitfähigkeit auf die Zusammensetzung der Lösung geschlossen werden, müssen daher alle Messwerte zur besseren Vergleichbarkeit auf eine festgelegte Referenztemperatur umgerechnet werden (in der Regel 25°C). Die Temperaturabhängigkeit der Leitfähigkeit (Temperaturkoeffizient) hängt von der jeweiligen Lösung ab. Stellen Sie den Temperaturkoeffizienten für Ihre Lösung vor der Messung ein. Eine Tabelle mit Temperaturkoeffizienten einiger gebräuchlicher Lösungsmittel finden Sie auf Seite 65. Ein Wert von 2%/°C liefert für die meisten üblichen Lösungsmittel gute Ergebnisse, wenn Sie den genauen Wert nicht kennen. Sie können außerdem eine andere Referenztemperatur festlegen.

Der angezeigte Leitfähigkeitswert zeigt also stets die Leitfähigkeit der Lösung bei der eingestellten Referenztemperatur, in der Regel 25°C. Bei Temperaturschwankungen ändert sich der angezeigte Wert (bei korrektem Temperaturkoeffizienten) deshalb nicht. Es ist jedoch möglich die Temperaturkompensation der Leitfähigkeit auszuschalten. In diesem Fall gibt der angezeigte Leitfähigkeitswert direkt die (von der Temperatur beeinflusste) gemessene Leitfähigkeit an. Das Messergebnis wird nicht nur von der Zusammensetzung der Lösung, sondern auch von der Temperatur der Lösung beeinflusst.

So stellen Sie den Temperaturkoeffizienten ein

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und gehen Sie zu den Befehlen für das PCM-3000 (**UV_PCM**). Wählen Sie den Anzeigefilter **Expert**, falls erforderlich.
2. Wählen Sie den Parameter **CondTempCompensation** und geben Sie im Feld einen Wert zwischen -1.00 und 10.00%/°C ein.
3. Klicken Sie auf **Execute**.

So schalten Sie die Temperaturkompensation aus

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und gehen Sie zu den Befehlen für das PCM-3000 (**UV_PCM**). Wählen Sie den Anzeigefilter **Expert**, falls erforderlich.
2. Wählen Sie den Parameter **CondTempCompensation** und wählen Sie im Feld den Wert **Off** aus.
3. Klicken Sie auf **Execute**.

 **Hinweis:** Wenn die Temperaturkompensation ausgeschaltet wird, dürfen Signaländerungen nicht als Änderungen in der Zusammensetzung der Lösung interpretiert werden, da auch Temperaturschwankungen abgebildet werden.

So ändern Sie die Referenztemperatur

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und gehen Sie zu den Befehlen für das PCM-3000. Wählen Sie den Anzeigefilter **Expert**, falls erforderlich.
2. Wählen Sie den Parameter **CondReferenceTemp** und geben Sie im Feld einen Wert zwischen 10,000 und 40,000 °C ein.
3. Klicken Sie auf **Execute**.

5.3.2 Kalibrieren der Leitfähigkeits-Messzelle

Bei der Kalibrierung wird die effektive Zellkonstante der Leitfähigkeits-Messzelle neu berechnet. Wenn sehr genaue Messungen durchgeführt werden sollen, ist eine Kalibrierung der Leitfähigkeits-Messzelle im entsprechenden Messbereich sinnvoll. In jedem Fall ist eine Kalibrierung nach der Reinigung der Messzelle erforderlich.

Bei der Kalibrierung der Leitfähigkeits-Messzelle wird eine Kalibrierlösung mit genau bekannter Leitfähigkeit durch die Messzelle geleitet. Die Angabe der Leitfähigkeit umfasst grundsätzlich die Angabe der Temperatur, bei der die Leitfähigkeit gilt. Die Temperaturkompensation unter Berücksichtigung der aktuell gemessenen Temperatur des Eluenten erfolgt automatisch mit dem festgelegten Temperaturkoeffizienten (→ Seite 38).

Die Kalibrierung wird mit Hilfe von Chromeleon durchgeführt. Dabei wird unterschieden zwischen einer Einpunktkalibrierung mit nur einer Kalibrierlösung und einer Zweipunktkalibrierung mit zwei Kalibrierlösungen unterschiedlicher Leitfähigkeit. Für die meisten Lösungsmittel führt eine Einpunktkalibrierung zu optimalen Ergebnissen. Bei sehr hohen Leitfähigkeiten (> 100 mS/cm) kann eine Zweipunktkalibrierung zur Verbesserung der Genauigkeit führen.

i Hinweis: Die folgenden Beschreibungen beziehen sich auf das Dialogfenster **Commands**. Alle Befehle und Eingabefelder für die Kalibrierung stehen Ihnen aber auch auf dem Steuerfenster für das PCM-3000 zur Verfügung (→ Seite 31).

Durchführung der Einpunktkalibrierung

Für die Einpunktkalibrierung wird eine Kalibrierlösung mit bekannter Leitfähigkeit benötigt. Grundsätzlich sollten Sie die Kalibrierlösung in einem Bereich der Leitfähigkeit wählen, in dem normalerweise Ihre Messungen liegen.

1. Fördern Sie die Kalibrierlösung durch das System oder verwenden Sie das Spül-/Injektionskit zur direkten Injektion in die Messzelle. Warten Sie, bis sich der angezeigte Leitfähigkeits-Wert (auf dem Detektordisplay oder über Chromeleon) stabilisiert hat.
2. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und gehen Sie zu den Befehlen für das PCM-3000 (**UV_PCM**). Wählen Sie den Anzeigefilter **Expert**.
3. Wählen Sie den Befehl **CondOnePointCalibration**. Geben Sie im Feld **Conductivity** den bekannten Leitfähigkeitswert der Kalibrierlösung ein, z.B. 10,00 mS/cm. Geben Sie dann im Feld **Temperature** den zugehörigen Temperaturwert ein, bei dem diese Leitfähigkeit gilt, z.B. 25°C.
4. Klicken Sie auf **Execute**. Der neue Wert wird an das Messgerät gesendet.

Durchführung der Zweipunktkalibrierung

Für die Zweipunktkalibrierung werden zwei Kalibrierlösungen mit bekannter Leitfähigkeit benötigt. Die Leitfähigkeit der beiden Kalibrierlösungen muss sich mindestens um den Faktor zwei unterscheiden. Es ist wichtig, dass Sie die Kalibrierlösungen in einem Bereich der Leitfähigkeit wählen, in dem normalerweise Ihre Messungen liegen.

1. Fördern Sie die erste Kalibrierlösung durch das System oder verwenden Sie das Spül-/Injektionskit zur direkten Injektion in die Messzelle. Warten Sie, bis sich der angezeigte Leitfähigkeitswert (auf dem Detektordisplay oder über Chromeleon) stabilisiert hat.
2. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und gehen Sie zu den Befehlen für das PCM-3000 (**UV_PCM**). Wählen Sie den Anzeigefilter **Expert**.
3. Wählen Sie den Befehl **CondClearCalibrationPoints** und klicken Sie auf **Execute**.
4. Wählen Sie den Parameter **CondSetCalibrationPoint1**. Geben Sie im Feld **Conductivity** den bekannten Leitfähigkeitswert der Kalibrierlösung ein, z.B. 100,00 mS/cm. Geben Sie dann im Feld **Temperature** den zugehörigen Temperaturwert ein, bei dem diese Leitfähigkeit gilt, z.B. 25°C.
5. Klicken Sie auf **Execute**. Der neue Kalibrierpunkt wird in Chromeleon zwischengespeichert.
6. Fördern Sie die zweite Kalibrierlösung durch die Messzelle. Warten Sie erneut, bis sich der angezeigte Leitfähigkeits-Wert (auf dem Detektordisplay oder über Chromeleon) stabilisiert hat.
7. Wählen Sie den Parameter **CondSetCalibrationPoint2** aus. Geben Sie im Feld **Conductivity** den bekannten Leitfähigkeitswert der Kalibrierlösung ein, z.B. 123,45 mS/cm. Geben Sie dann im Feld **Temperature** den zugehörigen Temperaturwert ein, bei dem diese Leitfähigkeit gilt, z.B. 25°C.
8. Klicken Sie auf **Execute**. Der zweite Kalibrierpunkt wird in Chromeleon zwischengespeichert.
9. Wählen Sie den Befehl **CondTwoPointCalibration** aus und klicken Sie auf **Execute**. Die neuen Kalibrierwerte werden berechnet und in der Messzelle gespeichert.

 **Hinweis:** Sie können die Messung und Eingabe der Kalibrierpunkte beliebig oft wiederholen, ohne die bestehende Kalibrierung zu verändern. Erst mit dem Befehl **CondTwoPointCalibration** werden die neuen Werte berechnet und gespeichert.

Fehler bei der Kalibrierung

Wenn die Kalibrierung mit einem Fehler abgebrochen wird, weicht die neu berechnete effektive Zellkonstante zu stark von der Nenn-Zellkonstante ab. Die neuen Werte werden in diesem Fall nicht gespeichert. Prüfen Sie, ob Sie den korrekten Leitfähigkeits-Wert für die Kalibrierlösung eingegeben haben. Reinigen Sie die Leitfähigkeits-Messzelle (→ Seite 58) und kalibrieren Sie erneut. Lesen Sie dazu auch Kapitel 5.3.3.

5.3.3 Überwachung der effektiven Zellkonstante

Die effektive Zellkonstante einer Leitfähigkeits-Messzelle beschreibt die Empfindlichkeit der Messzelle bei einem festgelegten Leitwert der Zelle und sollte auch nach einer erneuten Kalibrierung in etwa im Bereich der Nenn-Zellkonstante liegen.

In Chromeleon stehen daher Funktionen für die Überwachung der Abweichung dieses Wertes von der Nenn-Zellkonstante zur Verfügung, die dazu dienen, einen Fehler bei der Kalibrierung zu erkennen, so dass diese wiederholt werden kann. Im Idealfall sind effektive Zellkonstante und Nenn-Zellkonstante identisch, der Wert für die **CellDeviation** beträgt in diesem Fall 100%. Die Grenzwerte für die erlaubte Abweichung können Sie selber festlegen.

Fallen die berechneten Werte nach einer Kalibrierung der Leitfähigkeits-Messzelle in den festgelegten Warnbereich, so wird im Chromeleon Audit Trail eine Warnung ausgegeben. Fallen die Werte dagegen in einen Bereich oberhalb und unterhalb der festgelegten Grenzen, wird die Kalibrierung als ungültig betrachtet und nicht gespeichert.

 **Hinweis:** Die folgende Beschreibung bezieht sich auf das Dialogfenster **Commands**. Alle Grenzwerte können aber auch über das Steuerfenster für das PCM-3000 (Schaltfläche **Limits**) eingegeben werden (→ Seite 31).

So legen Sie Grenzwerte für die Abweichung der effektiven Zellkonstante fest

1. Öffnen Sie das Dialogfenster **Commands** und gehen Sie zu den Befehlen für das PCM-3000 (**UV_PCM**). Wählen Sie den Anzeigefilter **Expert**, falls erforderlich.
2. Geben Sie für den Parameter **CellDeviation** die gewünschten Werte ein und klicken Sie jeweils auf **Execute**.
3. **LowerWarning:** Untere Warngrenze für die Abweichung. Es erscheint eine Warnung im Chromeleon Audit Trail, wenn bei der Kalibrierung ein niedrigerer Wert erreicht wird. Dies deutet auf einen Kalibrierfehler oder eine Alterung bzw. Verschmutzung der Messzelle hin.

LowerLimit: Untergrenze für die Abweichung. Eine Kalibrierung schlägt fehl, wenn ein niedrigerer Wert erreicht wird. Dies deutet auf einen Kalibrierfehler oder eine Alterung bzw. Verschmutzung der Messzelle hin.

UpperWarning: Obere Warngrenze für die Abweichung. Es erscheint eine Warnung im Chromeleon Audit Trail, wenn bei der Kalibrierung ein höherer Wert erreicht wird. Dies deutet auf einen Kalibrierfehler hin.

UpperLimit: Obergrenze für die Abweichung. Eine Kalibrierung schlägt fehl, wenn ein höherer Wert erreicht wird. Dies deutet auf einen Kalibrierfehler hin.

5.4 Verringerung des Rauschens (Response Time)

Die Response Time ist ein Maß dafür, wie schnell das Gerät auf eine Signaländerung reagiert. Sie kann für pH-Signal und Leitfähigkeits-Signal separat und unabhängig von der Response Time des Detektorsignals gewählt werden.

In der Regel sollte die Response Time sehr klein gewählt oder ausgeschaltet sein. Sie können die Response Time erhöhen, um das Signal zu glätten, wenn starkes Rauschen auftritt. Bedenken Sie jedoch, dass dies auch zur Verzögerungen der pH- und Leitfähigkeitsmesswerte bei sich schnell ändernden Gradienten führt.

Die Änderung der Response Time erfolgt über das Dialogfenster **Commands** (→ Seite 30) oder bei automatischer Steuerung direkt im Programm. Wählen Sie die Parameter **pHResponseTime** für Response Time des Signals **pH**, und **CondResponseTime** für die Response Time des Signals **Cond**.

5.5 Ändern der Anzeige am Detektordisplay

Wenn ein pH- und Leitfähigkeitsmessgerät im Detektor installiert ist, werden die Werte für pH-Wert und Leitfähigkeit am Gerätedisplay anstelle des dritten und vierten UV-VIS-Kanals angezeigt. Sie können jederzeit zwischen dieser Ansicht und der Standardansicht mit vier Detektorkanälen umschalten.



Abb. 19: Anzeige des pH- und Leitfähigkeitswerts (hier DAD-3000RS)

Ändern der Anzeige am Detektordisplay

Für das Umschalten zwischen dem Anzeigemodus "Standard" und dem Anzeigemodus "pH/Cond" steht eine Funktionstaste auf dem Detektordisplay zur Verfügung. Weiße Punkte unterhalb des Displays markieren die Positionen der Funktionstasten.

1. Markieren 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. Je nachdem, welchen Anzeigemodus Sie gerade verwenden, erscheint auf der zweiten Funktionstaste "Standard" oder "pH/Cond".
2. Markieren Sie den weißen Punkt unterhalb der zweiten Funktionstaste, um zwischen den beiden Anzeigemodi hin- und herzuschalten.



Abb. 20: Funktionstasten (hier DAD-3000RS)

5.6 Außerbetriebnahme des Messgerätes

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

- Entnehmen Sie die pH-Elektrode aus der Messzelle oder aus dem Aufbewahrungsbehälter. Reinigen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 54). Füllen Sie die Original-Kappe mit einem Gemisch aus pH4-Puffer und Kaliumchlorid (100 g KCl auf 1 Liter pH4-Puffer basierend auf Kaliumhydrogenphthalat (KHP)) und setzen Sie sie wieder auf. Schützen Sie die pH-Elektrode für den Versand zusätzlich durch eine separate Verpackung innerhalb des Versandkartons.

Bei längerer Lagerung der pH-Elektrode wird eine Kühlung empfohlen, um die Lebensdauer zu verlängern. Die Elektrode darf jedoch nicht bei Temperaturen unterhalb von -11°C gelagert werden, da das Glas dadurch beschädigt werden kann.

- Spülen Sie die Messzellen von Puffern und Salzen frei. Sie können die Messzellen mit Hilfe des optional erhältlichen Spül- und Injektionskits (Best.-Nr. 6078.4200) spülen.
- Reinigen Sie die pH-Messzelle (→ Seite 56) und verschließen Sie diese mit der Dummy-Elektrode.
- Reinigen Sie die Messzellen und den Messzellenträger äußerlich von Flüssigkeitsresten.
- Versenden Sie das Gerät wenn möglich in der Originalverpackung. Informationen zur Garantieleistung entnehmen Sie bitte den zugehörigen Auftragsbedingungen.

5.7 Wartung und Wartungsintervalle

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

Folgende Wartungsarbeiten sollten Sie in regelmäßigen Intervallen durchführen, um die optimale Funktionsfähigkeit und maximale Verfügbarkeit Ihres Gerätes 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 und die Messzellen 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 an den Ablauf angeschlossen ist (→ Seite 23). Der Schlauch darf nicht abgeknickt sein und an keiner Stelle höher liegen als der Anschluss-Stutzen. Entleeren Sie den Abfallbehälter, wenn erforderlich.
Nach Bedarf	Reinigen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 54). Reinigen Sie die Leitfähigkeits-Messzelle (→ Seite 58). Tauschen Sie die pH-Elektrode aus (→ Seite 55).
Jährlich	Lassen Sie den Kundendienst eine regelmäßige Überprüfung auf Verschmutzung, Abnutzung, usw. in Abständen von circa 1 Jahr durchführen

 **Hinweis:** In Chromeleon stehen Funktionen für die Überwachung der pH-Elektrode zur Verfügung (→ Seite 37).

6 Fehlersuche

Wird während des Betriebs des pH- und Leitfähigkeitsmessgerätes ein Fehler erkannt, erscheint eine entsprechende Meldung im Chromeleon Audit Trail. Eine Beschreibung der Meldungen und entsprechender Abhilfemaßnahmen finden Sie im Kapitel 6.1.

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

6.1 Meldungen im Chromeleon Audit Trail

Die nachfolgende Tabelle listet die wichtigsten Meldungen auf, die beim Betrieb des pH- und Leitfähigkeitsmessgerätes auftreten können, und nennt mögliche Abhilfemaßnahmen. Zusätzlich zu den genannten Meldungen können noch weitere Meldungen erscheinen. Wenden Sie sich in diesem Fall bitte mit dem genauen Wortlaut der Meldung an den Thermo Fisher Scientific-Kundendienst für Dionex HPLC-Produkte.

Meldung	Abhilfe
Calibration points with pH value x.x and pH value x.x are not accepted. The pH values of the calibration points must have a difference of at least 1.	Der Fehler tritt während der Zweipunkt-Kalibrierung auf. Die verwendeten Puffer müssen einen Unterschied im pH-Wert von mind. 1 aufweisen.
Cannot change calibration point because the conductivity parameter is missing.	Der Fehler tritt während der Kalibrierung auf. Geben Sie den Leitfähigkeits-Wert der Lösung ein, um die Kalibrierung durchzuführen.
Cannot change calibration point because the pH value is missing.	Der Fehler tritt während der Kalibrierung auf. Geben Sie den pH-Wert des Puffers ein, um die Kalibrierung durchzuführen.
Cannot determine the pH value because of missing temperature.	Überprüfen Sie den Anschluss des pH-Temperatursensors (TEMP) an der Detektorrückseite (→ Abb. 6). Möglicherweise ist der Temperatursensor defekt – wenden Sie sich an den Kundendienst. Schalten Sie die Temperaturkompensation aus, wenn Sie trotzdem messen möchten (→ Seite 38).
Cannot determine the conductivity value because of missing temperature.	Überprüfen Sie den Anschluss der Leitfähigkeits-Messzelle (COND) an der Detektorrückseite (→ Abb. 6). Möglicherweise ist der Temperatursensor defekt – wenden Sie sich an den Kundendienst. Schalten Sie die Temperaturkompensation aus, wenn Sie trotzdem messen möchten (→ Seite 38).
Cannot execute one-point calibration because the pH value is missing.	Der Fehler tritt während der Einpunkt-Kalibrierung auf. Geben Sie den pH-Wert des Puffers ein, um die Kalibrierung durchzuführen.
Cell deviation xx % is above xx %. Please check the conductivity sensor.	Die Warnung erscheint während der Kalibrierung, wenn die Zellabweichung die festgelegte obere Warngrenze (CellDeviation.UpperWarning) überschreitet, siehe Seite 42.

Meldung	Abhilfe
Cell deviation xx % is below xxx %. Please check the conductivity sensor.	Die Warnung erscheint während der Kalibrierung, wenn die Zellabweichung die festgelegte untere Warngrenze (CellDeviation.LowerWarning) unterschreitet, siehe Seite 42.
Cell deviation xxx % must have a value between xx % and xxx %. Please check the conductivity sensor.	Der Fehler tritt während der Kalibrierung auf, wenn die Zellabweichung einen der festgelegten Grenzwerte (CellDeviation.UpperLimit oder CellDeviation.LowerLimit) über- bzw. unterschreitet, siehe Seite 42.
Conductivity flow cell not available. Please check the conductivity flow cell and conductivity flow cell connection.	Es ist keine Leitfähigkeits-Messzelle angeschlossen. Überprüfen Sie den Anschluss der Leitfähigkeits-Messzelle (COND) an der Detektorrückseite (→ Abb. 6).
Conductivity two-point calibration needs two calibration points with different conductivity values.	Der Fehler tritt während der Zweipunkt-Kalibrierung auf. Die verwendeten Kalibrierlösungen müssen eine mindestens um den Faktor zwei unterschiedliche Leitfähigkeit aufweisen.
Internal pH sensor calibration is not possible because the temperature cannot be measured.	Die neuen Kalibrierwerte können nicht berechnet werden, da kein Temperatursignal vorhanden ist. Überprüfen Sie den Anschluss des pH-Temperatursensors (TEMP) an der Detektorrückseite (→ Abb. 6). Möglicherweise ist der Temperatursensor defekt – wenden Sie sich an den Kundendienst. Führen Sie eine externe Kalibrierung durch (manuelle Eingabe der Temperatur).
Offset xxx mV is above xxx mV. Please check the pH sensor.	Die Warnung erscheint während der Kalibrierung, wenn der Offset die festgelegte obere Warngrenze (pHCalibOffset.UpperWarning) überschreitet, siehe Seite 37. Reinigen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 54). Ggf. muss die pH-Elektrode getauscht werden (→ S. 55).
Offset xxx mV is below xxx mV. Please check the pH sensor.	Die Warnung erscheint während der Kalibrierung, wenn der Offset die festgelegte untere Warngrenze (pHCalibOffset.LowerWarning) unterschreitet, siehe Seite 37. Reinigen Sie die pH-Elektrode (→ S. 54). Ggf. muss die pH-Elektrode getauscht werden (→ Seite 55).
Offset xxx mV must have a value between xxx mV and xxx mV. Please check the pH sensor.	Der Fehler tritt während der Kalibrierung auf, wenn der Offset einen der festgelegten Grenzwerte (pHCalibOffset.UpperLimit oder pHCalibOffset.LowerLimit) über- bzw. unterschreitet, siehe Seite 37. Reinigen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 54). Ggf. muss die pH-Elektrode getauscht werden (→ Seite 55).
One-point calibration must not use a pH value 7.	Der Fehler tritt während der Einpunkt-Kalibrierung auf. Der pH-Wert des Puffers darf nicht 7 sein (empfohlen: < pH 6 o. > pH 8).
PCM-3000 board defective.	Prüfen Sie, dass die Erweiterungskarte korrekt installiert wurde. Ggf. ist diese defekt. Wenden Sie sich an den Kundendienst.
PCM-3000 configured, but not present. Please check configuration using the Server Configuration program.	In der Chromeleon Serverkonfiguration wurde ein PCM-3000 konfiguriert, obwohl keines installiert ist. Korrigieren Sie die Konfiguration (→ Seite 21).
PCM-3000 board not available.	Prüfen Sie, dass die Erweiterungskarte korrekt sitzt und angeschraubt wurde.

Meldung	Abhilfe
PCM-3000 not configured, but present. Please check configuration using the Server Configuration program.	In der Chromeleon Serverkonfiguration wurde kein PCM-3000 konfiguriert, obwohl eines installiert ist. Korrigieren Sie die Konfiguration (→ Seite 21).
pH flow cell not available. Please check the pH flow cell and pH flow cell connection.	Es ist keine pH-Messzelle angeschlossen. Überprüfen Sie den Anschluss des pH-Temperatursensors (TEMP) an der Detektorrückseite (→ Abb. 6). Chromeleon benötigt die pH-Messzelle zum Abspeichern der Kalibrierwerte.
pH sensor provides an overloaded signal. Please check the pH sensor connection and the pH sensor.	Überprüfen Sie den BNC-Anschluss der pH-Elektrode an der Detektorrückseite (→ Abb. 6).
Slope must have a value between xx % and xxx %. Please check the pH sensor.	Der Fehler tritt während der Kalibrierung auf, wenn die Steilheit einen der festgelegten Grenzwerte (pHCalibSlope.UpperLimit oder pHCalibSlope.LowerLimit) über- bzw. unterschreitet, siehe S. 37. Reinigen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 54). Ggf. muss die pH-Elektrode getauscht werden (→ Seite 55).
Slope xx % is above xx %. Please check the pH sensor.	Die Warnung erscheint während der Kalibrierung, wenn die Steilheit die festgelegte obere Warngrenze (pHCalibSlope.UpperWarning) überschreitet, siehe Seite 37. Prüfen Sie, ob Sie den korrekten pH-Wert für die Puffer eingegeben haben. Verwenden Sie ausschließlich die mitgelieferte pH-Elektrode.
Slope xx % is below xx %. Please check the pH sensor.	Die Warnung erscheint während der Kalibrierung, wenn die Steilheit die festgelegte untere Warngrenze (pHCalibSlope.LowerWarning) unterschreitet, siehe Seite 37. Prüfen Sie, ob Sie den korrekten pH-Wert für die Puffer eingegeben haben. Reinigen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 54). Ggf. muss die pH-Elektrode getauscht werden (→ Seite 55).
Temperature unit of the pH flow cell is not connected.	Überprüfen Sie den Anschluss des pH-Temperatursensors (TEMP) an der Detektorrückseite (→ Abb. 6). Schalten Sie die Temperaturkompensation aus, wenn Sie trotzdem messen möchten (→ Seite 38).
Temperature unit of the conductivity flow cell is not connected.	Überprüfen Sie den Anschluss der Leitfähigkeits-Messzelle an der Detektorrückseite (COND) (→ Abb. 6).
The conductivity calibration needs the nominal conductivity and the related temperature.	Der Fehler tritt während der Kalibrierung auf, wenn einer der beiden Werte (bekannte Leitfähigkeit der Kalibrierlösung oder zugehöriger Temperaturwert) nicht eingegeben wurde. Stellen Sie sicher, dass beide Felder befüllt wurden.
The conductivity of calibration points must differ at least by factor 2.	Der Fehler tritt während der Kalibrierung auf, wenn sich die Leitfähigkeit der beiden Kalibrierlösungen nicht mindestens um den Faktor 2 unterscheidet.
The acquisition is stopped because the connection to pH flow cell is lost.	Überprüfen Sie den Anschluss des pH-Temperatursensors (TEMP) an der Detektorrückseite (→ Abb. 6). Starten Sie die Datenaufnahme nach Beheben des Fehlers erneut.

6.2 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
Probleme bei der Steuerung unter Chromeleon.	Es besteht keine Verbindung zum Chromeleon-Rechner. Die USB-Schnittstelle am Rechner ist nicht betriebsbereit. Die Kabel der Sensoren sind nicht korrekt verbunden.	Überprüfen Sie das USB-Kabel und die Verbindung vom Detektor zum Rechner. Überprüfen Sie die USB-Schnittstelle am Rechner. Sie muss bei Verwendung eines MWD oder DAD den Standard USB 2.0 erfüllen. Prüfen Sie, dass die Kabel korrekt am Detektor angeschlossen sind.
Keine Änderung im pH-Wert	Die pH-Elektrode ist defekt.	Tauschen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 55).
Messgerät spricht nur träge auf Änderungen am pH-Wert an.	Die pH-Elektrode ist verschmutzt.	Reinigen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 54). Tauschen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 55).
pH-Wert nicht korrekt oder instabil	Das Kabel der pH-Elektrode ist nicht korrekt verbunden. Die pH-Elektrode ist nicht richtig bzw. nicht im Messbereich kalibriert. Die pH-Elektrode ist verschmutzt. Bei organischen Lösungsmitteln wie Ethanol, Methanol oder Acetonitril ist keine stabile Messung des pH-Werts möglich. Luftblasen in der pH-Messzelle (z.B. bei Verwendung des Spül-/Injektionskits). Die Elektrode sitzt nicht richtig.	Prüfen Sie, dass das Kabel korrekt am Detektor angeschlossen ist. Kalibrieren Sie die pH-Elektrode (→ Seite 34). Achten Sie auf stabile Temperaturwerte. Wählen Sie die Pufferlösung(en) in einem Bereich, in dem normalerweise Ihre Messungen liegen. Reinigen Sie die pH-Elektrode (→ Seite 54). Verwenden Sie keine organischen Lösungsmittel, wenn Sie den pH-Wert messen möchten. Deaktivieren Sie ggf. das Messsignal der pH-Elektrode. Lassen Sie Luft entweichen, indem Sie die Überwurfmutter kurz lösen. Prüfen Sie, dass die Elektrode korrekt sitzt und die Überwurfmutter handfest zugeschraubt ist.

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Falscher Leitfähigkeitswert	Die Messzelle ist nicht korrekt kalibriert.	Kalibrieren Sie die Leitfähigkeits-Messzelle (→ Seite 40). Achten Sie dabei auf eine korrekt eingestellte Kalibrierlösung.
Leitfähigkeits-Wert nicht korrekt oder instabil	In der Pumpe treten Druck oder Fluss-Schwankungen auf. Es wurden Stahlkapillaren verwendet. Die Messzelle wurde nicht im Messbereich kalibriert. Das Kabel der Leitfähigkeits-Messzelle ist nicht korrekt verbunden. Die Leitfähigkeits-Messzelle ist verschmutzt. Die Messung unterliegt Temperaturschwankungen.	Entlüften und überprüfen Sie die Pumpe (→ <i>Pumpenhandbuch</i>). Prüfen Sie, dass nur PEEK-Kapillaren verwendet wurden. Wählen Sie die Kalibrierlösung(en) in einem Bereich, in dem normalerweise Ihre Messungen liegen. Prüfen Sie, dass das Kabel korrekt am Detektor angeschlossen ist. Reinigen Sie die Messzelle (→ Seite 58). Prüfen Sie, ob die Temperaturkompensation eingeschaltet ist und der korrekte Temperaturkoeffizient verwendet wird (→ Seite 38).
Leitfähigkeitsmessung nimmt bei gleichem Lösungsmittel mit der Zeit zu oder ab.	Die Leitfähigkeits-Messzelle ist verschmutzt. Die Messung unterliegt Temperaturschwankungen.	Reinigen Sie die Messzelle (→ Seite 58). Prüfen Sie, ob die Temperaturkompensation eingeschaltet ist und der korrekte Temperaturkoeffizient verwendet wird (→ Seite 38).
Basisliniendrift oder Rauschen im Leitfähigkeitssignal	In der Pumpe treten Druck oder Fluss-Schwankungen auf. Luftblasen in der Leitfähigkeits-Messzelle Die Leitfähigkeits-Messzelle ist verschmutzt. Die verwendeten Eluenten sind verunreinigt oder nicht homogen.	Entlüften und überprüfen Sie die Pumpe (→ <i>Pumpenhandbuch</i>). Überprüfen Sie die Verbindungen auf Dichtigkeit. Entgasen Sie die mobile Phase und/oder installieren Sie einen Restriktor am Ausgang der Leitfähigkeits-Messzelle Reinigen Sie die Messzelle (→ Seite 58). 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

Störung	Mögliche Ursache	Abhilfe
Basisliniendrift oder Rauschen im Leitfähigkeitssignal (Fortsetzung)	Die Trennsäule ist verschmutzt. Die Response Time wurde zu gering gewählt.	Spülen oder ersetzen Sie die Säule. Wählen Sie eine höhere Response Time (→ Seite 43).
Geisterpeaks im Leitfähigkeitssignal	Lösung enthält geladene Probe, z.B. ein Protein.	Durch Wahl einer entsprechend hohen Response Time können Peaks im Leitfähigkeitssignal reduziert werden (→ Seite 43).
Negative Peaks im Leitfähigkeitssignal	Luftblasen in der Leitfähigkeits-Messzelle	Überprüfen Sie die Verbindungen auf Dichtigkeit. Entgasen Sie die mobile Phase und/oder installieren Sie einen Restriktor am Ausgang der Leitfähigkeits-Messzelle.

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.

Für alle Service-Arbeiten muss zunächst die Haube vom Messzellenträger abgenommen werden. Zum Schutz der Komponenten sollte diese anschließend wieder aufgesetzt 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 Verbindungen und Empfehlungen für konkrete Gefahrensituationen entnehmen Sie bitte dem Sicherheitsdatenblatt der Substanzen, mit denen Sie umgehen. Beachten Sie die Richtlinien der Guten Laborpraxis (GLP).

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

- Beachten Sie bei allen Wartungs- und Reparaturarbeiten die in dieser Anleitung angegebenen Sicherheitshinweise.
- Verwenden Sie ausschließlich die von Thermo Fisher Scientific für das Gerät autorisierten Original-Ersatz und Zubehörteile.
- Falls das Messgerät zur Reparatur zurückgeschickt werden muss, wenden Sie sich bitte zunächst an den Thermo Fisher Scientific Kundendienst für Dionex HPLC-Produkte. Für die Rücksendung ist eine RMA- (Return Material Authorization) Nummer erforderlich. Der Transport des Messgerätes darf nur in der Originalverpackung erfolgen.

Hinweise zur Außerbetriebnahme des Messgerätes erhalten Sie auf Seite 45.

7.2 pH-Elektrode

7.2.1 Reinigen der pH-Elektrode

Ablagerungen von Eluenten- oder Probenbestandteilen an der pH-Elektrode können zu falschen Messergebnissen und einer reduzierten Steilheit der Kalibrierkurve führen.

Tauchen Sie die pH-Elektrode zur Reinigung für einige Minuten in ein Gefäß mit 5-10-%iger Salzsäure (HCl). Reinigen Sie die pH-Elektrode anschließend mit Wasser.

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

 **Hinweis:** Versuchen Sie niemals, die pH-Elektrode mechanisch mit Scheuermittel, Bürste o.Ä. zu reinigen.

Konnte durch Reinigen der pH-Elektrode kein Erfolg erzielt werden, sollte diese ausgetauscht werden.

7.2.2 Rekonditionieren der pH-Elektrode

Bei Alterung der pH-Elektrode kann eine Rekonditionierung helfen. Die hierfür verwendeten Substanzen sind ätzend und zum Teil sehr giftig. Wir empfehlen deshalb den Austausch der Elektrode statt einer Rekonditionierung.

Im Folgenden werden unterschiedliche chemische Behandlungen aufgeführt. Führen Sie die zuerst genannte Behandlung aus und prüfen Sie anschließend, ob sich die Messleistung verbessert hat. Führen Sie erst dann die weiteren Behandlungen durch. Beachten Sie, dass diese das Glas der pH-Elektrode angreifen können. Gegebenenfalls kann sich die Messleistung durch die Behandlung auch verschlechtern. Ist keine Verbesserung eingetreten, muss die pH-Elektrode ausgetauscht werden.

 **Warnung:** Um Verletzungen an Augen und Haut zu vermeiden, sollten Sie beim Umgang mit den genannten Substanzen stets geeignete Schutzkleidung und eine geeignete Schutzbrille tragen.

 **Warnung:** Ammoniumhydrogenfluorid und Flusssäure sind ätzende und sehr giftige Substanzen und dürfen nur von qualifizierten Fachkräften verwendet werden. Beachten Sie unbedingt das Sicherheitsdatenblatt des Herstellers. Bei Kontakt oder Inhalation sofort Arzt konsultieren.

- Tauchen Sie die Spitze der Elektrode 15 Sekunden lang in 0,1 molare Salzsäure (HCl), spülen Sie diese mit Wasser ab, und tauchen Sie die Elektrode anschließend 15 Sekunden lang in 0,1 molare Natronlauge (NaOH). Spülen Sie die Elektrode erneut mit Wasser. Wiederholen Sie den Vorgang drei Mal.

- Tauchen Sie die Spitze der Elektrode 2-3 Minuten lang in eine 20%-ige Lösung aus Ammoniumhydrogenfluorid ((NH₄)HF₂) und spülen Sie die Elektrode anschließend mit Wasser.
- Tauchen Sie die Spitze der Elektrode 10-15 Sekunden lang in 5%-ige Flußsäure (HF), und spülen Sie sie anschließend gründlich mit Wasser ab. Spülen Sie die Elektrode kurz in 5 molarer Salzsäure (HCl), und spülen Sie sie erneut gründlich mit Wasser ab.

7.2.3 Tauschen der pH-Elektrode

Best.-Nr.	Beschreibung
6082.2020	pH-Elektrode für PCM-3000 inkl. O-Ringe für pH-Messzelle

Wenn die pH-Elektrode nicht oder nur langsam auf pH-Änderungen anspricht oder eine reduzierte Steilheit der Kalibrierkurve festgestellt wird, deutet dies auf eine Alterung der Elektrode hin. Wenn eine Reinigung keine Verbesserung bringt, muss diese ausgetauscht werden. Beachten Sie die allgemeinen Hinweise zur pH-Elektrode (→ Seite 26).

1. Entfernen Sie den Stecker für das Kabel der pH-Elektrode (BNC-Stecker) von der BNC-Anschlussbuchse auf der Detektorrückseite.
2. Lösen Sie die Überwurfmutter der eingebauten pH-Elektrode und entfernen Sie die Elektrode aus der Messzelle.
3. Prüfen Sie, dass sich keine Salzablagerungen in der Messzelle befinden und reinigen Sie diese ggf. (→ Seite 56) bevor Sie die neue Elektrode einsetzen, da diese sonst beschädigt werden kann.
4. Nehmen Sie die neue pH-Elektrode aus Ihrer Verpackung und entfernen Sie vorsichtig die mit Flüssigkeit gefüllte Kappe. Prüfen Sie die Elektrode auf Beschädigungen.
5. Nehmen Sie die Überwurfmutter und ziehen Sie das Kabel der pH-Elektrode durch die Überwurfmutter wie in Abb. 10 (→ Seite 20) gezeigt.
6. Prüfen Sie, dass sich die O-Ringe in der pH-Messzelle (→ Abb. 18, Seite 34) nicht gelöst haben und drücken Sie diese ggf. (mit Handschuhen) wieder in die vorgesehenen Nuten. (Ein Satz passender O-Ringe liegt der neuen pH-Elektrode bei.)
7. Setzen Sie die neue pH-Elektrode in die pH-Messzelle ein und drehen Sie die Überwurfmutter handfest zu. Die Mutter und die Elektrode müssen fest sitzen.
8. Verbinden Sie den Stecker für das Kabel der neuen pH-Elektrode mit der BNC-Anschlussbuchse der PCM-3000-Einschubkarte auf der Detektorrückseite. Der Stecker weist einen Schlitz auf, der den kleinen Stift an der Steckerbuchse aufnimmt. Drehen Sie den Stecker im Uhrzeigersinn, bis er einrastet.
9. Kalibrieren Sie die pH-Elektrode (→ Seite 34)

7.3 pH-Messzelle

7.3.1 Reinigen der pH-Messzelle

Ablagerungen von Eluenten- oder Probenbestandteilen an den Wänden der Messzellen können u.a. zu erhöhtem Rauschen, erhöhtem Rückdruck oder fehlerhaften Messergebnissen führen. Durch eine Reinigung können Ablagerungen entfernt werden. Beachten Sie die allgemeine Hinweise zur pH-Messzelle (→ Seite 26).

 **Hinweise:** Versuchen Sie niemals, die Messzelle mechanisch mit Scheuermittel, Bürste o.Ä zu reinigen. Verwenden Sie ggf. ein weiches, fusselfreies Tuch. Sie können die Messzelle im HPLC-System oder mit Hilfe des optional erhältlichen Spül- und Injektionskits (Best.-Nr. 6078.4200) spülen.

Führen Sie die folgenden Schritte durch:

1. Schalten Sie den Detektor über den Netzstecker auf der Geräterückseite aus.
2. Entfernen Sie die pH-Elektrode aus der Messzelle und installieren Sie die Dummy-Elektrode in der pH-Messzelle.
3. Spülen Sie die Messzelle mit deionisiertem Wasser. Füllen Sie die Messzelle nach Bedarf mit 1-molarer Natronlauge (NaOH) und lassen Sie diese ca. 30 Minuten lang wirken.



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

4. Spülen Sie die Messzelle mit einer Pufferlösung.

Sollte das Spülen nicht zum Erfolg führen, sollte die pH-Messzelle extern gereinigt werden:

1. Entfernen Sie die Kapillaren am Eingang und Ausgang der Messzelle.
2. Entnehmen Sie die pH-Messzelle aus der Halterung.
3. Tauchen Sie die pH-Messzelle zu ca. zwei Drittel in eine geeignete Reinigungslösung (z.B. erwärmtes HPLC-Wasser). Der Kabelansatz sollte nicht mit eingetaucht werden.
4. Tauschen Sie die Messzelle aus (→ Seite 57), wenn sich das Problem nicht durch Reinigen beheben lässt.

7.3.2 Tauschen der pH-Messzelle

Best.-Nr.	Beschreibung
6082.2030	pH-Messzelle für PCM-3000, 28 µL, PEEK

Beachten Sie die allgemeine Hinweise zur pH-Messzelle (→ Seite 26). Zum Aus- und Einbau der Messzelle wird kein Werkzeug benötigt.

i Hinweise: Die pH-Messzelle ist symmetrisch, beim Anschluss der Kapillaren muss jedoch stets die Eingangskapillare unten und die Ausgangskapillare oben angeschlossen werden. Dadurch kann evtl. in die Messzelle eingetretene Luft wieder entweichen. Diese Anschlüsse dürfen nicht vertauscht werden.
Achten Sie beim Tausch der Messzelle darauf, dass kein Staub und keine Verunreinigungen in die offenen Kapillaranschlüsse eindringen.

1. Entfernen Sie die pH-Elektrode bzw. Dummy-Elektrode aus der Messzelle.
2. Entfernen Sie die Kapillaren am Eingang und Ausgang der Messzelle.
3. Drehen Sie die Zugentlastung über den Kabelführungen zur Seite, so dass Sie das Temperatursensor-Kabel der pH-Messzelle aus der Führung lösen können (→ Abb. 11 rechts). Trennen Sie den Stecker für das Temperatursensor-Kabel von der Anschlussbuchse TEMP auf der Detektorrückseite (→ Abb. 6, Seite 17).
4. Entnehmen Sie die pH-Messzelle aus der Halterung.
5. Setzen Sie die neue pH-Messzelle in die Halterung ein, bis sie leicht einrastet. Dazu muss die Messzelle korrekt ausgerichtet sein (Kapillaranschlüsse zeigen nach oben bzw. unten).
6. Lösen Sie an der neuen pH-Messzelle die Überwurfmutter und entfernen Sie die Dummy-Elektrode aus der Messzelle. Prüfen Sie, dass sich die O-Ringe (→ Abb. 18, Seite 34) nicht gelöst haben und drücken Sie diese ggf. (mit Handschuhen) wieder in die vorgesehenen Nuten. (Ein Satz passender O-Ringe ist unter Best-Nr. 6082.2035 erhältlich.)
7. Prüfen Sie, dass sich keine Staubpartikel in der neuen pH-Messzelle befinden und reinigen Sie diese ggf. (→ Seite 56).
8. Führen Sie das Temperatursensor-Kabel unter der Messzellenhalterung durch und anschließend durch die vorgesehene Führung und drehen Sie die Zugentlastung wieder in die geschlossene Position (→ Abb. 11 links, Seite 20). Verbinden Sie dann den Stecker mit der Anschlussbuchse TEMP der PCM-3000-Einschubkarte auf der Detektorrückseite, so dass der Pfeil oben auf dem Stecker zu sehen ist.
9. Schließen Sie die Eingangskapillare an den unteren Anschluss der Messzelle an.
10. Schließen Sie die Ausgangskapillare an den oberen Anschluss der Messzelle an.
11. Setzen Sie die pH-Elektrode ein und kalibrieren Sie die pH-Elektrode (→ Seite 34).

7.4 Leitfähigkeits-Messzelle

7.4.1 Reinigen der Leitfähigkeits-Messzelle

Ablagerungen von Eluenten- oder Probenbestandteilen an den Wänden der Messzelle können eine veränderte Empfindlichkeit, verschobene Basislinie, schlechte Linearität, instabile Messungen sowie ein erhöhtes Rauschen bewirken. Durch eine Reinigung können Ablagerungen entfernt werden. Beachten Sie die allgemeine Hinweise zur Leitfähigkeits-Messzelle (→ Seite 27).

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

Führen Sie die folgenden Schritte durch:

1. Füllen Sie die Messzelle nach Bedarf mit 1-molarer Natronlauge (NaOH) und lassen Sie diese ca. 30 Minuten lang wirken.

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

2. Spülen Sie die Messzelle mit deionisiertem Wasser (ca. 100 mL).
3. Kalibrieren Sie die Leitfähigkeits-Messzelle (→ Seite 40).

Nach der Reinigung muss die Leitfähigkeits-Messzelle unter Umständen in kürzeren Abständen kalibriert werden.

Wenn die Messzelle verstopft ist, können Sie mit einer dünnen Nadel versuchen, die Verstopfung zu lösen.

Tauschen Sie die Messzelle aus (→ Seite 59), wenn sich das Problem nicht durch Reinigen beheben lässt.

7.4.2 Tauschen der Leitfähigkeits-Messzelle

Best.-Nr.	Beschreibung
6082.2060	Leitfähigkeits-Messzelle für PCM-3000, 21 µL, Titan

Beachten Sie die allgemeine Hinweise zur Leitfähigkeits-Messzelle (→ Seite 27).

i Hinweis: Beim Anschluss der Kapillaren muss stets die Eingangskapillare von unten, die Ausgangskapillare von oben angeschlossen werden. Diese Anschlüsse dürfen nicht vertauscht werden.

Achten Sie beim Tausch der Messzelle darauf, dass kein Staub und keine Verunreinigungen in die offenen Kapillaranschlüsse eindringen.

1. Entfernen Sie die Kapillaren am Eingang und Ausgang der Messzelle.
2. Lösen Sie die Schraube der Kabelschelle (→ Abb. 21), die das Messzellenkabel führt, mit einem Schraubendreher (TX10, im Zubehör enthalten).

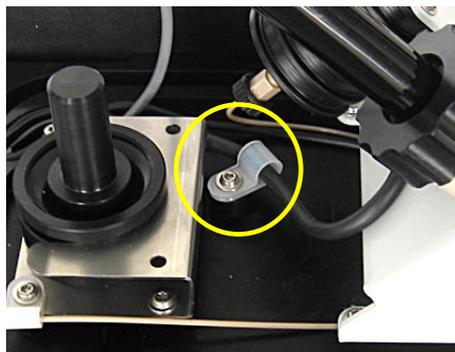


Abb. 21: Kabelschelle für Leitfähigkeits-Messzelle abschrauben

3. Drehen Sie die Zugentlastung über den Kabelführungen zur Seite, so dass Sie das Anschlusskabel der Leitfähigkeits-Messzelle aus der Führung lösen können (→ Abb. 11 rechts, Seite 20). Trennen Sie den Stecker für das Kabel von der Anschlussbuchse COND auf der Detektorrückseite (→ Abb. 6, Seite 17).
4. Lösen Sie die beiden Schrauben zur Befestigung der Messzelle an der Halterung mit einem Schraubendreher (TX10, im Zubehör enthalten) und entnehmen Sie die Messzelle aus der Halterung (→ Abb. 22).

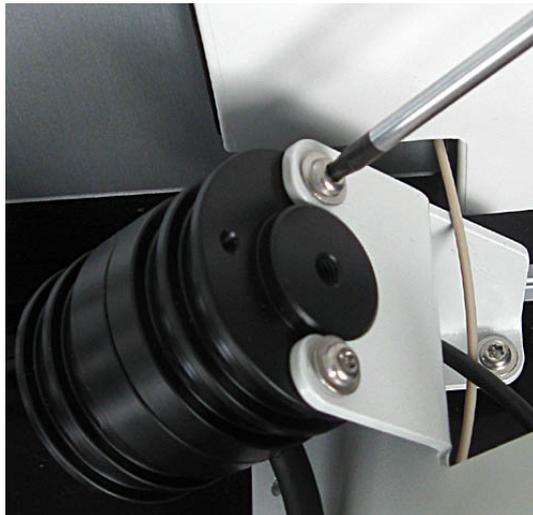


Abb. 22: Leitfähigkeits-Messzelle abschrauben

5. Setzen Sie die neue Leitfähigkeitsmesszelle so in die Halterung ein, dass die Seite mit den vier Schrauben nach unten zeigt. Halten Sie die Messzelle fest und befestigen Sie die Messzelle mit Hilfe der beiden Schrauben an der Halterung.
6. Führen Sie das Kabel der neuen Messzelle durch die Kabelschelle und befestigen Sie diese wieder wie in Abb. 21 gezeigt am Messzellenträger. Führen Sie das Kabel anschließend durch die Kabelführung und drehen Sie die Zugentlastung wieder in die vorgesehene Position (→ Abb. 11 links, Seite 20).
7. Verbinden Sie den Stecker für das Anschlusskabel mit der Anschlussbuchse COND der PCM-3000-Einschubkarte auf der Detektorrückseite, so dass der Pfeil oben auf dem Stecker zu sehen ist.
8. Schließen Sie die Eingangskapillare an den unteren Anschluss der Messzelle an.
9. Schließen Sie die Ausgangskapillare an den oberen Anschluss der Messzelle an.

Es wird empfohlen, die Leitfähigkeits-Messzelle zu kalibrieren (→ Seite 40).

8 Technische Daten

Allgemeine technische Daten

Datenaufnahmerate:	10 Hz
Steuerung:	Alle Parameter und Funktionen sind software-gesteuert
GLP:	In Chromeleon: Alle Systemparameter werden im Audit Trail protokolliert.
Leistungsaufnahme:	5 V DC, max. 1,5 W (intern über DAD/MWD/VWD)
Umgebungsbedingungen:	Verwendungsbereich: Innenraum Temperaturbereich: 10 °C bis 35 °C Luftfeuchtigkeit: 80% relative Feuchte, nicht kondensierend Überspannungskategorie: II Verschmutzungsgrad: 2
Abmessungen (h × b × t):	18 x 14 x 29 cm (bei separater Aufstellung) 18 x 11 x 22 cm (an Detektor montiert)
Gewicht:	Circa 1,5 kg

pH

Messbereich:	pH 0 – 14 (Spezifikationen gelten von pH 2-12)
Genauigkeit:	± 0,1 pH in einem Bereich von +20 bis +30°C ± 0,35 pH in einem Bereich von +30 bis +40°C
Drift:	Max. Abweichung 0,1 pH/10 Std.
Messzelle / pH Elektrode:	Zellenvolumen: 28 µL medienberührende Materialien: PEEK, Epoxy, Glas, HDPE, EPDM max. Flussrate: 100 mL/min druckfest bis 0,7 MPa (7 bar) Temperaturbereich: +4 bis +50°C (Flüssigkeit) Identifizierung des Messzellentyps und der Seriennummer sowie Speicherung der Kalibrierdaten über einen in der Messzelle eingebauten Chip.
Temperaturkompensation:	Ja, automatisch über Chromeleon

Leitfähigkeit

Messbereich:	1 μ S/cm bis 1 S/cm
Messzelle:	Zellkonstante: 50 /cm (\pm 20 /cm) Zellenvolumen: 21 μ L (Fitting zu Fitting, aktives Volumen 2 μ L) medienberührende Materialien: PEEK, Titan max. Flussrate: 100 mL/min druckfest bis 5 MPa (50 bar) Temperaturbereich: +4°C bis +50°C (Flüssigkeit) Identifizierung des Messzellentyps und der Seriennummer sowie Speicherung der Kalibrierdaten über einen in der Messzelle eingebauten Chip.
Genauigkeit:	\pm 2% des Kalibrationsbereichs bei Vollausschlag im Bereich 1 μ S/cm- 100mS/cm mit Einpunkt-Kalibrierung, \pm 2% des Kalibrationsbereichs bei Vollausschlag im Bereich 1 μ S/cm- 200mS/cm mit Zweipunkt-Kalibrierung, oder \pm 10 μ S/cm (je nachdem, welcher Wert größer ist) (KCL in HPLC-Wasser, 1 mL/min, 25°C)
Temperaturkompensation:	Ja, automatisch über Chromeleon

Technische Daten: Oktober 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 vollkompatible Teile geliefert werden. Die Bestellnummer bezieht sich immer auf die jeweilige Verpackungseinheit. Fragen hierzu beantwortet Ihnen gern die Thermo Fisher Scientific-Vertriebsorganisation für Dionex HPLC-Produkte.

9.1 Standardzubehör

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

Bezeichnung	Best.-Nr.	Menge im Zubehör
Zubehör für PCM-3000, mit:		
Wellschlauch (11,4 mm AD x 8,4 mm ID)	Enthalten in 6040.0005 (Systemdrainage-Kit)	1,5 m
Silikonschlauch (2,80 mm AD x 1,30 mm ID)	6007.9100	1,5 m
Torx [®] -Schraube	-	2
Torx-Winkelschlüssel, Größe TX20	Enthalten in 6040.0010	1
Torx-Winkelschlüssel, Größe TX10	Enthalten in 6040.0010	1
Überwurfmutter pH-Messzelle	6082.2043	1

9.2 Optionales Zubehör

Beschreibung	Best.-Nr.	Bemerkung
Menüstift	6300.0100	
Spül-/Injektionskit mit Spritze für Messzellen	6078.4200	Enthält Spritze und Kapillaren zum direkten Injizieren in eine Messzelle.

9.3 Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien

Bezeichnung	Best.-Nr.
Aufbewahrungsbehälter pH-Elektrode	6082.2050
Dummy-Elektrode für PCM-3000	6082.2042
Kapillare (PEEK, 1/16" x 0,25 mm AD x ID, 1m)	6251.6001
Kapillare (PEEK, 1/16" x 0,75 mm AD x ID, 1 m)	2251.6003
Leitfähigkeits-Messzelle für PCM-3000, 21 µL, Titan	6082.2060
O-Ringe für pH-Messzelle	6082.2035
pH-Elektrode für PCM-3000 inkl. O-Ringe für pH-Messzelle Hinweis: begrenzte Lagerfähigkeit	6082.2020
pH-Messzelle für PCM-3000, 28 µL, PEEK	6082.2030
RheFlex [®] -Fittinge (Peek, 1/16", finger-tight), 10 Stck	6000.0012
Silikonschlauch (2,80 mm AD x 1,30 mm ID)	6007.9100
Spül-/Injektionskit für Messzellen	6078.4200
Systemdrainage-Kit für UltiMate 3000 Systeme	6040.0005
Torx-Winkelschlüssel Kit TX10 und TX20	6040.0010
Überwurfmutter pH-Messzelle	6082.2034

10 Anhang: Temperaturkoeffizienten gebräuchlicher Lösungsmittel

Die Temperaturabhängigkeit der Leitfähigkeit (Temperaturkoeffizient) hängt von der jeweiligen Lösung ab. Ein Wert von 2%/°C liefert für die meisten üblichen Pufferlösungen gute Ergebnisse, wenn Sie den genauen Wert für Ihre Lösung nicht kennen (→ Seite 38).

Tabelle 1 zeigt die Temperaturkoeffizienten verschiedener Lösungsmittel über den angegebenen Temperaturbereich.

Lösungsmittel	Temperaturkoeffizient in %/°C	Temperaturbereich	Referenztemperatur
NaCl 1 mol/L	2,01	18-25°C	25°C
KCl 0,001 mol/L	1,94	18-25°C	25°C
KCl 0,01 mol/L	1,90	18-25°C	25°C
KCl 0,1 mol/L	1,87	18-25°C	25°C
KCl 1 mol/L	1,74	18-25°C	25°C

Tabelle 1: Temperaturkoeffizienten gebräuchlicher Lösungsmitteln in %/°C

11 Index

A	
Ablauf	24
Anschlüsse (Elektrik)	17
Anschlüsse (Fluidik)	12, 24
Anzeige	44
Chromeleon	33
Detektordisplay	44
Aufbewahrungsbehälter	19
Auspacken	15
Außerbetriebnahme	45
B	
Bedienungsanleitung	1
Betrieb	29
Chromeleon	29
Hinweise	26
Leitfähigkeits-Messung	38
pH-Messung	33
Sicherheitsmaßnahmen	3
Wartung	46
C	
Cell Deviation	42
Chromeleon	29
Chromeleon 7	13
Daten ansehen	33
Dialogfenster Commands	30
Installationsprogramm	21
Lizenz	29
Server Configuration Program	21
Steuerung automatisch	32
Steuerung direkt	29
Voraussetzungen	13
Commands (Dialogfenster)	30
D	
DCMSLink	21
Detektordisplay	44
Dialogfenster Commands	30
Displayanzeige	44
Drainage	24
E	
Einpunktkalibrierung	
Leitfähigkeit	40
pH	36
F	
Ersatzteile	64
Erweiterungskarte	16
externe Kalibrierung	34
G	
Gerätebeschreibung	10
Fluidik	12
Kurzbeschreibung	9
Leitfähigkeits-Messzelle	12
pH-Messzelle	11
Gerätekonfiguration	10
H	
I	
Inbetriebnahme	23
Installation	15
Anschlüsse	17
Auspacken	15
Erweiterungskarte	16
in DCMSLink	21
Messzellenträger	17
pH-Elektrode	19
Standort	15
unter Chromeleon	21
J	
K	
Kalibrieren	
Leitfähigkeits-Messzelle	40
pH-Elektrode	34
Kurzbeschreibung	9
L	
Leitfähigkeits-Messzelle	12
Beschreibung	12
Hinweise	27
Kalibrieren	40
Reinigen	58
Tauschen	59
Zellkonstante	42
Leitfähigkeitswert	38
Fehlersuche	50
Referenztemperatur	39

Temperaturkoeffizient.....	39, 65	pH-Elektrode	54
Temperaturkompensation.....	38	pH-Messzelle	56
Lieferumfang	10	Sicherheitsmaßnahmen	53
M		Sicherheit.....	3
Meldungen	47	Sicherheitsmaßnahmen.....	3
Mobile Phasen	26	Slope.....	37
N		Spezifikation.....	61
Nullpunktversatz.....	37	Leitfähigkeit	62
O		pH	61
Offset	37	Steilheit	37
P		Steufenfenster.....	31
Panel Tabset.....	31	Steuerung.....	13
pH-Elektrode	11	Automatisch.....	32
Alterung	37	Chromeleon	29
Einsetzen	19, 33	Direkt.....	29
Hinweise	27	Störungen	50
Kalibrieren	34	Symbole.....	3
Reinigen.....	54	T	
Rekonditionieren.....	54	Technische Daten	61
Tauschen	55	Temperaturkoeffizient	65
pH-Messzelle	11	Temperaturkompensation	
Beschreibung	11	Leitfähigkeit	38
Elektrode einsetzen	33	pH	38
Hinweise	26	V	
Reinigen.....	56	Verbrauchsmaterialien.....	64
Tauschen	57	Verwendungszweck.....	7
pH-Wert.....	33	Vorbereitung	
Fehlersuche	50	Betrieb	23
Temperaturkompensation.....	38	Hinweise	26
R		Leitfähigkeits-Messzelle Kalibrieren.....	40
Rauschen.....	43	pH-Elektrode Kalibrieren	34
Reinigung		Übersicht.....	23
Leitfähigkeits-Messzelle	58	W	
pH-Elektrode.....	54	Wartung.....	46
pH-Messzelle	56	Wartungsintervalle	46
Response Time	43	Z	
RMA Number	53	Zellkonstante	42
S		Zubehör	
Service		Optional	63
Allgemein.....	53	Standard.....	63
Leitfähigkeits-Messzelle	58	Zweipunktkalibrierung	
		Leitfähigkeit	41
		pH	35