

Kurzbedienungsanleitung Sedex 80

VORBEREITUNG

Einschalten

Betätigen des Hauptschalters ON/Off auf der Rückseite des Gerätes

Siphon

Überprüfen Sie ob im Siphon genügend Eluent enthalten ist; wenn nicht pumpen Sie einige ml Eluent in das System oder befüllen es mit einer Spritzflasche. Stellen Sie sicher, daß das Lösungsmittel freien Ablauf hat und sich nicht staut => Fillcontrol

Gaszufuhr:

Regulieren Sie mit Hilfe der mitgelieferten Filter-Druckminderer-Vorrichtung die Zufuhr Ihres Gases (ölfrei) auf 3,5 bar. Gehen Sie niemals mit einem Druck von über 4,0 bar auf den ELSD, da der Pressure Sensor sonst zerstört wird. Stellen Sie sicher, daß das Gas sauber + trocken ist.

Temperatureinstellung

Gehen Sie mit Hilfe des **Down**-Druckknopfes in den Temperatur-Modus und stellen Sie mit Hilfe des **+/-** - Druckknopfes Ihre gewünschte Arbeitstemperatur ein. Bestätigen Sie mit **ok**

Lösungsmittel:

Feine Partikel in Ihrem Lösungsmittel erhöhen das Hintergrundrauschen. Verwenden Sie nur Lösungsmittel in HPLC- Qualität. Kritischer Parameter ist der Verdampfungsrückstand, er sollte unter 1ppm liegen. Filtern ist im Allgemeinen nicht zu empfehlen, da die organischen Lösemittel Bestandteile aus dem Filtermaterial herauslösen können. Die mobile Phase sollte keine nichtflüchtigen Modifizier

enthalten. Flüchtige Zusätze (Trifluoressigsäure, Essigsäure, Ameisensäure, Triethylamin etc.) können eingesetzt werden; Eine Rauscherhöhung ist aber zu erwarten. Stabilisatoren wie z.B. BHT in THF sollten nicht enthalten sein.

Überprüfung des Detektor- Signals / Offset

- Detektor einschalten.
- Gasdruck einstellen (3,5bar)
- Mit Hilfe des **Down**- Druckknopfes und der **+/-** -Taste den Meßbereich „ Gain 1“ auswählen. Bestätigen Sie mit **ok**.
- **AZ** -Taste drücken und warten bis Signal auf Null ist.
- Mit Hilfe des **Down** - Knopfes und der **+/-** -Taste den Meßbereich „ Gain 12“ auswählen.
- Dieser Wert sollte bei der Verwendung von Luft und Stickstoff zwischen 100 und 200mV liegen und nicht mehr als +/- 3mV schwanken.
- Dieser Wert (+/- 15%) sollte in der Größenordnung liegen wie im Test Protokoll Ihres Sedex-Handbuchs im Appendix 7.
- Offset Einstellung: Mit Hilfe des **Down** – Knopfes in den Offset-Modus gehen und mit der **+/-** - Taste gewünschten Offset einstellen. Bestätigen Sie mit **ok**

Überprüfung der mobilen Phase

- Schalten Sie nun den Fluß (1ml/min)des Lösungsmittels unter Umgehung der Säule zu.

- Folgende Signalerhöhungen sind nun bei sauberen mobilen Phasen und einer gewissen Einlaufzeit zu erwarten:
Für Wasser ca.10-30mV
Für organische Lösungsmittel ca.200mV
- Je niedriger der Wert, um so höher der Reinheitsgrad der mobilen Phase.

Überprüfung der Trennsäule

- Pumpe ausschalten und HPLC-Säule installieren
- Pumpe mit gewünschtem Fluß einstellen
- Nach gewisser Einlaufzeit sollte eine Signalerhöhung von 20 - 50mV gegenüber dem Signal mit mobiler Phase nicht überschritten werden.

Abschalten des Geräts

- Pumpe abschalten
- Zum Spülen des Verdampferrohres lassen Sie noch einige Minuten das Verneblergas weiterfließen.
- Stellen Sie nun die Gaszufuhr ab und schalten Sie das Gerät aus.

Hinweis:

Wenn Ihr Eluent ein Salz, Säuren oder Laugen enthält, pumpen Sie noch einige Milliliter Wasser oder Methanol durch das System, so daß sich keine Ablagerungen im Verdampferrohr bilden können.

Kurzbedienungsanleitung Sedex 80

Troubleshooting

Vorbereitung der Fehlersuche

- Stellen Sie sicher, daß kein Wackelkontakt im Bereich des Anschlußkabels besteht, und damit alle Komponenten des Systems mit Strom versorgt und geerdet sind.
- Überprüfen Sie den Flüssigkeitsstand im Syphon der Verneblerkammer. Es darf hier kein Flüssigkeitsstau auftreten. Dies kann sonst den Drucksensor zerstören. Der Flüssigkeitsspiegel im Syphon darf auch nicht zittern, dies deutet auf einen zu starken Zug am Abgasschlauch hin.
- Überprüfen Sie die richtige Einstellung des Gasdruckes und des gleichmäßigen Gasflusses.
- Überprüfen Sie die gleichmäßige Förderrate der Pumpe und ob in dem Chromatographiesystem keine Leckage auftritt.

Empfindlichkeit nicht mehr so groß

- Führen Sie den Offset durch. Liegt nun der Signal-Wert im Gain 12 nicht im Bereich von ca. 100-200mV (Vergleichen Sie auch den Wert im Originalreport Handbuch Appendix 7) kann dies auf eine Alterung der Lampe hinweisen => Lampe austauschen
- Ist eventuell die Verneblerdüse verstopft? Der Nebel aus der Verneblerdüse sollte fein und homogen sein. Wenn nicht, könnte die sehr feine Verneblerdüse verstopft sein. Versuchen Sie durch Hindurchpumpen eines anderen Lösungsmittels welche die Niederschläge lösen kann, die Verstopfung

zu beseitige. Alternative: Mit Lösemittel in ein Ultraschallbad legen.

- Überprüfen Sie das System auf Leckagen.
- Ist das Rauschen des Systems ohne Eluentenfluß hoch und treten Geistersignale auf, dann ist möglicherweise das Verdampferrohr verschmutzt.

=> Setzen Sie die Temperatur auf 95°C und pumpen mit einer Flußrate von 2ml/min Lösungsmittel durch das System.

Abnahme des dynamischen Bereichs

- Ursache könnte von stark retenierenden Fremdsubstanzen von der Säule kommen oder aus dem Eluenten stammen

[Siehe Überprüfung der mobilen Phase und Überprüfung der Trennsäule](#)