

Waters™

Alliance iS HPLC Systems Benutzerhandbuch

Inhaltsverzeichnis

1 Allgemeine Informationen.....	7
1.1 Hinweis zu den Urheberrechten.....	7
1.2 Über die Alliance iS Systems Dokumentation.....	7
1.2.1 Suchen nach Informationen.....	7
1.3 Marken.....	8
1.4 Sicherheitshinweise.....	8
1.4.1 Sicherheitshinweis zum Gefahrensymbol.....	8
1.4.2 Sicherheitshinweise zum Umgang mit Strom.....	9
1.4.3 Hinweise zum Missbrauch des Geräts.....	9
1.4.4 Sicherheitshinweise.....	9
1.5 Bedienung des Geräts.....	9
1.5.1 Verwendete Symbole.....	9
1.5.2 Zielgruppe und bestimmungsgemäße Verwendung.....	11
1.5.3 Vorgesehener Verwendungszweck des Systems.....	11
1.5.4 Informationen zum Alliance iS Bio HPLC System.....	11
1.5.5 Kalibrierung.....	12
1.5.6 Qualitätskontrolle.....	12
1.6 EMV-Hinweise.....	12
1.6.1 Hinweise zu Strahlungsemissionen gemäß FCC.....	12
1.6.2 Aspekte der Near Field Communications (NFC)/RFID-Technologie.....	12
1.6.3 ISM-Klassifikation: ISM-Gruppe 1, Klasse A.....	13
1.6.4 Kanada: Hinweise zum Emissionsbereich.....	13
1.6.5 Sonstige länderspezifische EMV-Hinweise.....	13
1.7 Zusätzliche Ressourcen.....	14
1.8 Kontakt mit Waters aufnehmen.....	15
1.9 Kundenkommentare.....	16
2 Sicherheitshinweise.....	17
2.1 Warnsymbole.....	17
2.2 Hinweise.....	18
2.3 Symbol „Flaschen verboten“.....	18

2.4 Erforderlicher Schutz.....	19
2.5 Warnungen, die sich auf alle Geräte von Waters beziehen.....	19
2.6 Elektrische Symbole.....	23
2.7 Transportsymbole.....	24
3 Systemüberblick.....	25
3.1 Systemmerkmale.....	25
3.1.1 Injektor mit Durchflussnadel.....	26
3.2 Systemkomponenten.....	26
3.2.1 Funktionen des TUV-Detektors.....	28
3.2.2 Funktionen des PDA-Detektors.....	35
3.2.3 Funktionen des Sample Managers.....	45
3.2.4 Pumpenfunktionen.....	52
3.2.5 Funktionen des Säulenofens/Säulenkühlers.....	52
3.2.6 Funktionen des Touchscreens:.....	54
3.2.7 Funktionen von Empower.....	59
4 Systemvorbereitung.....	61
4.1 Einschalten des Systems.....	61
4.2 Ausschalten des Systems.....	62
4.3 E/A-Signalanschluss.....	62
4.4 Installieren der Säule.....	64
4.5 Öffnen der Konsole über die Empower Software.....	65
4.6 Einspülen des Systems.....	66
4.6.1 Einspülen des Systems der Kolbenhinterspülung.....	67
4.6.2 Einspülen der Pumpe.....	69
4.6.3 Spülen des Sample Managers.....	71
4.7 Auswahl der Erweiterungsschleifen.....	71
4.8 Installation und Austauschen von Erweiterungsschleifen.....	72
4.8.1 Installieren einer Erweiterungsschleife in einem Einventilsystem.....	72
4.9 Ändern der Konfigurationsparameter für die Nadel und Erweiterungsschleife.....	74
4.10 Auswahl der Höheneinstellung der Nadel.....	75

4.11 Erstellen eines neuen Plattentyps.....	76
4.11.1 Erstellen eines neuen Plattentyps mithilfe eines vorhandenen Plattentyps als Vorlage.....	76
4.12 Erweiterte Einstellungen.....	76
4.12.1 Auswahl einer Ansaugrate für die Probenspritze.....	76
4.12.2 Entnehmen der maximal möglichen Probenmenge aus Vials.....	76
4.13 Trennen des Kondensatabfalls vom LC-Abfall.....	77
5 Methoden-Management.....	83
5.1 Methodentransfer.....	83
5.2 Messen des Dwell-Volumens.....	83
6 Tägliche Routineanalyse.....	84
6.1 An- und Abmelden beim Alliance iS HPLC System.....	84
6.2 Starten der Hard- und Software.....	84
6.3 Einrichten von Lösungsmitteln.....	85
6.4 Installieren oder Austauschen der Säule.....	87
6.5 Äquilibrieren des Alliance iS HPLC System.....	87
6.6 Vorbereiten und Laden von Proben.....	88
6.7 Überprüfen des Systemstatus und -zustands.....	91
6.7.1 Prüfungen bei der Datenaufnahme.....	91
6.7.2 Überwachung über den Touchscreen.....	92
6.7.3 Überwachung über das Empower Steuerungsfeld.....	93
6.7.4 Überwachung über die Alliance iS HPLC System Console.....	93
6.7.5 Aufnehmen von Daten.....	94
6.8 Überprüfen der Ergebnisse.....	94
6.9 Drucken des Reports.....	94
6.10 Vorbereiten des Herunterfahrens des Alliance iS HPLC System.....	94
6.10.1 Abschalten für weniger als 24 Stunden.....	95
6.10.2 Abschalten für mehr als 24 Stunden.....	95
7 Leistungsoptimierung.....	96

7.1 Allgemeine Richtlinien.....	96
7.1.1 Verschleppung.....	97
7.2 Vermeiden von Lecks.....	98
7.2.1 Installationsempfehlungen für Fittings.....	99
7.3 Einrichten einer Methode.....	107
7.4 Hinweise zur Probenkammer.....	107
7.5 Beachten der Empfehlungen für Vials und Platten.....	107
7.6 Zykluszeit zwischen Injektionen.....	108
7.7 Erhöhen der Lebensdauer von Säulen.....	108
8 Wartung.....	109
8.1 Ansehen der Alliance iS HPLC System Information.....	109
8.2 Sicherheit und Handhabung.....	109
8.3 Konfigurieren von Erinnerungserinnerungen.....	109
8.4 Bestellen von Ersatzteilen.....	110
8.5 Reinigen der Außenseite des Geräts.....	110
8.6 Ersetzen der Filter der Lösungsmittelflaschen.....	110
8.7 Wartungsverfahren der Pumpe.....	111
8.7.1 Wartungsplan für die Pumpe.....	112
8.7.2 Warten des Luftfilters des Pumpenraums.....	112
8.7.3 Austauschen des Lecksensors der Pumpe.....	113
8.7.4 Austauschen des Mischers der Pumpe.....	116
8.7.5 Austauschen des integrierten Filtereinsatzes am primären Rückschlagventil.....	118
8.7.6 Austauschen des Rückschlagventils des Akkumulators.....	124
8.8 Am Sample Manager durchzuführende Wartungsvorgänge.....	128
8.8.1 Wartungsplan für den Sample Manager.....	128
8.8.2 Austauschen des Lecksensors des Sample Managers.....	128
8.8.3 Kalibrieren der Z-Achse der Nadel.....	131
8.8.4 Austauschen der Nadeldichtung und der Dichtungsanschlusskapillare.....	131
8.8.5 Austauschen der Probennadel.....	144
8.9 Detektor-Wartungsverfahren.....	157
8.9.1 Austauschen des Lecksensors des Detektors.....	157
8.9.2 Austauschen der Flusszelle des TUV-Detektors.....	160

8.9.3 Austauschen der Flusszelle des PDA-Detektors.....	163
8.9.4 Ersetzen der Lampe des TUV-Detektors.....	166
8.9.5 Austauschen der Detektorlampe des PDA-Detektors.....	170
8.10 Am Säulenofen durchzuführende Wartungsmaßnahmen.....	173
8.10.1 Wartungsplan für den Säulenofen.....	173
8.10.2 Austauschen der Säule.....	173
8.10.3 Austauschen des Lecksensors des Säulenofens.....	176
9 Entsorgungsprotokolle.....	180
9.1 Beschreibung der verwendeten Materialien.....	180
9.2 Entsorgung von Systemkomponenten.....	180
10 Anmerkungen zu Lösungsmitteln.....	181
10.1 Vermeiden von Kontaminationen.....	181
10.2 Lösungsmittelqualität.....	181
10.2.1 Reine Lösungsmittel.....	182
10.2.2 Gepufferte Lösungsmittel.....	182
10.2.3 Wasser.....	182
10.3 Lösungsmittelvorbereitung.....	183
10.4 Empfehlungen zu Lösungsmitteln.....	183
10.4.1 Allgemeine Richtlinien zu Lösungsmitteln.....	183
10.4.2 Richtlinien für Waschlösungsmittel.....	190
10.5 Eigenschaften gebräuchlicher Lösungsmittel.....	192
10.6 Mischbarkeit von Lösungsmitteln.....	193
10.6.1 Verwenden der Mischbarkeitszahlen.....	194
10.7 Stabilisatoren für Lösungsmittel.....	195
10.8 Lösungsmittelviskosität.....	195
10.9 Auswahl der Wellenlänge.....	195
10.9.1 Grenzwellenlängen für gebräuchliche Lösungsmittel.....	196
10.9.2 Grenzwellenlängen gemischter mobiler Phasen.....	196
11 Technische Daten.....	201

1 Allgemeine Informationen

1.1 Hinweis zu den Urheberrechten

© 2024 WATERS CORPORATION. DIESES DOKUMENT, ODER TEILE DAVON, DÜRFEN OHNE SCHRIFTLICHE ERLAUBNIS DES HERAUSGEBERS NICHT REPRODUZIERT WERDEN.

Die in diesem Dokument enthaltenen Informationen können ohne vorherige Ankündigung geändert werden und sind für die Waters Corporation nicht verbindlich. Die Waters Corporation übernimmt für eventuelle Fehler in dieser Dokumentation keine Verantwortung. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung gilt dieses Dokument als vollständig und richtig. Die Waters Corporation ist nicht haftbar für Neben- oder Folgeschäden, die in Zusammenhang mit diesem Leitfaden oder durch dessen Verwendung entstehen. Die neueste Version dieses Dokuments finden Sie auf der Website von Waters (www.waters.com).

1.2 Über die Alliance iS Systems Dokumentation

Alliance iS HPLC systems verfügen über eine umfassende Online-Dokumentation. Sie können auf die Dokumentation zugreifen, indem Sie auf www.waters.com suchen oder auf dem Touchscreen des Systems auf die Schaltfläche Help (Hilfe) tippen.

Im Waters Help Center (Waters Hilfe-Center) (<https://help.waters.com/help/de.html>) können Sie Inhalte nach Begriffen oder Ausdrücken durchsuchen oder auf **I need help with a product** (Ich brauche Hilfe zu einem Produkt) klicken, um zur Seite Product Support (Produktsupport) zu navigieren (<https://help.waters.com/help/de/product-support.html>). Auf dieser Seite können Sie nach Inhalten suchen oder auf **Alliance iS HPLC System** klicken, um auf die Seite Alliance iS HPLC System Support (Support für das Alliance iS HPLC System) zuzugreifen (<https://help.waters.com/help/de/product-support/alliance-is-system-support.html>). Auf dieser Seite können Sie nach Inhalten suchen oder ein bestimmtes Dokument öffnen.

Hinweis: Das Empower CDS verfügt über eine Online-Dokumentation mit Benutzerhandbüchern und Hilfe, auf die über die Benutzeroberfläche zugegriffen werden kann.

1.2.1 Suchen nach Informationen

Oben auf den Seiten des Waters Help Center (Waters Hilfe-Center) wird ein Suchfeld angezeigt, einschließlich der Seite Alliance iS System Support (<https://help.waters.com/help/de/product-support/alliance-is-system-support.html>). Mithilfe dieses Felds können Sie die spezifischen Informationen finden, die Sie benötigen, indem Sie unterschiedlich komplexe Suchanfragen ausführen.

Es gibt zwei Arten von Klartextsuchbegriffen: einzelne Wörter und Wortgruppen. Sie müssen Wortgruppen in Anführungszeichen setzen, z. B. „Datenaufnahme“. Der Boolesche Operator AND ist impliziert. Die Suchfunktion sucht nach Thementiteln und nach bestimmten Schlüsselwörtern.

Wenn Ihre Suche keine Ergebnisse liefert oder Ergebnisse, die nicht die gewünschten Informationen liefern, versuchen Sie, nach anderen Begriffen zu suchen oder Anführungszeichen aus Wortgruppen zu entfernen.

Wenn zu viele Ergebnisse vorhanden sind, verwenden Sie die ausschließenden Booleschen Operatoren OR oder NOT.

1.3 Marken

Alliance™ ist eine Marke der Waters Corporation.

eConnect™ ist eine Marke der Waters Corporation.

Empower™ ist eine Marke der Waters Corporation.

MaxPeak™ ist eine Marke der Waters Corporation.

MP35N® ist eine eingetragene Marke von SPS Technologies, Inc.

TaperSlit™ ist eine Marke der Waters Corporation.

Waters™ ist eine Marke der Waters Corporation.

Waters Quality Parts™ ist eine Marke der Waters Corporation.

Alle anderen Marken sind Eigentum der entsprechenden Inhaber.

1.4 Sicherheitshinweise

Einige Reagenzien und Proben, die für Waters Geräte und Vorrichtungen verwendet werden, können chemische, biologische oder radiologische Gefahren (oder eine beliebige Kombination dieser) darstellen. Sie müssen daher stets das Gefährdungspotenzial der von Ihnen eingesetzten Substanzen kennen. Befolgen Sie stets die Richtlinien der Guten Laborpraxis (GLP) und informieren Sie sich über die Standardarbeitsanweisungen (SOP) Ihres Unternehmens und die örtlichen Sicherheitsvorschriften.

1.4.1 Sicherheitshinweis zum Gefahrensymbol

Das Symbol  gibt eine potenzielle Gefahr an. Wichtige Informationen über die Gefahr und die entsprechenden Maßnahmen zur Verhinderung und Eindämmung der Gefahr finden Sie in der Dokumentation.

1.4.2 Sicherheitshinweise zum Umgang mit Strom

Das Gerät muss so aufgestellt werden, dass das Abziehen des Netzkabels keine Schwierigkeiten bereitet.

1.4.3 Hinweise zum Missbrauch des Geräts

Wird das Gerät anders verwendet als vom Hersteller vorgesehen, können die Schutzvorrichtungen des Geräts beeinträchtigt sein.

1.4.4 Sicherheitshinweise

Eine ausführliche Liste mit Warnhinweisen und Hinweisen finden Sie im Anhang Sicherheitshinweise in dieser Veröffentlichung.

1.5 Bedienung des Geräts

Halten Sie sich beim Betrieb des Geräts an die Standardverfahren zur Qualitätskontrolle sowie an die Richtlinien in diesem Abschnitt.

1.5.1 Verwendete Symbole

Die folgenden Symbole können am Gerät, System oder der Verpackung vorhanden sein.

Symbol	Definition
	Hersteller
	Herstellungsdatum
	Bestätigt, dass ein hergestelltes Produkt alle anwendbaren Richtlinien der Europäischen Union erfüllt
	Das UKCA-Zeichen (UKCA = UK Conformity Assessed) bestätigt, dass ein hergestelltes Produkt die geltenden Anforderungen für in Großbritannien verkaufte Produkte erfüllt
	Erfüllt die Anforderungen der australischen EMV-Richtlinie

Symbol	Definition
	<p>Bestätigt, dass ein hergestelltes Produkt alle anwendbaren Sicherheitsanforderungen der USA und Kanadas erfüllt</p>
	<p>Bestätigt, dass ein hergestelltes Produkt alle anwendbaren Sicherheitsanforderungen der USA und Kanadas erfüllt</p>
	<p>Umweltfreundliche Nutzungszeit (China RoHS): Gibt die Anzahl der Jahre ab Herstellungsdatum an, nach denen das Produkt oder Komponenten im Produkt wahrscheinlich weggeworfen werden oder sich in der Umgebung verschlechtern.</p>
	<p>ACT (Accountability, Consistency and Transparency) ist ein Umwelt-Label, das eine Überprüfung der Nachhaltigkeit eines biowissenschaftlichen Laborprodukts, seines Betriebs und des Endes seiner Lebensdauer durch Dritte bietet.</p>
	<p>Die Gebrauchsanweisung beachten</p>
	<p>Wechselstrom</p>
	<p>Elektrische und elektronische Ausrüstung mit diesem Symbol kann gefährliche Stoffe enthalten und darf nicht als normaler Abfall entsorgt werden. Wenden Sie sich zur Einhaltung der Richtlinie für Elektro- und Elektronikaltgeräte an die Waters Corporation, um Angaben zur korrekten Entsorgung und Anweisungen für das Recycling zu erhalten.</p>
	<p>Nur zur Verwendung in Innenräumen</p>
	<p>Nicht schieben</p>
	<p>Schließen Sie kein LC-System an</p>

Symbol	Definition
	Gibt die maximale Last an, die auf dieses Element gestellt werden kann (zum Beispiel 10 kg).
	Gibt an, dass das Teil in einem Ultraschallbad gereinigt werden kann
	Seriennummer
	Teilenummer, Katalognummer

1.5.2 Zielgruppe und bestimmungsgemäße Verwendung

Dieses Handbuch ist nur für die Verwendung durch entsprechend ausgebildetes und geschultes Laborpersonal gedacht, das Waters Produkte bedient und wartet.

1.5.3 Vorgesehener Verwendungszweck des Systems

Das Alliance iS HPLC System führt Flüssigchromatographie durch, um Komponenten eines Flüssigkeitsgemischs zu trennen, zu identifizieren und zu quantifizieren. Es unterstützt Säulenpartikelgrößen bis zu 2,7 µm und Drücke bis zu 12.000 psi für routinemäßige Laboranalysen. Das Alliance iS HPLC System ist standardmäßig mit einer UV-Absorptionsdetektion in Form eines TUV- oder PDA-Detektors ausgestattet.

Hinweis: Der Alliance iS Säulenofen/Säulenkühler (CHC) ist ein mit Wechselstrom betriebenes Gerät, das die Säule enthält, die für HPLC-Trennungen (Hochleistungsflüssigchromatographie) mit Alliance iS HPLC Systems verwendet wird. Die CHC-Einheit kann die Säule mit einer Temperatur von 4 °C bis 90 °C versorgen. Wenn die LC-Säule mit einem passiven NFC-Tag (13,56 MHz) ausgestattet ist, wird dieses beim Schließen der Vordertür des CHC gelesen. Der Antennen-Schaltkreis ist normalerweise erst aktiv, wenn die Tür geschlossen wird. Daten vom Tag werden im System gespeichert.

1.5.4 Informationen zum Alliance iS Bio HPLC System

Das Alliance iS Bio HPLC System ist eine bio-inerte HPLC-Lösung, die speziell für die Herausforderungen von Laboren in der Qualitätskontrolle mit biopharmazeutischen Applikationen entwickelt wurde. Für den Flussweg des Systems werden biokompatible Konstruktionsmaterialien und die Waters MaxPeak High Performance Surfaces (HPS)-Technologie eingesetzt.

1.5.5 Kalibrierung

Verwenden Sie zur Kalibrierung von LC-Systemen allgemein anerkannte Kalibrierungsverfahren mit mindestens fünf Standards, um eine Kalibrierkurve zu erstellen. Der Konzentrationsbereich der Standards muss den Bereich der Qualitätskontrollproben sowie den Bereich typischer und atypischer Proben abdecken.

1.5.6 Qualitätskontrolle

Analysieren Sie regelmäßig drei Qualitätskontrollproben, die mittlere sowie unter bzw. über dem Normalbereich liegende Konzentrationen einer Verbindung enthalten. Wenn Proben-Tabletts identisch oder einander sehr ähnlich sind, variieren Sie die Stellen der Tabletts, in die Sie die Qualitätskontrollproben geben. Stellen Sie sicher, dass die Ergebnisse für die Qualitätskontrollprobe innerhalb eines akzeptablen Bereichs liegen, und beurteilen Sie deren Präzision täglich sowie nach jedem Probenlauf erneut. Die erfassten Daten können ungültig sein, wenn die Testergebnisse der Qualitätskontrollprobe außerhalb des akzeptablen Bereichs liegen. Berichten Sie Daten erst dann, wenn Sie sicher sind, dass das Gerät zufriedenstellend arbeitet.

1.6 EMV-Hinweise

1.6.1 Hinweise zu Strahlungsemissionen gemäß FCC

Änderungen müssen ausdrücklich durch die für die Einhaltung der vorgeschriebenen Normen verantwortliche Instanz genehmigt werden. Anderenfalls kann dem Anwender die Bedienungsbefugnis für das System entzogen werden. Dieses Gerät entspricht Abschnitt 15 der Richtlinien der FCC (Federal Communications Commission). Der Betrieb des Systems unterliegt folgenden beiden Anforderungen: (1) Dieses Gerät darf keine Interferenzen verursachen und (2) dieses Gerät muss jegliche Interferenz aufnehmen, einschließlich Interferenzen, die Betriebsstörungen des Geräts zur Folge haben können.

1.6.2 Aspekte der Near Field Communications (NFC)/RFID-Technologie

Der Alliance iS Säulenofen/Säulenkühler (CHC) wird mit Alliance iS HPLC systems verwendet. Der CHC kann mit der NFC/RFID-Technologie ausgestattet werden. Die nationalen Zulassungen, die mit dieser RF-Funktion verbunden sind, sind nur mit dem CHC verbunden und nicht mit anderen Teilen des Systems oder dem System als Ganzes. Das 13,56-MHz-NFC/RFID-Lesegerät befindet sich an der Tür des CHC. Bei geschlossener Tür wird ein Lesezyklus durchgeführt. Die Dauer des Lesezyklus beträgt weniger als eine Sekunde. Sie ist bis zum nächsten Türöffnungs-/Türschließungsereignis inaktiv. Die Leistung beträgt weniger als 2 W.

1.6.3 ISM-Klassifikation: ISM-Gruppe 1, Klasse A

Diese Klassifikation wurde dem Gerät gemäß den Anforderungen des Standards CISPR 11 für industrielle, wissenschaftliche und medizinische (ISM) Geräte zugewiesen.

Bei Produkten der Gruppe 1 kommt es zur absichtlichen Erzeugung und/oder leitenden Koppelung von Radiofrequenzenergie, die für die interne Funktion des Geräts notwendig ist.

Geräte der Klasse A sind für die Verwendung in allen Bereichen außer im Wohnbereich und in Bereichen, die direkt an ein Niederspannungsnetz zur Versorgung von Wohngebäuden angeschlossen sind, geeignet.

In anderen Umgebungen kann es aufgrund von leitungs- und strahlungsgebundenen Störungen zu Schwierigkeiten kommen, die elektromagnetische Verträglichkeit sicherzustellen.

Dieses Gerät erfüllt die Emissions- und Immunitätsforderungen der entsprechenden Abschnitte der Norm IEC/EN 61326: Electrical equipment for measurement, control and laboratory use - EMC requirements (Elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte - EMV-Anforderungen).

1.6.4 Kanada: Hinweise zum Emissionsbereich

Dieses digitale Produkt der Klasse A entspricht der kanadischen Vorschrift ICES-001.

Cet appareil numérique de la classe A est conforme à la norme NMB-001.

1.6.5 Sonstige länderspezifische EMV-Hinweise

Die folgenden länderspezifischen Hinweise gelten für die Verwendung des Alliance iS Säulenofens/Säulenkühlers (CHC).

Brasilien	Este equipamento não tem direito à proteção contra interferência prejudicial e não pode causar interferência em sistemas devidamente autorizados. Para maiores informações, consulte o site da ANATEL – www.anatel.gov.br
Korea	
Taiwan	取得審驗證明之低功率射頻器材，非經核准，公司、商號或使用者均不得擅自變更頻率、加大功率或變更原設計之特性及功能。低功率射頻器材之使用不得影響飛航安全及干擾合法通信；經發現有干擾現象時，應立即停用，並改善至無干擾時方得繼續使

用。前述合法通信，指依電信管理法規定作業之無線電通信。低功率射頻器材須忍受合法通信或工業、科學及醫療用電波輻射性電機設備之干擾。

Thailand



เครื่องวิทยุคมนาคมนี้ ได้รับยกเว้น ไม่ต้องได้รับใบอนุญาตให้มี ใช้ซึ่งเครื่องวิทยุคมนาคม หรือตั้งสถานีวิทยุคมนาคมตามประกาศ กสทช. เรื่อง เครื่องวิทยุคมนาคม และสถานีวิทยุคมนาคมที่ได้รับยกเว้นไม่ต้องได้รับใบอนุญาต วิทยุคมนาคมตามพระราชบัญญัติวิทยุคมนาคม พ.ศ. 2498

 **กสทช.** | โทรคมนาคม
กำกับดูแลเพื่อประชาชน
Call Center 1200 (InSW)

เครื่องโทรคมนาคมและอุปกรณ์นี้มีความสอดคล้องตามมาตรฐานหรือข้อกำหนดทางเทคนิคของ กสทช.

1.7 Zusätzliche Ressourcen

Waters stellt die folgenden zusätzlichen Ressourcen zur Verfügung, um Ihren anhaltenden Erfolg mit unseren Produkten sicherzustellen.

Wissensdatenbank: Hier finden Sie schnell Hilfe bei der Fehlersuche. Profitieren Sie von Support-Artikeln zu Waters Systemen, Softwarelösungen und Chemikalien.

E-Learning-Kurse: Lernen Sie jederzeit, überall und ganz in Ihrem eigenen Tempo mit unseren E-Learning-Kursen.

Kundenschulungen: Waters Educational Services ist eine führende Schulungsorganisation, mit der Wissenschaftler ihre Kenntnisse und Fähigkeiten in den Bereichen UPLC, HPLC, LC-MS und Datenmanagement erweitern können.

Applikationsberichte: Lernen Sie unsere digitale Online-Bibliothek mit Applikationsmitteilungen für modernste Analysetechnologien in den Bereichen Chromatographie, Massenspektrometrie, Säulen und Probenvorbereitung sowie Datenmanagementsoftware kennen und sehen Sie, welche beeindruckenden wissenschaftlichen und operativen Vorteile diese bieten.

Bibliothek mit Anleitungsvideos: Sehen Sie sich die neuesten Produktanleitungsvideos an oder laden Sie sie herunter.

Ersatzteilfeinder: Finden und bestellen Sie Ersatzteile über den interaktiven grafisch-unterstützten Ersatzteilfeinder. Greifen Sie auf Wartungsverfahren und Referenzdokumente zu.

Produktauswahltools und Ressourcen: Eine Sammlung von Assistenten, die Ihnen bei der Auswahl des geeigneten chemischen Verbrauchsmaterials für Ihre Trennanforderungen hilft, einschließlich Vials, Platten, Filter, Säulenselektivitätsdiagramme und mehr.

1.8 Kontakt mit Waters aufnehmen

Wenden Sie sich bei technischen Fragen zur Nutzung, zum Transport, zur Entfernung oder Entsorgung eines Waters Produkts an Waters. Sie können uns über das Internet, telefonisch, per Fax oder auf dem Postweg kontaktieren.

Art der Kontaktaufnahme	Informationen
www.waters.com	Auf der Waters Website sind Kontaktinformationen der weltweiten Waters Vertretungen zu finden.
iRequest	iRequest ist ein sicheres Webservice-Formular, mit dem Sie Support und Service für Waters Geräte und Software anfordern oder eine geplante Servicemaßnahme planen können. Diese Arten von Support und Dienstleistungen können in Ihren Wartungs- oder Supportplan aufgenommen werden. Der angeforderte Service kann Ihnen in Rechnung gestellt werden, wenn Sie für Ihr Produkt keinen entsprechenden Tarif haben. Hinweis: iRequest ist in manchen Gebieten, die von autorisierten Vertriebshändlern betreut werden, eventuell nicht verfügbar. Weitere Informationen erhalten Sie von Ihrem zuständigen Vertriebshändler.
Kontaktinformationen der Vertriebsstelle	Auf der Website zu den Vertriebsstellen finden Sie Telefonnummern, E-Mail-Adressen sowie Postadressen unserer weltweiten Vertretungen.
Kontaktdaten der Niederlassung	Waters Corporation 34 Maple Street Milford, MA 01757 USA Kunden in den USA und Kanada wenden sich an die Nummer 800-252-4752.

1.9 Kundenkommentare

Jeder Kundenkommentar wird von uns sehr ernst genommen. Wir unternehmen alle Anstrengungen, Ihren Erwartungen gerecht zu werden, um die Genauigkeit und die Benutzerfreundlichkeit stetig zu verbessern. Wenn Sie Fehler in diesem Dokument melden oder Verbesserungsvorschläge machen möchten, können Sie sich unter tech_comm@waters.com an uns wenden.

2 Sicherheitshinweise

In den folgenden Abschnitten werden die Sicherheitshinweise für das Alliance iS HPLC System beschrieben.

2.1 Warnsymbole

Warnsymbole weisen auf Todes- und Verletzungsgefahr hin sowie auf schwere negative physiologische Reaktionen, die mit dem Missbrauch eines Geräts verbunden sein können. Beachten Sie alle Warnungen bei Installation, Reparatur und Betrieb eines beliebigen Geräts von Waters. Waters übernimmt keine Haftung bei Verletzungen oder Schäden, auf Grund des Nichtbeachtens der Sicherheitsvorkehrungen beim Installieren, der Reparatur oder dem Betrieb eines der Geräte durch einzelne Personen.

Die folgenden Symbole weisen Sie auf Risiken hin, die beim Betrieb oder bei der Wartung eines Geräts oder eines Geräteteils von Waters entstehen können. Wenn eines dieser Symbole im Textteil eines Handbuchs oder bei den Vorgehensweisen zu sehen ist, wird die mögliche Gefahr durch einen begleitenden Hinweis identifiziert und erklärt, wie diese zu vermeiden ist.



Warnung: (Allgemeine Gefahr. Wenn dieses Symbol an einem Gerät angebracht ist, sollten Sie vor Gebrauch des Geräts in der Benutzerdokumentation nachsehen. Hier finden Sie wichtige Sicherheitsinformationen.)



Warnung: (Verbrennungsgefahr durch Kontakt mit heißen Oberflächen)



Warnung: (Stromschlaggefahr)



Warnung: (Feuergefahr)



Warnung: (Verletzungsgefahr durch Nadelstiche)



Warnung: (Gefahr von Quetschverletzungen der Hände)



Warnung: (Verletzungsgefahr durch rotierende Teile des Geräts)



Warnung: (Gefahr durch UV-Strahlung)



Warnung: (Gefahr durch Kontakt mit ätzenden Substanzen)



Warnung: (Gefahr durch Kontakt mit giftigen Stoffen)



Warnung: (Gefahr durch Laserstrahlung)



Warnung: (Gefahr durch Kontakt mit biologischen Substanzen, die zu schweren gesundheitlichen Schäden führen können.)



Warnung: (Gefahr durch Umkippen)



Warnung: (Explosionsgefahr)



Warnung: (Gefahr durch Austreten von Hochdruckgasen)

2.2 Hinweise

Hinweise werden angezeigt, wenn der Gebrauch oder Missbrauch eines, Geräts oder Bestandteils dieses beschädigen oder die Integrität einer Probe gefährden kann. Das Ausrufezeichen und der damit verbundene Hinweis weisen Sie auf eine solche Gefahr hin.



Hinweis: Um Beschädigungen am Gerätegehäuse zu vermeiden, dürfen zur Reinigung des Gehäuses keine Scheuer- oder Lösungsmittel verwendet werden.

2.3 Symbol „Flaschen verboten“

Das Symbol „Flaschen verboten“ weist Sie auf die Gefahr von Schäden an den Geräten durch verschüttetes Lösungsmittel hin.



Verboten: Um Schäden am Gerät durch verschüttetes Lösungsmittel zu vermeiden, stellen Sie Reservoirflaschen nicht direkt oben auf ein Gerät oder auf dessen Vorderkante. Stellen Sie die Behälter stattdessen in die Abstellvorrichtung für Lösungsmittelflaschen, die für den Fall von verschüttetem Lösungsmittel als sekundäre Eindämmung dient.

2.4 Erforderlicher Schutz

Die Symbole Augenschutz tragen und Schutzhandschuhe tragen weisen Sie auf die Verwendung geeigneter Schutzkleidung hin. Wählen Sie geeignete Schutzkleidung gemäß den Standardarbeitsanweisungen Ihres Unternehmens aus.



Anforderung: Tragen Sie bei diesem Vorgang einen Augenschutz.



Anforderung: Tragen Sie bei diesem Vorgang saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe.

2.5 Warnungen, die sich auf alle Geräte von Waters beziehen

Halten Sie sich beim Betrieb dieses Geräts an die Standardverfahren zur Qualitätskontrolle sowie an die Geräterichtlinien in diesem Abschnitt.



Warning: Changes or modifications to this unit not expressly approved by the party responsible for compliance could void the user's authority to operate the equipment.



Avertissement : Toute modification sur cette unité n'ayant pas été expressément approuvée par l'autorité responsable de la conformité à la réglementation peut annuler le droit de l'utilisateur à exploiter l'équipement.



Warnung: Jedwede Änderungen oder Modifikationen an dem Gerät ohne die ausdrückliche Genehmigung der für die ordnungsgemäße Funktionstüchtigkeit verantwortlichen Personen kann zum Entzug der Bedienungsbefugnis des Systems führen.



Avvertenza: Qualsiasi modifica o alterazione apportata a questa unità e non espressamente autorizzata dai responsabili per la conformità fa decadere il diritto all'utilizzo dell'apparecchiatura da parte dell'utente.



Advertencia: Cualquier cambio o modificación efectuado en esta unidad que no haya sido expresamente aprobado por la parte responsable del cumplimiento puede anular la autorización del usuario para utilizar el equipo.



警告： 未经有关法规认证部门明确允许对本设备进行的改变或改装，可能会使使用者丧失操作该设备的合法性。



警告： 未經有關法規認證部門允許對本設備進行的改變或修改，可能會使使用者喪失操作該設備的權利。



경고: 규정 준수를 책임지는 당사자의 명백한 승인 없이 이 장치를 개조 또는 변경할 경우, 이 장치를 운용할 수 있는 사용자 권한의 효력을 상실할 수 있습니다.



警告: 規制機関から明確な承認を受けずに本装置の変更や改造を行うと、本装置のユーザーとしての承認が無効になる可能性があります。



Warning: Use caution when working with any polymer tubing under pressure:

- Always wear eye protection when near pressurized polymer tubing.
- Extinguish all nearby flames.
- Do not use tubing that has been severely stressed or kinked.
- Do not use nonmetallic tubing with tetrahydrofuran (THF) or concentrated nitric or sulfuric acids.
- Be aware that methylene chloride and dimethyl sulfoxide cause nonmetallic tubing to swell, which greatly reduces the rupture pressure of the tubing.



Avertissement : Manipulez les tubes en polymère sous pression avec précaution:

- Portez systématiquement des lunettes de protection à proximité de tubes en polymère sous pression.
- Éteignez toute flamme se trouvant à proximité de l'instrument.
- Évitez d'utiliser des tubes sévèrement déformés ou endommagés.
- N'exposez pas les tuyaux non métalliques au tétrahydrofurane, ou THF, ou à de l'acide nitrique ou sulfurique concentré.
- Sachez que le chlorure de méthylène et le diméthylesulfoxyde entraînent le gonflement des tuyaux non métalliques, ce qui réduit considérablement leur pression de rupture.



Warnung: Bei der Arbeit mit Polymerschläuchen unter Druck ist besondere Vorsicht angebracht:

- In der Nähe von unter Druck stehenden Polymerschläuchen stets eine Schutzbrille tragen.
- Alle offenen Flammen in der Nähe löschen.
- Keine Schläuche verwenden, die stark geknickt oder überbeansprucht sind.
- Nicht-metallische Schläuche nicht für Tetrahydrofuran (THF) oder konzentrierte Salpeter- oder Schwefelsäure verwenden.
- Durch Methylenchlorid und Dimethylsulfoxid können nichtmetallische Schläuche quellen; dadurch wird der Berstdruck des Schlauches erheblich reduziert.



Avvertenza: Fare attenzione quando si utilizzano tubi in materiale polimerico sotto pressione:

- Indossare sempre occhiali da lavoro protettivi nei pressi di tubi di polimero pressurizzati.
- Spegnerne tutte le fiamme vive nell'ambiente circostante.
- Non utilizzare tubi eccessivamente logorati o piegati.
- Non utilizzare tubi non metallici con tetraidrofurano (THF) o acido solforico o nitrico concentrati.
- Tenere presente che il cloruro di metilene e il dimetilsolfossido provocano rigonfiamento nei tubi non metallici, riducendo notevolmente la resistenza alla rottura dei tubi stessi.



Advertencia: Se recomienda precaución cuando se trabaje con tubos de polímero sometidos a presión:

- El usuario deberá protegerse siempre los ojos cuando trabaje cerca de tubos de polímero sometidos a presión.
- Apagar cualquier llama que pueda estar encendida en las proximidades.
- No se debe trabajar con tubos que se hayan doblado o sometido a altas presiones.
- Es necesario utilizar tubos de metal cuando se trabaje con tetrahidrofurano (THF) o ácidos nítrico o sulfúrico concentrados.
- Hay que tener en cuenta que el diclorometano y el dimetilsulfóxido dilatan los tubos no metálicos, lo que reduce la presión de ruptura de los tubos.



警告： 当有压力的情况下使用聚合物管线时，小心注意以下几点：

- 当接近有压力的聚合物管线时一定要戴防护眼镜。
- 熄灭附近所有的火焰。
- 不要使用已经被压瘪或严重弯曲的管线。
- 不要在非金属管线中使用四氢呋喃或浓硝酸或浓硫酸。
- 要了解使用二氯甲烷及二甲基亚砷会导致非金属管线膨胀，大大降低管线的耐压能力。



警告： 當在有壓力的情況下使用聚合物管線時，小心注意以下幾點。

- 當接近有壓力的聚合物管線時一定要戴防護眼鏡。
- 熄滅附近所有的火焰。
- 不要使用已經被壓扁或嚴重彎曲管線。
- 不要在非金屬管線中使用四氫呋喃或濃硝酸或濃硫酸。
- 要了解使用二氯甲烷及二甲基亞砷會導致非金屬管線膨脹，大大降低管線的耐壓能力。



경고: 가압 폴리머 튜브로 작업할 경우에는 주의하십시오.

- 가압 폴리머 튜브 근처에서는 항상 보호 안경을 착용하십시오.
- 근처의 화기를 모두 끄십시오.
- 심하게 변형되거나 꼬인 튜브는 사용하지 마십시오.
- 비금속(Nonmetallic) 튜브를 테트라히드로푸란(Tetrahydrofuran: THF) 또는 농축 질산 또는 황산과 함께 사용하지 마십시오.
- 염화 메틸렌(Methylene chloride) 및 디메틸설폭사이드(Dimethyl sulfoxide)는 비금속 튜브를 부풀려 튜브의 파열 압력을 크게 감소시킬 수 있으므로 유의하십시오.



警告: 圧力のかかったポリマーチューブを扱うときは、注意してください。

- 加圧されたポリマーチューブの付近では、必ず保護メガネを着用してください。
- 近くにある火を消してください。
- 著しく変形した、または折れ曲がったチューブは使用しないでください。
- 非金属チューブには、テトラヒドロフラン (THF) や高濃度の硝酸または硫酸などを流さないでください。
- 塩化メチレンやジメチルスルホキシドは、非金属チューブの膨張を引き起こす場合があります、その場合、チューブは極めて低い圧力で破裂します。

Diese Warnung gilt für Geräte von Waters, die mit nicht-metallischen Kapillaren/Schläuchen ausgestattet sind oder mit entzündlichen Lösungsmitteln betrieben werden.



Warning: The user shall be made aware that if the equipment is used in a manner not specified by the manufacturer, the protection provided by the equipment may be impaired.



Avertissement : L'utilisateur doit être informé que si le matériel est utilisé d'une façon non spécifiée par le fabricant, la protection assurée par le matériel risque d'être défectueuse.



Warnung: Der Benutzer wird darauf aufmerksam gemacht, dass bei unsachgemäßer Verwendung des Gerätes die eingebauten Sicherheitseinrichtungen unter Umständen nicht ordnungsgemäß funktionieren.



Avvertenza: Si rende noto all'utente che l'eventuale utilizzo dell'apparecchiatura secondo modalità non previste dal produttore può compromettere la protezione offerta dall'apparecchiatura.



Advertencia: El usuario debe saber que, si el equipo se utiliza de forma distinta a la especificada por el fabricante, las medidas de protección del equipo podrían ser insuficientes.



警告： 使用者必须非常清楚如果设备不是按照制造厂商指定的方式使用，那么该设备所提供的保护将被削弱。



警告： 使用者必須非常清楚如果設備不是按照製造廠商指定的方式使用，那麼該設備所提供的保護將被消弱。



경고: 제조업체가 명시하지 않은 방식으로 장비를 사용할 경우 장비가 제공하는 보호수단이 제대로 작동하지 않을 수 있다는 점을 사용자에게 반드시 인식시켜야 합니다.



警告: ユーザーは、製造元により指定されていない方法で機器を使用すると、機器が提供している保証が無効になる可能性があることに注意して下さい。

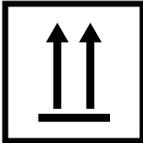
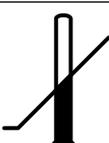
2.6 Elektrische Symbole

Die folgenden elektrischen Symbole und die zugehörigen Hinweise können im Handbuch des Geräts erwähnt werden und auf der Vorder- bzw. Rückseite des Geräts angebracht sein.

Symbol	Beschreibung
	Netzschalter ein
	Netzschalter aus
	Standby
	Gleichstrom
	Wechselstrom
	Wechselstrom (3-phasig)
	Erdung
	Masseanschluss
	Sicherung
	Funktionserde
	Eingang
	Ausgang
	Gibt an, dass das Gerät oder die Einheit für Schäden aufgrund elektrostatischer Entladung anfällig ist.

2.7 Transportsymbole

Die folgenden Transportsymbole und die zugehörigen Hinweise können auf den Etiketten auf der Verpackung vorhanden sein, in der Geräte und Geräteteile geliefert werden.

Symbol	Beschreibung
	Bitte aufrecht stellen!
	Trocken halten!
	Zerbrechlich!
	Keine Haken verwenden!
	Obere Temperaturgrenze
	Untere Temperaturgrenze
	Temperaturbegrenzung

3 Systemüberblick

Das Alliance iS HPLC System ist das erste spezielle HPLC-System, das für das Waters Empower Chromatographiedatensystem (CDS) entwickelt wurde und eine Verbesserung der Ergebnisse für die QC erzielen kann.

Mit speziell entwickelten Funktionen hilft Ihnen dieses System, Ineffizienzen und Komplexität zu reduzieren, die Erfolgsquote bei der Übertragung und Migration von Methoden zu verbessern und zeitnahe Ergebnisse zu gewährleisten:

- Intuitives Vermeiden vieler häufiger Fehler
- Schnelle, einfache Hilfestellung, wenn sie benötigt wird
- Steigerung der Produktivität und Kapazität durch effektive Ressourcennutzung und zuverlässigen Betrieb
- Steigerung der Effizienz der Arbeitsabläufe und Verbesserung der Qualität
- Verbesserte Datenintegrität

Das Alliance iS Bio HPLC System wurde speziell für QC-Labore in der Biopharmazeutik entwickelt. Der Flussweg wurde unter Verwendung biokompatibler Materialien wie MP35N und Titan (Ti) zusammen mit der bioinerten MaxPeak HPS Technologie ausgelegt, um eine belastbare und dauerhafte Leistung selbst für die anspruchsvollsten biopharmazeutischen Applikationen zu gewährleisten. In Kombination mit der MaxPeak HPS Technologie bietet das Alliance iS Bio HPLC System:

- Verringerung der nicht-spezifischen Adsorption
- Korrosionsbeständige Materialien
- Standardmäßige Fehlerreduzierung
- Bei Bedarf schnelle und intuitive Hilfestellung
- Schnellere, reproduzierbarere Ergebnisse
- Verbesserte Datenintegrität

3.1 Systemmerkmale

Zu den wichtigsten Systemfunktionen gehören ein intuitiver Touchscreen und eine intelligente Säulenfunktionen.

Das Alliance iS System bietet eine Reihe neuer und einzigartiger Funktionen:

- Ein System, das für die Waters Empower Software Suite (Empower) entwickelt wurde (siehe [Empower Funktionen \(Seite 59\)](#))
- Ein bedienerfreundlicher, hochentwickelter Touchscreen, der in die Empower Software integriert ist (siehe [Funktionen des Touchscreens \(Seite 54\)](#))
- Beleuchtung des Systemstatus über den Touchscreen
- Farbcodierte Klemmen der Lösungsmittelkapillaren für Ordnung und Rückverfolgbarkeit
- Die App Intelligent Method Translator (iMTA) (siehe [Intelligent Method Translator \(Seite 59\)](#))
- eConnect HPLC Säulen (siehe [eConnect Technologie \(Seite 53\)](#))
- waters_connect System Monitoring über die waters_connect Cloud Platform
- Integrierte intelligente Technologie, verknüpft mit dem neuen Waters Help Center
- Korrosionsbeständig und bioinert (nur Alliance iS Bio HPLC System)

3.1.1 Injektor mit Durchflussnadel

Der FTN-Mechanismus erleichtert den Transfer von LC-Methoden und verbessert die Injektionsgenauigkeit.

Mit dem FTN-Mechanismus des Sample Managers wird eine Probe angesaugt und bis zur Injektion der Probe auf die Säule in der Probenadel gehalten. Die Nadel fungiert bei der Aufgabe der Probe auf die Säule als Teil des Injektionsflusses.

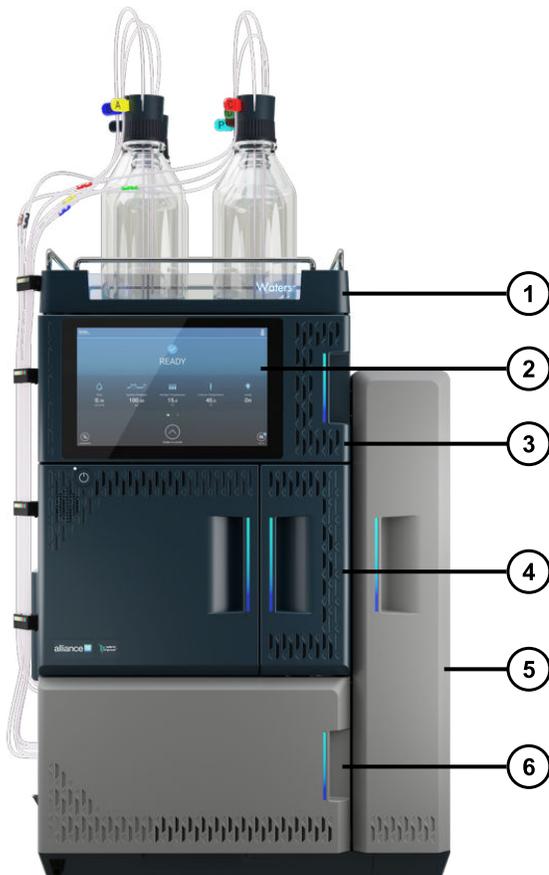
Der FTN-Mechanismus verkürzt die Zykluszeit für Injektionen kleiner Volumina und erfordert kein Erlernen neuer Injektionsmodi. Während der Injektion fließen mobile Phasengradienten durch die Nadel, so dass eine vollständige Wiederfindung der Probe gewährleistet ist.

3.2 Systemkomponenten

Die Kernmodule des Systems sind ein Sample Manager, eine Pumpe und ein Säulenraum.

Die folgende Abbildung zeigt das System, das die Kernmodule und einen Detektor umfasst.

Abbildung 3–1: Alliance iS Systemkomponenten



- ① Flaschenhalter
- ② Touchscreen
- ③ Detektor
- ④ Sample Manager
- ⑤ Säulenraum
- ⑥ Pumpe

Das System enthält die folgenden Kernmodule:

Hinweis: Der Bereich innerhalb des Systemgehäuses, in dem der Sample Manager und die Pumpe untergebracht sind, wird als Integrierte Flüssigkeitsmodul-Einheit (Integrated Fluidics Module, IFM) bezeichnet.

- Sample Manager: Durchflussnadel (SM-FTN) (siehe [Funktionen des Sample Managers \(Seite 45\).](#))
- Pumpe: Quaternärer Solvent Manager (QSM) (siehe [Pumpenfunktionen \(Seite 52\).](#))
- Säulenraum: Säulenofen/Säulenkühler (CHC) (siehe [Funktionen des Säulenofens/Säulenkühlers \(Seite 52\).](#))

Zusätzlich zu den Kernmodulen enthält das System einen einstellbaren UV-Detektor (TUV) oder einen Photodiodenarraydetektor (PDA-Detektor). Siehe [Funktionen des TUV-Detektors \(Seite 28\)](#) oder [Funktionen des PDA-Detektors \(Seite 35\)](#).

3.2.1 Funktionen des TUV-Detektors

Der Detektor ist ein integraler Bestandteil eines Waters Chromatographiesystems.

Der einstellbare optische Alliance iS TUV Detektor ist ein Zweikanal-Detektor mit UV/Vis-Absorption (UV/Vis-Detektor). Der Detektor wird von Empower gesteuert und ist mit einer analytischen Flusszelle mit einem Volumen von 16,3 µL und einer Weglänge von 10 mm ausgestattet.

Die Konstruktion der Flusszelle basiert auf der TaperSlit Technologie von Waters.

Funktionen des Detektors:

- Verbesserte Äquilibrierungs- und Aufwärmzeit
- Verbesserte Empfindlichkeit durch die patentierte TaperSlit Flusszelle, die Licht für einen besseren Energiedurchsatz durch die Zelle leitet
- Lampenoptimierung für die beste Leistung während der Lebensdauer einer Deuteriumlampe
- Leistung bei niedrigem Basislinienrauschen (< 5 µAU)
- Verbesserte und neue Funktion, um die Auswirkungen von Änderungen der Umgebungstemperatur abzumildern (siehe folgende Tabelle der Funktionen)
- Flexible Frequenz der Abtastrate von 1 bis 160 Hz für normale und schnelle LC-Trennungen
- Die unabhängige Optimierung der Frequenz der Abtastrate und Filterzeitkonstanten ermöglicht es Ihnen, den Detektor auf Ihre Trennziele abzustimmen

Tabelle 3–1: Funktionen des TUV-Detektors

Funktion	Beschreibung
Zwei Betriebsmodi	Einzel- oder Dual-Wellenlänge (Siehe Einzel-Wellenlängen-Modus (Seite 33) oder Dual-Wellenlängen-Modus (Seite 34).)
Automatischer Filter zweiter Ordnung	Unterstützt die Standardabsorption, UV/Vis- und Spektrenscan-Funktion
Vollständige Diagnosefunktion	Unterstützt integrierte Diagnosetools zur Optimierung von Funktionalität und Leistung

Tabelle 3–1: Funktionen des TUV-Detektors (Fortsetzung)

Funktion	Beschreibung
Kontrolle der thermischen Basislinienverschiebung (verbessert) und aktive Temperatursteuerung (neu)	Reduzierte Leistungsprobleme hinsichtlich Änderungen der Umgebungstemperatur (Siehe Kontrolle der thermischen Basislinienverschiebung und aktive Temperatursteuerung mithilfe des TUV-Detektors (Seite 35).)
Für die optionale Küvettenzelle: Einschränkung: Sie müssen die Flusszelle des Detektors entfernen, bevor Sie eine Küvettenzelle einsetzen.	
Qualifizierung der Küvette	Erleichtert die Qualifizierung des Detektors durch das Einführen eines Standards in eine Küvette. Diese Funktion wird von den Qualifizierungskits von Waters unterstützt, die Sie erwerben können (optionale Küvette separat erhältlich).
Probenanalyse mit der Küvette	Ermöglicht die Aufzeichnung des Spektrums einer beliebigen Probe in der Küvette

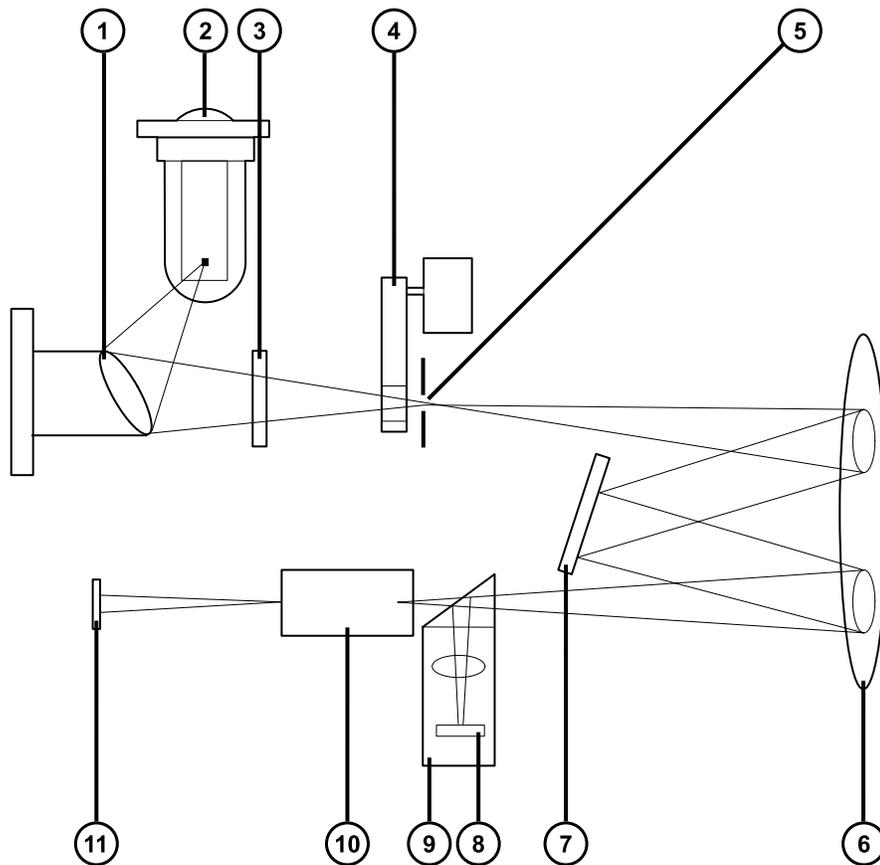
3.2.1.1 TUV-Detektoroptik

Die Optik des Detektors basiert auf einem Fastie-Ebert-Monochromator.

Die folgende Abbildung zeigt die Komponenten, aus denen die Einheit der Detektoroptik besteht.

Hinweis: Zusätzlich zu dem, was in der Abbildung gezeigt wird, umfasst die Detektoroptik auch eine Blende, einen Filter für die Wellenlängenkalibrierung und einen Filter zweiter Ordnung.

Abbildung 3–2: Einheit der Detektoroptik



- ① Spiegel
- ② Deuteriumlampe (D2) mit hoher Helligkeit
- ③ Fenster
- ④ Filterrad
- ⑤ Spalt
- ⑥ Spiegel
- ⑦ Gitter
- ⑧ Referenzphotodiode
- ⑨ Strahlteiler
- ⑩ TaperSlit Flusszelle

3.2.1.1.1 Anordnung des Lichtwegs in der optischen Einheit des TUV

Der TUV-Detektor zeichnet sich durch ein gut funktionierendes Design aus, das für einen außergewöhnlich hohen Lichtdurchsatz sorgt.

Der TUV-Detektor funktioniert wie folgt:

1. Ein Spiegel sammelt das Licht von der Lampe und fokussiert es durch das Filterrad auf den Eintrittsspalt. Ein weiterer Spiegel richtet Licht auf das Gitter, während ein Teil dieses Spiegels gestreutes Licht einer bestimmten Wellenlänge, das durch den Gitterwinkel bestimmt wird, auf den Eingang der Flusszelle fokussiert. Licht tritt aus der Flusszelle aus und fällt auf die Probenphotodiode.
2. Der Strahlenteiler, der sich direkt vor der Flusszelle befindet, leitet einen Teil des Lichts auf eine Referenzphotodiode.
3. Wenn Sie über den Touchscreen des Systems (oder über die Empower Software) eine neue Wellenlänge eingeben, wird das Gitter in die entsprechende Position gedreht.
4. Die Ströme der Photodioden werden integriert und zur Prozessierung des Signals durch die Elektronik digitalisiert und an einen Computer oder Integrator ausgegeben.

3.2.1.1.2 Rauschfilterung

Um das Rauschen zu minimieren, verfügt der Detektor über einen Hamming-Filter.

Beim Hamming-Filter des Detektors handelt es sich um einen digitalen Filter mit endlicher Impulsantwort (FIR-Filter), der eine Abnahme der Peakhöhe bewirkt und eine effizientere Filterung hochfrequenten Rauschens ermöglicht.

Das Verhalten des Filters hängt von der Filterzeitkonstante ab, die Sie ausgewählt haben. Die Programmieroptionen für die Filter im Methodeneditor sind No Filter (Kein Filter), Slow (Langsam), Normal, Fast (Schnell) und Custom (Benutzerdefiniert). Bei Auswahl von Slow (Langsam), Normal oder Fast (Schnell) ist es nicht erforderlich, manuell einen Wert einzugeben. Die Filterkonstante wird durch die Frequenz der Abtastrate bestimmt. Bei Auswahl von Custom (Benutzerdefiniert) können Sie einen Wert eingeben; der eingegebene Wert wird jedoch je nach Frequenz der Abtastrate auf- oder abgerundet. Durch die Auswahl von No Filter (Kein Filter) oder Custom (Benutzerdefiniert) und die Eingabe eines Wertes von 0,0 wird jegliche Filterung deaktiviert.

Die Zeitkonstante des Filters passt das Zeitfenster des Filters an, das die Daten filtert, und steuert so das Ausmaß der Basislinienglättung und die Auswirkung auf die Abnahme der Peakhöhe. Durch die Optimierung dieses Parameters in der Methode wird sichergestellt, dass für eine bestimmte Applikation die höchsten Signal-Rausch-Verhältnisse erzielt werden.

Schnellere Einstellungen der Zeitkonstante bewirken Folgendes:

- Schmale Peaks mit minimaler Peakverzerrung und zeitlicher Verzögerung
- Sehr kleine Peaks sind schwieriger vom Basislinienrauschen zu unterscheiden
- Es wird weniger Basislinienrauschen entfernt

Langsamere Einstellungen der Zeitkonstante bewirken Folgendes:

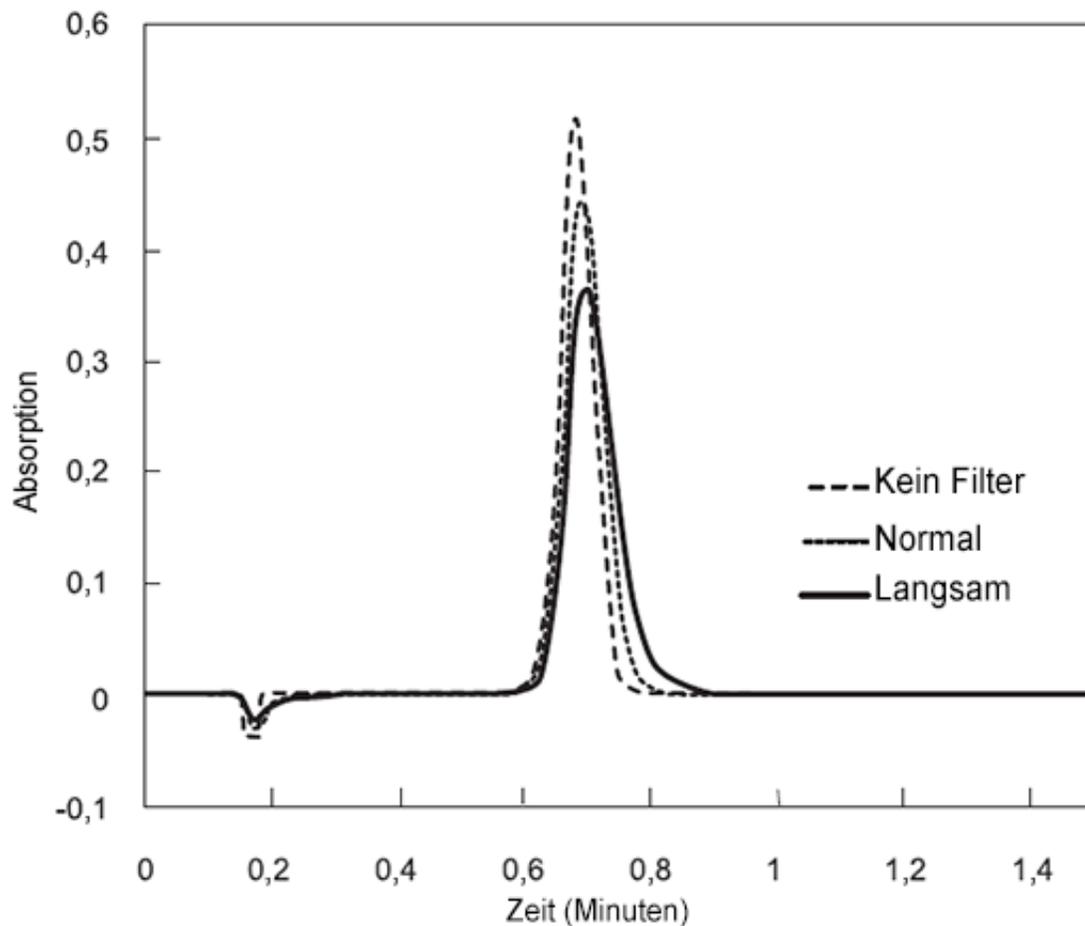
- Das Basislinienrauschen wird in starkem Maße verringert
- Verkürzte und verbreiterte Peaks

Tipp: Obwohl die Peakform eine Verzerrung aufweist und die Signalausgabe mit verschiedenen Filterzeitkonstanten verzögert ist, bleibt die Peakfläche gleich.

Bei jeder Frequenz der Abtastrate enthält die Software schnelle oder normale Filterkonstanten, die für Applikationen mit hoher Geschwindigkeit bzw. hoher Empfindlichkeit geeignet sind.

Die folgende Abbildung zeigt die Beziehung zwischen einer erhöhten Zeitkonstante des Filters und der Absorption.

Abbildung 3–3: Vergleich der Filterzeitkonstanten



3.2.1.2 Überprüfen und Test der Wellenlängen des TUV Detektors

Wenn Sie den Detektor kontinuierlich betreiben, empfiehlt Waters, die Wellenlängenüberprüfung wöchentlich durchzuführen.

Die Deuterium-Bogenlampe des Detektors und der eingebaute Erbiumfilter weisen im Transmissionsspektrum Peaks bei bekannten Wellenlängen auf. Beim Start überprüft der Detektor die Kalibrierung, indem die Positionen dieser Peaks mit den erwarteten Wellenlängen auf der Grundlage der gespeicherten Kalibrierdaten verglichen werden. Wenn die Ergebnisse dieser Überprüfung um mehr als 1,0 nm von der gespeicherten Kalibrierung abweichen, zeigt der Detektor eine `Wavelength Verification Failure` (Fehlermeldung für die Wellenlängenmessung) an. Der Detektor führt bei Bedarf beim Starten anstatt einer erneuten Kalibrierung eine Überprüfung durch, um zu vermeiden, dass aufgrund von Rückständen in der Flusszelle Fehler auftreten.

Sie können jederzeit eine manuelle Wellenlängenkalibrierung durchführen. Bei einer manuellen Kalibrierung werden die vorhandenen Kalibrierdaten durch neue Daten ersetzt.

Die Algorithmen zur Überprüfung und Kalibrierung sind praktisch identisch. Der Überprüfungsalgorithmus kann jedoch eine Fehlermeldung ausgeben, die darauf hinweist, dass die aktuellen Daten nicht mit den gespeicherten Daten übereinstimmen. Mit dem Kalibrierungsalgorithmus hingegen werden die gespeicherten Daten durch neue Daten ersetzt.

Bei der Wellenlängenüberprüfung des Detektors wird mit Hilfe eines Sensors für die Nullstellung des Gitters eine ungefähre Ausgangsposition ermittelt. Nach der Festlegung der Ausgangsposition sucht der Detektor im Emissionsspektrum der Deuteriumlampe nach dem Peak bei 656,1 nm und verwendet diesen als Referenz.

Der integrierte Erbiumfilter wird vor dem Eintrittsspalt der Flusszelle in den gemeinsamen Lichtweg bewegt, so dass der Detektor bei den folgenden Wellenlängen drei weitere spektrale Merkmale findet:

- 256,7 nm (UV)
- 379,0 nm
- 521,5 nm

Für die Überprüfungstests des Detektors sind 5 Minuten Aufwärmzeit für die Lampe erforderlich.

3.2.1.3 Betriebsmodi

Die Detektorfunktionen umfassen zwei Betriebsmodi.

Der Detektor kann im Einzel- oder Dual-Wellenlängen-Modus betrieben werden und gestattet Spektrenscans unter Verwendung einer Flusszelle oder einer optionalen Küvette.

(Steuerungsinformationen zu dieser Softwareumgebung finden Sie unter *Empower online Information System* (Empower Online-Informationssystem).)

3.2.1.3.1 Einzel-Wellenlängen-Modus

Der Einzel-Wellenlängen-Modus ist die Standardbetriebsart des Detektors.

Der Detektor ermöglicht die Beobachtung einer einzelnen Wellenlänge über den Bereich von 190 nm bis 700 nm, die auf Kanal A in Schritten von 1 nm einstellbar ist.

In diesem Modus wird für Wellenlängen ab 370 nm automatisch der optische Filter zweiter Ordnung aktiviert. Für Wellenlängen unterhalb von 370 nm wird der Filter dagegen deaktiviert. Dieser Filter verhindert, dass unerwünschtes UV-Licht auf das Beugungsgitter auftrifft und die Absorptionsdetektion oberhalb von 370 nm stört.

Wenn Sie den Detektor in diesem Modus verwenden, können Sie die zusätzlichen in der folgenden Tabelle aufgeführten Parameter konfigurieren und eine Ereignistabelle für den Detektor einrichten.

Tabelle 3–2: Einzel-Wellenlängen-Modus, konfigurierbare Parameter

Parameter	Beschreibung
Lamp (Lampe)	Stellen Sie die Lampe des Detektors auf Ein oder Aus
Data rate (Hz) (Datenrate (Hz))	Geben Sie eine Abtastfrequenz bis zu 160 Hz an (Einzelkanal, 2 Hz für Zweikanal).
Wavelength A (nm) (Wellenlänge A (nm))	Dient zur Festlegung einer Wellenlänge für Kanal A im Bereich von 190 bis 700 nm in Schritten von 1 nm Hinweis: Wenn sich der Detektor im Modus Duale Wellenlänge befindet, wird außerdem der Wert von Wellenlänge B angezeigt.
Filter time constant (s) (Filterzeitkonstante (s))	Programmiert eine Filterzeit. Die Optionen sind No Filter (Kein Filter), Slow (Langsam), Normal, Fast (Schnell) und Custom (Benutzerdefiniert) (ausführliche Informationen zu diesem Parameter, diesen Einstellungsoptionen und den verschiedenen erzeugten Effekten finden Sie unter Rauschfilterung (Seite 31)).
Autozero (Nullabgleich) (zwei Optionen): <ul style="list-style-type: none"> Nullabgleich bei Injektionsstart Nullabgleich bei Wellenlängenänderungen 	Einstellen des Zeitpunkts eines Nullabgleichs (setzt die Offsets des Detektors zurück)

3.2.1.3.2 Dual-Wellenlängen-Modus

Im Dual-Wellenlängen-Modus kann der Detektor zwei Wellenlängen erfassen, eine auf Kanal A und eine weitere auf Kanal B.

Da die Abtastfrequenz auf 1 oder 2 Hz reduziert ist, ist die Verwendung des Dual-Wellenlängen-Modus auf eine eher standardmäßige Chromatographie beschränkt, bei der Peakbreiten mindestens 20 Sekunden betragen, um eine vollständige Charakterisierung eines Peaks zu ermöglichen.

Für diesem Modus gilt Folgendes:

- Wenn beide ausgewählten Wellenlängen über 370 nm liegen, kommt automatisch der Filter zweiter Ordnung zum Einsatz, um unerwünschtes UV-Licht herauszufiltern.
- Wenn beide ausgewählten Wellenlängen unterhalb von oder bei 370 nm liegen, wird der Filter zweiter Ordnung deaktiviert.
- Wenn eine der ausgewählten Wellenlängen unterhalb von 370 nm liegt und die andere darüber, kommt der Filter zweiter Ordnung nicht zum Einsatz und es wird eine Warnmeldung ausgegeben, die Sie darauf hinweist, dass die für die Wellenlänge oberhalb von 370 nm erfassten Daten infolge möglicher Störungen durch UV-Licht ungenau sein können (UV-Effekte).

3.2.1.4 Arbeiten mit der Küvette

Die optionale Detektorküvette dient dazu, das Absorptionsspektrum einer Probe in einer Küvette zu messen.

Hinweis: Dieser Abschnitt bezieht sich nur auf die Verwendung der optionalen Küvette.

So erstellen und speichern Sie ein Spektrum:

1. Nehmen Sie einen Null-Scan auf, bei dem die Absorption des Inhalts der Küvette im gewünschten Wellenlängenbereich gemessen wird.
2. Nehmen Sie einen Proben-Scan (Absorptionsscan) auf, bei dem die Absorption des in der Lösung gelösten Analyten gemessen wird.

Ergebnis: Der Null-Scan wird vom Proben-Scan subtrahiert, um so das Probenspektrum zu erstellen.

3.2.1.5 Kontrolle der thermischen Basislinienverschiebung und aktive Temperatursteuerung mithilfe des TUV-Detektors

Diese integrierten Detektorfunktionen reduzieren Leistungsprobleme hinsichtlich Änderungen der Umgebungstemperatur.

Kontrolle der thermischen Drift (verbessert) – Damit die Basislinie von Temperaturänderungen unbeeinträchtigt bleibt, ist der Detektor mit Isolierung, Lüfter, Heizung, Blende und einer aktiven thermischen Steuerung ausgestattet.

Aktive thermische Steuerung (neu) – Damit die Basislinie bei Temperaturänderungen stabil bleibt, steuert der Detektor aktiv die Temperatur der optischen Bank.

3.2.2 Funktionen des PDA-Detektors

Der Detektor ist ein integraler Bestandteil eines Waters Chromatographiesystems.

Der Alliance iS Photodiodenarraydetektor (PDA) ist ein optischer Detektor, der gleichzeitig 2D- und 3D-Aufnahmen durchführen kann. Der Detektor wird von Empower gesteuert und ist mit

einer analytischen Flusszelle mit einem Volumen von 8,4 µL und einer Weglänge von 10 mm ausgestattet.

Die Konstruktion der Flusszelle basiert auf der TaperSlit Technologie von Waters.

Funktionen des Detektors:

- Verbesserte Äquilibrierungs- und Aufwärmzeit
- Verbesserte Empfindlichkeit durch die patentierte TaperSlit Flusszelle, die Licht für einen besseren Energiedurchsatz durch die Zelle leitet
- Durch einen Stellantrieb gesteuerter variabler Spalt
- ID von Lampe, Flusszelle und optischem Filter
- Küvettenoptionen
- Präzise Ausrichtung des Gitters
- Thermische Isolierung und Steuerung
- Bestätigung der Ausgangsstellung
- Lampenoptimierung für die beste Leistung während der Lebensdauer einer Deuteriumlampe
- Leistung bei niedrigem Basislinienrauschen (< 10 µAU)
- Verbesserte und neue Funktion, um die Auswirkungen von Änderungen der Umgebungstemperatur abzumildern (siehe folgende Tabelle der Funktionen)
- Flexible Frequenz der Abtastrate von 1 bis 160 Hz für normale und schnelle LC-Trennungen
- Die unabhängige Optimierung der Frequenz der Abtastrate und Filterzeitkonstanten ermöglicht es Ihnen, den Detektor auf Ihre Trennziele abzustimmen

Tabelle 3–3: Funktionen des PDA-Detektors

Funktion	Beschreibung
Automatischer Filter zweiter Ordnung	Unterstützt die Standardabsorption, UV/Vis- und Spektrescan-Funktion
Vollständige Diagnosefunktion	Unterstützt integrierte Diagnosetools zur Optimierung von Funktionalität und Leistung
Kontrolle der thermischen Basislinienverschiebung (verbessert) und aktive Temperatursteuerung (neu)	Reduzierte Leistungsprobleme durch Änderungen der Umgebungstemperatur (Siehe Kontrolle der thermischen Basislinienverschiebung und aktive Temperatursteuerung mithilfe des PDA-Detektors (Seite 41).)
Qualifizierung der Küvette	Erleichtert die Qualifizierung des Detektors durch das Einführen eines Standards in eine Küvette. Diese Funktion wird von den Qualifizierungskits von Waters unterstützt,

Tabelle 3–3: Funktionen des PDA-Detektors (Fortsetzung)

Funktion	Beschreibung
	die Sie erwerben können (optionale Küvette separat erhältlich).
Probenanalyse mit der Küvette	Ermöglicht die Aufzeichnung des Spektrums einer beliebigen Probe in der Küvette

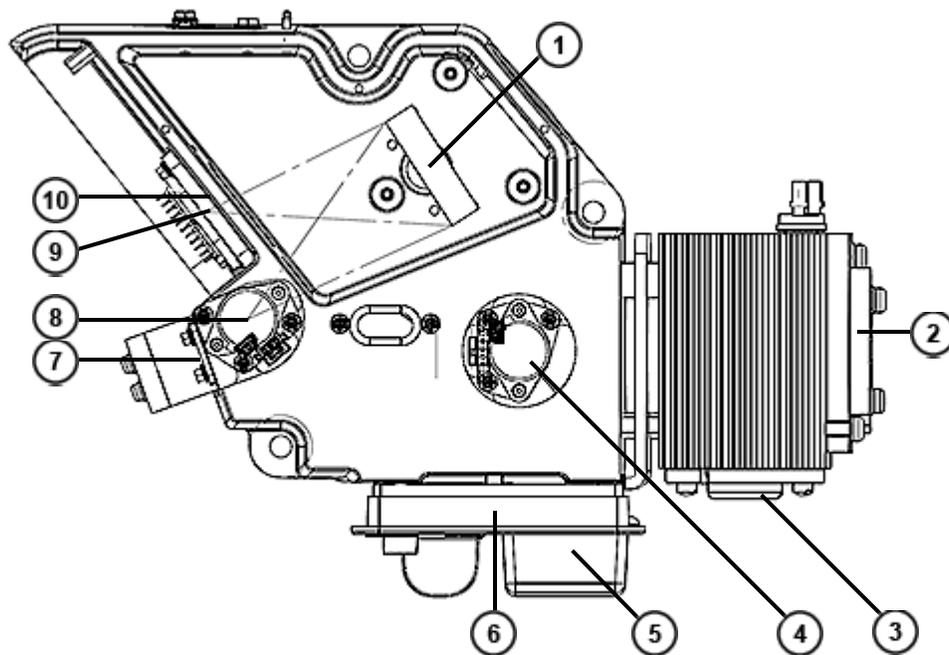
3.2.2.1 Optik des PDA-Detektors

Die optische Bank des PDA-Detektors lenkt das Licht durch die zu untersuchende Lösung und trennt diese für die Analyse auf.

Der Detektor ist ein Spektrophotometer für ultraviolettes/sichtbares Licht (UV/Vis). Der Detektor arbeitet mit einem Array von 518 Photodioden in einem Bereich zwischen 190 und 800 nm.

In der Abbildung unten wird der Lichtweg durch die optische Einheit des Detektors dargestellt.

Abbildung 3–4: Anordnung des Lichtwegs in der optischen Einheit



- ① Gitter – Streut das Licht in Wellenlängenbanden und fokussiert sie auf die Ebene der Photodiodenanordnung.
- ② Spiegel M1 – Bündelt das Licht der Deuterium-Lichtquelle.

- ③ Lampe – Deuterium-Lichtquelle.
- ④ Filterschirm/Blende – Schirmpositionen zur Messung der Energien bei offenem Strahl (Probe) und blockiertem (dunklem) Strahl und eine dritte zur Wellenlängenüberprüfung.
- ⑤ Küvettenhalter – Sorgt für Stabilität und korrekte Ausrichtung der Küvette im Detektor und lässt Licht für eine präzise Analyse durch die Probe.
- ⑥ Flusszelle – Enthält den Abschnitt des Flusswegs (enthält Eluent und Probe), den der polychromatische Lichtstrahl durchläuft.
- ⑦ Spektrometerspiegel und Maske – Der Spiegel fokussiert das durch die Flusszelle geleitete Licht auf den Spalt am Eingang des spektrometrischen Teils der Optik. Die Spiegelmaske legt die Größe des Strahls am Gitter fest.
- ⑧ Variabler Spalt – Bestimmt die Auflösung und Menge des Lichts, das auf den PDA-Sensor trifft. Kleinere Spaltbreiten führen zu einem kleineren, schärferen Bild, das eine bessere Auflösung ergibt, aber mit einem geringeren Lichtdurchsatz. Größere Spaltbreiten haben einen höheren Lichtdurchsatz, was die Empfindlichkeit und das Rauschen auf Kosten einer geringeren Auflösung verbessern kann. Die Breite des Spalts ist variabel, der Standardwert ist jedoch 50 μm .
- ⑨ Photodiodenarraysensor (PDA) – Ein lineares Array aus 518 Photodioden mit einer Breite von 50 μm , das die Intensität des gestreuten Lichts als Funktion der Position auf dem Sensor misst. Durch die Kalibrierung können die Positionsdaten in Wellenlängen umgewandelt werden, um Spektraldaten zu erzeugen.
- ⑩ Ordnungsfilter – Verringert den Beitrag der Beugung zweiter Ordnung von UV-Licht (kleiner als 370 nm) zur Lichtintensität, die bei sichtbaren Wellenlängen (größer als 345 nm) beobachtet wird.

3.2.2.1.1 Anordnung des Lichtwegs in der optischen Einheit des PDA

Der Detektor zeichnet sich durch ein gut funktionierendes Design aus, das für einen außergewöhnlich hohen Lichtdurchsatz sorgt.

Der Detektor funktioniert wie folgt:

1. Das von der Deuteriumlampe emittierte Licht wird durch einen elliptischen Spiegel erneut in die Flusszelle fokussiert.
2. Der Lichtstrahl fächert sich dann auf und füllt das Gitter aus. Dieses zerlegt den Strahl in seine einzelnen Wellenlängen, die anschließend auf dem PDA-Sensor wieder fokussiert werden.

3.2.2.1.2 Rauschfilterung

Um das Rauschen zu minimieren, verfügt der Detektor über einen Hamming-Filter.

Beim Hamming-Filter des Detektors handelt es sich um einen digitalen Filter mit endlicher Impulsantwort (FIR-Filter), der eine Abnahme der Peakhöhe bewirkt und eine effizientere Filterung hochfrequenten Rauschens ermöglicht.

Das Verhalten des Filters hängt von der Filterzeitkonstante ab, die Sie ausgewählt haben. Die Programmieroptionen für die Filter im Methodeneditor sind No Filter (Kein Filter), Slow (Langsam), Normal, Fast (Schnell) und Custom (Benutzerdefiniert). Bei Auswahl von Slow (Langsam), Normal oder Fast (Schnell) ist es nicht erforderlich, manuell einen Wert einzugeben. Die Filterkonstante wird durch die Frequenz der Abtastrate bestimmt. Bei Auswahl von Custom (Benutzerdefiniert) können Sie einen Wert eingeben; der eingegebene Wert wird jedoch je nach Frequenz der Abtastrate auf- oder abgerundet. Durch die Auswahl von No Filter (Kein Filter) oder Custom (Benutzerdefiniert) und die Eingabe eines Wertes von 0,0 wird jegliche Filterung deaktiviert.

Die Zeitkonstante des Filters passt das Zeitfenster des Filters an, das die Daten filtert, und steuert so das Ausmaß der Basislinienglättung und die Auswirkung auf die Abnahme der Peakhöhe. Durch die Optimierung dieses Parameters in der Methode wird sichergestellt, dass für eine bestimmte Applikation die höchsten Signal-Rausch-Verhältnisse erzielt werden.

Schnellere Einstellungen der Zeitkonstante bewirken Folgendes:

- Schmale Peaks mit minimaler Peakverzerrung und zeitlicher Verzögerung
- Sehr kleine Peaks sind schwieriger vom Basislinienrauschen zu unterscheiden
- Es wird weniger Basislinienrauschen entfernt

Langsamere Einstellungen der Zeitkonstante bewirken Folgendes:

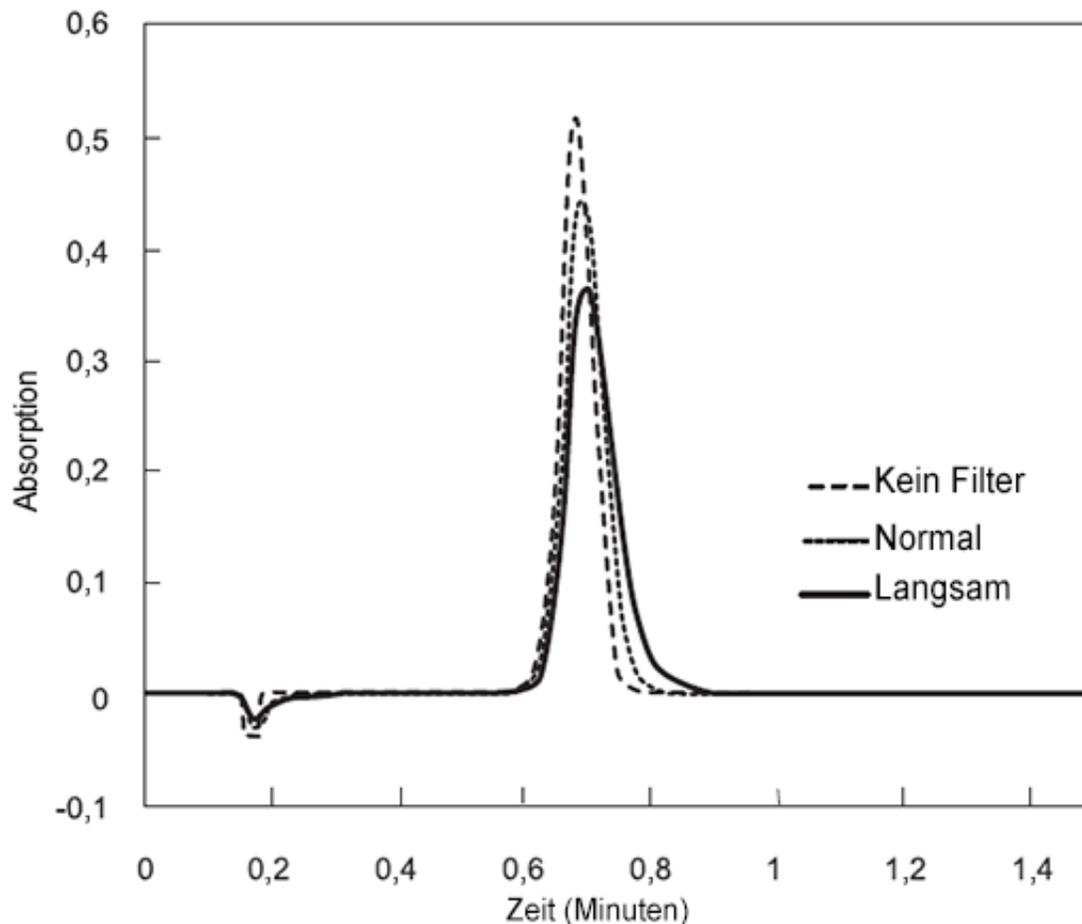
- Das Basislinienrauschen wird in starkem Maße verringert
- Verkürzte und verbreiterte Peaks

Tipp: Obwohl die Peakform eine Verzerrung aufweist und die Signalausgabe mit verschiedenen Filterzeitkonstanten verzögert ist, bleibt die Peakfläche gleich.

Bei jeder Frequenz der Abtastrate enthält die Software schnelle oder normale Filterkonstanten, die für Applikationen mit hoher Geschwindigkeit bzw. hoher Empfindlichkeit geeignet sind.

Die folgende Abbildung zeigt die Beziehung zwischen einer erhöhten Zeitkonstante des Filters und der Absorption.

Abbildung 3–5: Vergleich der Filterzeitkonstanten



3.2.2.2 Überprüfen und Test der Wellenlängen des PDA-Detektors

Wenn Sie den Detektor kontinuierlich betreiben, empfiehlt Waters, die Wellenlängenüberprüfung wöchentlich durchzuführen.

Die Kalibrierung des PDA-Detektors wird mithilfe von zwei spektralen Peaks von der Deuteriumlampe und drei Absorptionspeaks vom integrierten Erbiumfilter überprüft. Beim Start überprüft der Detektor die Kalibrierung, indem die Positionen dieser Peaks mit den erwarteten Wellenlängen auf der Grundlage der gespeicherten Kalibrierdaten verglichen werden. Wenn die Ergebnisse dieser Überprüfung um mehr als 1,0 nm von der gespeicherten Kalibrierung abweichen, zeigt der Detektor eine `Wavelength Verification Failure` (Fehlermeldung für die Wellenlängenmessung) an.

Für die Wellenlängenüberprüfung muss die Optik in der Flusszelle frei von Hindernissen und Verunreinigungen sein, damit das Signal zuverlässig an den Sensor übertragen werden kann. Befand sich eine Flusszelle einige Zeit im Wartezustand, können Luftblasen oder Verunreinigungen vorhanden sein, die den Lichtweg behindern und die Wellenlängenüberprüfung beeinträchtigen können. Aus Sicherheitsgründen wird der Fluss beim Starten des Geräts

nicht initiiert. Wenn die Wellenlängenüberprüfung beim Start fehlschlägt, wird empfohlen, den Überprüfungsworkflow mit gespülter Flusszelle und äquilibriertem Fluss erneut auszuführen.

Wenn die nachfolgende Überprüfung fehlschlägt, kann der PDA neu kalibriert werden. Beachten Sie, dass eine erneute Kalibrierung die Zuordnung der Spektrenbibliothek und die Peakreinheit, die mit einer vorherigen Kalibrierung durchgeführt wurden, nichtig machen kann.

3.2.2.3 Arbeiten mit der Küvette

Die optionale Detektorküvette dient dazu, das Absorptionsspektrum einer Probe in einer Küvette zu messen.

Hinweis: Dieser Abschnitt bezieht sich nur auf die Verwendung der optionalen Küvette.

So erstellen und speichern Sie ein Spektrum:

1. Nehmen Sie einen Null-Scan auf, bei dem die Absorption des Inhalts der Küvette im gewünschten Wellenlängenbereich gemessen wird.
2. Nehmen Sie einen Proben-Scan (Absorptionsscan) auf, bei dem die Absorption des in der Lösung gelösten Analyten gemessen wird.

Ergebnis: Der Null-Scan wird vom Proben-Scan subtrahiert, um so das Probenspektrum zu erstellen.

3.2.2.4 Kontrolle der thermischen Basislinienverschiebung und aktive Temperatursteuerung mithilfe des PDA-Detektors

Diese integrierten Detektorfunktionen reduzieren Leistungsprobleme hinsichtlich Änderungen der Umgebungstemperatur.

Kontrolle der thermischen Drift (verbessert) – Damit die Basislinie von Temperaturänderungen unbeeinträchtigt bleibt, ist der Detektor mit Isolierung, Lüfter, Heizung, Blende, isolierten thermischen Zonen und einer aktiven thermischen Steuerung ausgestattet.

Aktive thermische Steuerung (neu) – Damit die Basislinie bei Temperaturänderungen stabil bleibt, steuert der Detektor aktiv die Temperatur der optischen Bank und der Lampe.

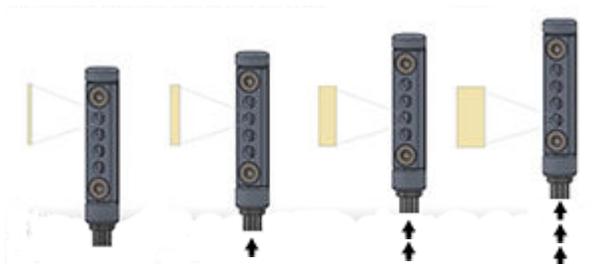
3.2.2.5 Variable Spaltbreite

Durch die variable Spaltbreite kann der Anwender Auflösung und Durchsatz abstimmen, um optimale Analyseergebnisse zu erhalten.

Beim Alliance iS PDA Detektor kann über einen Stellantrieb der variable Spalt verändert werden. Die verfügbaren Spaltbreiten sind:

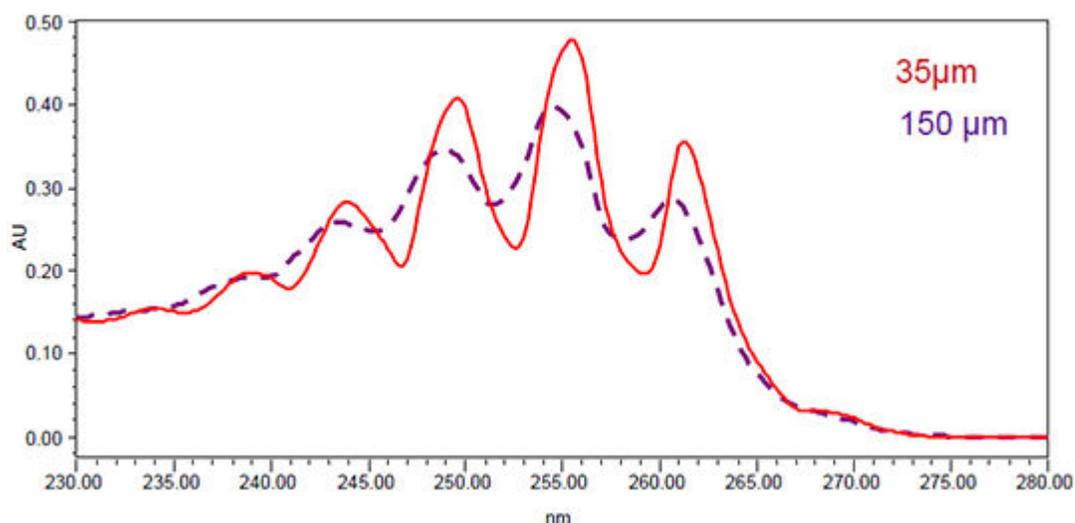
- 35 µm
- 50 µm (Standard)
- 100 µm
- 150 µm

Abbildung 3–6: Variable Spaltbreiten beim Alliance iS PDA



Ein schmalerer Spalt maximiert die spektrale Peak-Auflösung, während ein breiterer Spalt das Signal im Verhältnis zum Rauschen maximiert und so die Empfindlichkeit verbessert.

Abbildung 3–7: Einfluss der Spaltbreite auf die Auflösung bei Benzol



Die Spalte liefern ein Energieniveau proportional zu ihrer Fläche.

3.2.2.6 Überprüfen der Kalibrierung des PDA-Detektors

Überprüfen Sie die Kalibrierung des Detektors nach dem Ersetzen einer Flusszelle oder wenn die Überprüfung beim Systemstart fehlschlägt.

Um die Kalibrierung des PDA-Detektors zu überprüfen, spülen Sie das System und lassen den Fluss zehn Minuten lang laufen, um die Flusszelle mit Lösungsmittel zu spülen und sicherzustellen, dass sie vollständig befeuchtet ist. Ein 90:10-Gemisch aus Wasser und Acetonitril wird bei 0,5 mL/min empfohlen. Wärmen Sie die Deuteriumlampe mindestens fünf Minuten lang auf und stellen Sie vor der Überprüfung sicher, dass der Betriebsstatus ON (Ein) lautet.

Wenn vor Kurzem Puffer in der Flusszelle verwendet wurden, empfiehlt Waters, zuerst mit 10 mL Wasser (HPLC-Qualität) und dann mit 10 mL eines Lösungsmittels mit niedriger Oberflächenspannung wie Methanol zu spülen (sofern mischbar mit der vorherigen mobilen Phase).

So überprüfen Sie die Kalibrierung des Detektors:

1. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **Maintain > Verify Calibration** (Warten > Kalibrierung verifizieren). Folgen Sie den Anweisungen auf dem Bildschirm, um die Verifizierung abzuschließen. Wenn die Verifizierung abgeschlossen ist, wird die Meldung `Verify Calibration Passed` (Kalibrierung verifizieren bestanden).
2. Tippen Sie auf **RE-VERIFY** (Erneut verifizieren), um den Prozess zu wiederholen, oder klicken Sie auf **DONE** (Fertig).

3.2.2.7 Kalibrieren des PDA-Detektors

Kalibrieren Sie den Detektor, wenn die Wellenlängenüberprüfung mit einer ordnungsgemäß gespülten Flusszelle fehlschlägt.

Um die Kalibrierung des Detektors durchzuführen, spülen Sie das System ein und lassen den Fluss 10 Minuten lang laufen, um die Flusszelle mit Lösungsmittel zu spülen und sicherzustellen, dass sie vollständig befeuchtet ist. Ein Wasser- und Acetonitrilgemisch (90:10) wird bei 0,5 mL/min empfohlen. Die Lampe sollte vor der Kalibrierung mindestens 5 Minuten lang aufgewärmt und sich im Zustand „ON“ (Ein) befinden.

Wenn Puffer erst kürzlich in der Flusszelle verwendet wurden, wird empfohlen, dass Sie zuerst mit 10 mL Wasser (HPLC-Qualität) spülen, dann mit 10 mL eines Lösungsmittels mit niedriger Oberflächenspannung wie Methanol (sofern mischbar mit der vorherigen mobilen Phase).

3.2.2.7.1 Erbium-Kalibrierung

Bei der Erbium-Kalibrierung wird der integrierte Erbiumfilter verwendet, um das Gerät neu zu kalibrieren. Die Erbium-Kalibrierung wird am häufigsten nach dem Austausch einer optischen Komponente durchgeführt.

Sie können eine Erbium-Kalibrierung für den PDA-Detektor über den Touchscreen des Systems durchführen.

Wichtig:

- Eine vorherige Quecksilber-Kalibrierung ist Voraussetzung für die Durchführung der Erbium-Kalibrierung.
 - Verunreinigungen in der Flusszelle können die Kalibrierung der Wellenlängen beeinträchtigen. Achten Sie darauf, dass die Flusszelle sauber ist, bevor Sie eine Kalibrierung vornehmen.
 - Dieser Vorgang kann Vergleiche mit Spektrenbibliotheken und Peakreinheitsanalysen beeinträchtigen.
1. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **HEALTH > Troubleshoot** (Zustand > Fehlerbehebung).
 2. Tippen Sie auf das Symbol des Detektors.
 3. Tippen Sie auf **Erbium Calibration** (Erbium-Kalibrierung), befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm und tippen Sie dann auf **START**, um den Kalibrierungsprozess zu starten.

Der Bildschirm zeigt die Kalibrierwerte an.

4. Tippen Sie auf **DONE** (FERTIG).

3.2.2.7.2 Quecksilber-Kalibrierung

Bei der Quecksilber-Kalibrierung wird eine spektrale Quecksilber-Argon-Kalibrierungslampe verwendet, um das Gerät zu kalibrieren oder neu zu kalibrieren. Die Quecksilber-Kalibrierung wird in der Regel im Werk durchgeführt, kann aber bei Bedarf von qualifizierten Außendiensttechnikern von Waters durchgeführt werden. Beachten Sie, dass eine erneute Quecksilber-Kalibrierung nur durchgeführt werden sollte, wenn die Erbium-Kalibrierung fehlschlägt oder die vorherigen Quecksilber-Kalibrierungsparameter gelöscht oder beschädigt wurden.

Ein Außendiensttechniker von Waters kann über den Touchscreen des Systems eine Quecksilber-Kalibrierung des PDA-Detektors durchführen.

Wichtig:

- Die Quecksilber-Kalibrierung darf nur von einem Außendiensttechniker von Waters durchgeführt werden.
- Verunreinigungen in der Flusszelle können die Kalibrierung der Wellenlängen beeinträchtigen. Achten Sie darauf, dass die Flusszelle sauber ist, bevor Sie eine Kalibrierung vornehmen.
- Dieser Vorgang kann Vergleiche mit Spektrenbibliotheken und Peakreinheitsberechnungen beeinträchtigen.

3.2.2.8 Testen des PDA-Detektors auf Rauschen und Drift

Eine verunreinigte Flusszelle oder eine Flusszelle mit Blasen können übermäßiges Rauschen und Drift verursachen.

Sie können vom Touchscreen des Systems aus einen Rausch- und Drifttest am PDA Detektor durchführen.

1. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **HEALTH > Troubleshoot** (Zustand > Fehlerbehebung).
2. Tippen Sie auf das Symbol des Detektors.
3. Tippen Sie auf **Noise and Drift Test** (Rausch- und Drifttest), befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm und tippen Sie dann auf **START**, um den Test zu starten. Auf dem Bildschirm ist **Noise and Drift Test Completed** (Rausch- und Drifttest abgeschlossen) zu lesen und es werden die Testergebnisse angezeigt.
4. Tippen Sie auf **DONE** (FERTIG).

3.2.2.9 2D- und 3D-Aufnahme

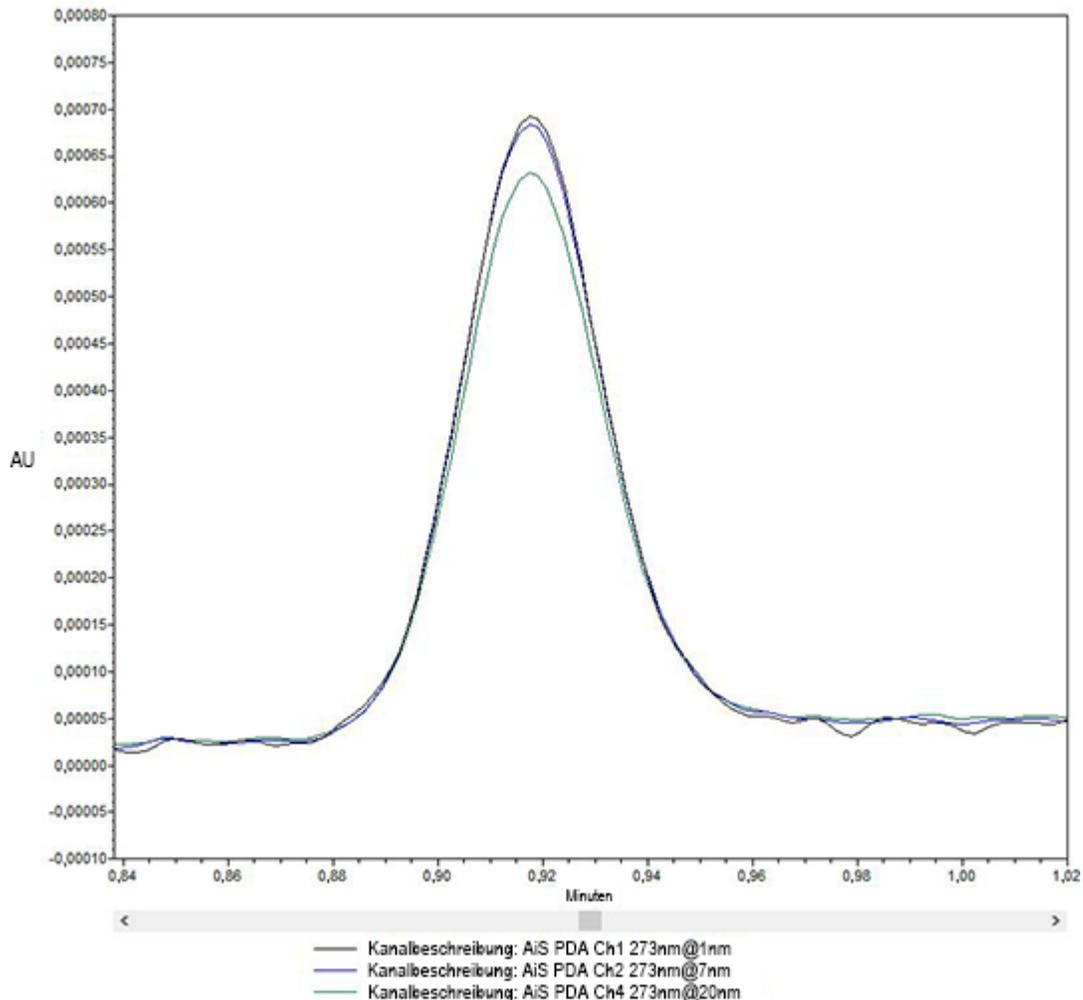
Der PDA-Detektor des Alliance iS Systems eignet sich sowohl für 2D- als auch für 3D-Aufnahmen.

Der PDA-Detektor kann simultan zwei Arten von Datenkanälen erfassen: Spektren (3D) und Chromatogramme (2D). Für optimale Ergebnisse bei Bibliotheksvergleich und Peakreinheitsanalyse stellen Sie die 3D-Auflösung auf 1 nm ein.

Bei Chromatogrammen (2D-Daten) wählen Sie eine Auflösung aus, bei der Signalamplitude, Basislinienrauschen und linearer dynamischer Bereich optimiert sind. Wenn die Wellenlänge der Aufnahme für einen Analyten dem Lambda max eines Peaks entspricht, nimmt die Peakhöhe tendenziell durch eine Erhöhung der Bandbreite ab, während gleichzeitig Basislinienrauschen und linearer dynamischer Bereichs reduziert werden.

Tipp: Eine Auflösung von 4 nm ist bei vielen Analyten effektiv.

Abbildung 3–8: Auflösungsvergleich für Koffein



3.2.3 Funktionen des Sample Managers

Der Sample Manager verwendet einen direkten Injektionsmechanismus, um Proben aus Vials und Platten in eine chromatographische Säule zu injizieren.

Der Alliance iS Sample Manager hält die Probentemperatur aufrecht, saugt präzise Proben an und injiziert diese dann mithilfe einer Durchflussnadel (FTN) in die mobile Phase. Die Nadel wird Teil des Flüssigkeitswegs, wenn die Probe auf die Säule injiziert wird. Die mobile Phase reinigt die Nadel während des Laufs, wodurch eine vollständige Wiederfindung der Probe und Verschleppung minimiert werden. Zusätzlich steuert der Mechanismus der Probenpositionierung die Position der Probenplatten in Bezug auf die Probennadel, um zusätzliches Systemvolumen zu reduzieren.

Die Standardkonfiguration unterstützt Probeninjektionsvolumina von 0,1 bis 100 µL. Optionale Erweiterungsschleifen können das Injektionsvolumen auf bis zu 2000 µL erweitern. Die Probentemperatur wird in einem Bereich von 4 °C (39,2 °F) bis 40 °C (104 °F) geregelt.

Hinweis: Eine 100-µL-Erweiterungsschleife ist in der Standardkonfiguration enthalten.

Der Sample Manager beinhaltet:

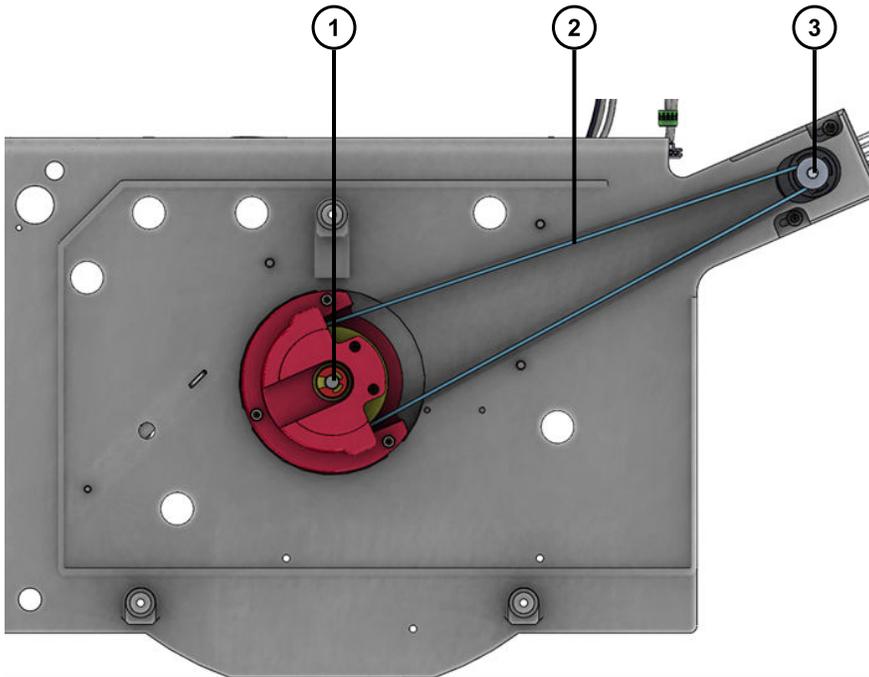
- Eine Probenkapazität von drei Platten
- Eine präzise Probenmessung
- Genaue Regulierung der Probentemperatur
- Eine außergewöhnliche Verschleppungsleistung (maximal 0,002 %)
- Einen konsistenten Lösungsmittelverbrauch
- Widerstandsfähigkeit gegen Durchstiche

3.2.3.1 Mechanismus für die Positionierung

Ein Mechanismus für die Positionierung der Nadel mit zwei Achsen saugt die Proben aus den Vials in den Probenplatten an, die der Sample Manager in eine Chromatographiesäule injiziert.

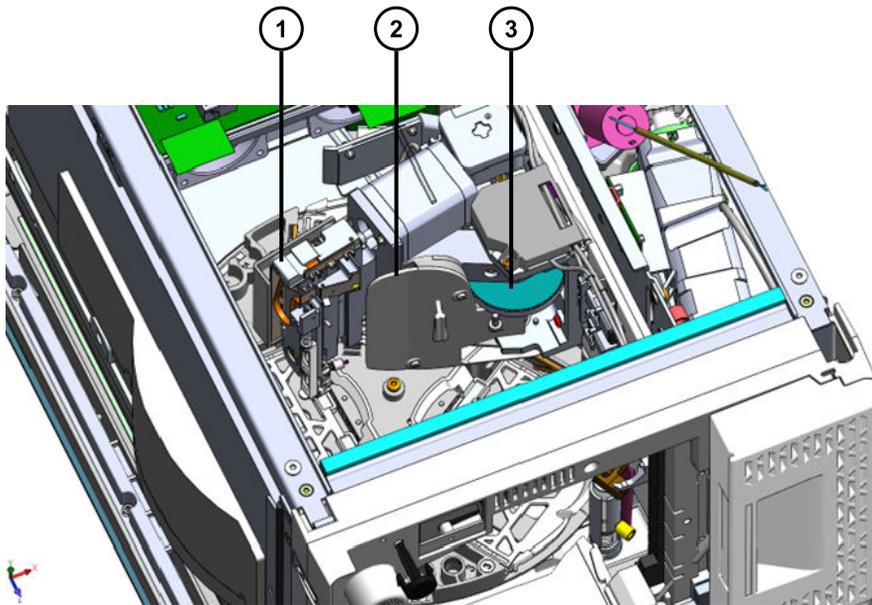
Um die Nadel auf die Vials in den Wells der Probenplatten im Probenraum auszurichten, steuern die beiden Drehachsen den Mechanismus für die Positionierung der Nadel für die Ausrichtung der Probenplatten und die relative Position des Probennadelwagens. Beide Drehachsen drehen eine Welle mithilfe eines Riemens und eines Motors. Der Nadelwagen dreht sich um ca. 90° vom Injektionsanschluss weg, während sich die Probenplatten auf einer Drehachse mit fortlaufender 360°-Rotation befinden.

Abbildung 3–9: Die zwei Drehachsen des Mechanismus für die Positionierung der Nadel, die sich unterhalb des Probenraums befinden



- ① Drehachse der Scheibe
- ② Riemen
- ③ Motorachse

Abbildung 3–10: Drehachse des Nadelwagens, die sich im Probenraum befindet



- ① Nadelwagen
- ② Nadeleinsatz
- ③ Drehachse des Nadelwagens

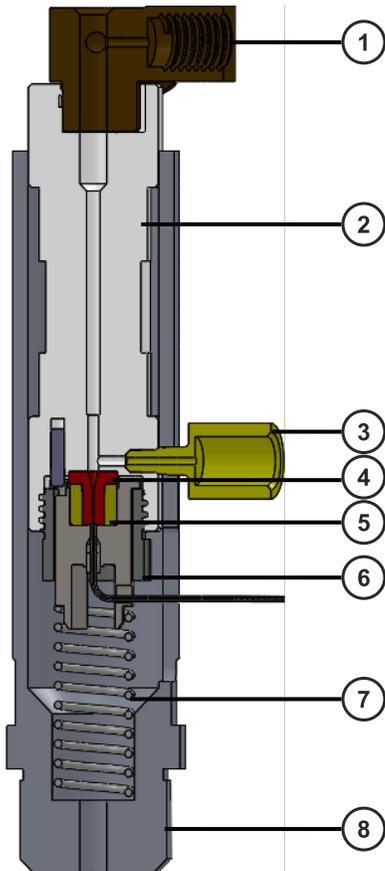
3.2.3.2 Injektionssystem

Der Injektionsflussweg umfasst die Einheiten, die zum Ansaugen einer Probe und zur anschließenden Förderung zur Säule erforderlich sind.

Am Injektionsvorgang sind die Nadel, optionale Erweiterungsschleife, Proben-/Dosierpumpe, Injektionsventil und der Injektions-/Waschanschluss beteiligt.

Hinweis: Für eine Systemkonfiguration mit mehreren Entnahmen ist ein optionales Multi-Draw-Ventil erhältlich.

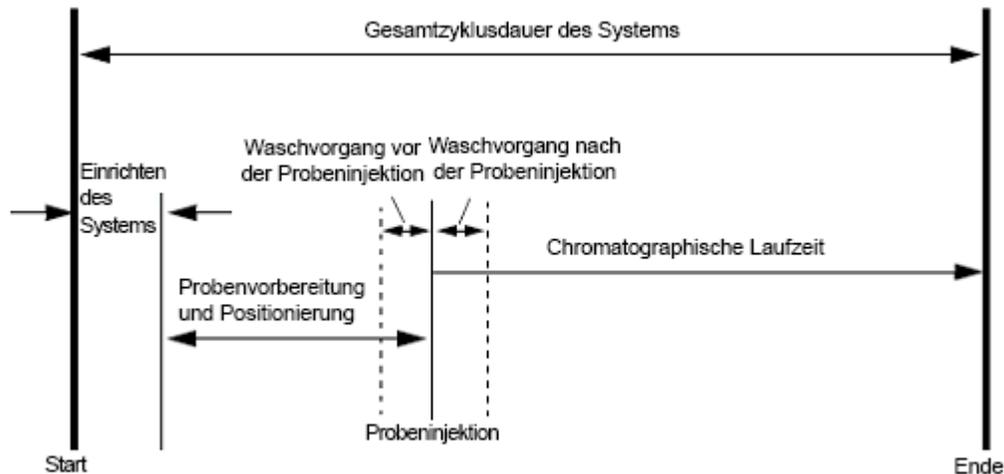
Abbildung 3–12: Nadelsitzereinheit, Querschnittsansicht



- ① Abgewinkelter Spülverteiler
- ② Haltehülse der Probenadel
- ③ Fitting
- ④ Sitz
- ⑤ Sitz für die Anschlusseinheit
- ⑥ Sicherungsmutter der Dichtungsbuchse
- ⑦ Druckfeder
- ⑧ Gehäuse der Nadelspülung

Die folgende Abbildung zeigt die Standardzyklusdauer des Injektionsmodus.

Abbildung 3–13: Standardzyklusdauer des Injektionsmodus



3.2.3.3.1 Spülsystem

Bei der Waschsequenz kann kein Waschlösungsmittel in den Probenstrom gelangen.

Das Spülsystem reinigt das Äußere der Probennadel, während sich diese innerhalb des Injektions-/Waschanschlusses befindet.

3.2.3.3.2 Einspülmodi

Der Sample Manager verfügt über drei Einspülmodi.

- Needle Wash Solvent (Waschlösungsmittel für die Nadel) – Bei der Einspülung mit Waschlösungsmittel fließt das Waschlösungsmittel durch die Pumpe der Nadelspülung
- Sample Metering Pump (Proben-/Dosierpumpe) – Verwendet den Solvent Manager zum Einspülen der Proben-/Dosierpumpe (die Proben-/Dosierpumpe ist den Pumpen des Solvent Managers nachgeschaltet)
- Seal Wash Solvent (Waschlösungsmittel für die Kolbenhinterspülung) – Das Einspülen erfolgt im Bereich des Sample Managers des IFM und nicht im Pumpenbereich

3.2.3.3.3 Thermisches System

Das thermische System hält die für den Probenraum angegebene Temperatur aufrecht (einstellbarer Temperaturbereich 4 bis 40 °C in Schritten von 0,1 °C).

Tipps:

- Die Lüfter des Sample Managers werden angehalten, wenn die Tür des Probenraums geöffnet wird.
- Das Probenblett dreht sich langsam, wenn das Gerät die Temperatur steuert, um eine gleichförmige Temperaturverteilung auf allen Platten zu gewährleisten.

3.2.4 Pumpenfunktionen

Das System nutzt eine Niederdruck-Mischpumpe.

Der Alliance iS Quaternary Solvent Manager (QSM) kann bis zu vier entgaste Lösungsmittel mischen (A, B, C und D). Ein Gradienten-Mischventil (GPV) wird verwendet, um Lösungsmittel in einer beliebigen Kombination dynamisch zu mischen, wodurch wiederholbare und reproduzierbare Gradientensegmente unabhängig von der Komprimierbarkeit des Lösungsmittels und des Systemrückdrucks erzeugt werden. Integrierte Entgaserkammern (eine pro Lösungsmittelleitung) entfernen automatisch gelöste Gase aus bis zu vier Elutionslösungsmitteln.

Funktionen der Pumpe:

- Automatisierte, kontinuierliche Kompensation der Komprimierbarkeit für die genaue und präzise Zufuhr bei Drücken bis zu 6895 kPa (69 bar, 12.000 psi)
- Lecksensoren zur Erkennung und Verwaltung von Lösungsmittelleckagen während des unbeaufsichtigten Betriebs
- Programmierbare Flussraten im Bereich von 0,001 bis 10,000 mL/min in Schritten von 0,001 mL

3.2.4.1 Druck/Fluss-Hüllkurve

Das Pumpenmodul besteht aus einer Einzelpumpe und einem Mischventil.

Die Pumpe bietet einen Lösungsmittelfluss bei analytischen Flussraten von bis zu 5 mL/min bei 68.947 kPa (689 bar, 12.000 psi) und eine lineare Änderung bis 27.579 kPa (276 bar, 4.000 psi) bei 10 mL/min.

3.2.5 Funktionen des Säulenofens/Säulenkühlers

Dieses Modul steuert die Säulentemperatur des Systems und hält sie aufrecht.

Der Alliance iS Säulenofen/Säulenkühler (CHC) ist eine Kammer im System, die die thermische Umgebung der Säule mithilfe eines kombinierten leitfähigen Säulenofens/Säulenkühlers steuert. Wird die Temperatur des Säulenraums eingestellt, entweder direkt über die Console oder innerhalb einer Methode, dann wird ein Befehl an die Platine des CHC gesendet, die die Ofen-/Kühlereinheit des Säulenraums an- oder abschaltet. Der CHC heizt oder kühlt weiter, bis der Raum den angegebenen Temperatursollwert erreicht.

Funktionen des CHC:

- Integriertes passives Vorheizen
- Einstellbarer Temperaturbereich zwischen 4 °C (39,2 °F) und 90 °C (194 °F)
- eConnect Technologie für die Säulen
- Säulenklammern zum einfachen Entfernen und Austauschen einer Säule
- Werkzeuglose Fittings (TFFs)

Unterstützte technische Daten der Säule:

- Länge: 300 mm (maximal)
- Innendurchmesser: 8,0 mm (maximal)
- Vorsäule oder integrierter Filter: 30 mm (maximal)

3.2.5.1 Betrieb des Säulenofens/-kühlers

Dieses Modul ist eine Kombination aus leitfähigem Ofen und Kühler.

Wird die Temperatur des Säulenraums eingestellt, entweder direkt über die Console oder innerhalb einer Methode, dann wird ein Befehl an die Platine des CHC gesendet, um die Säulenofen-/Säulenköhlereinheit an- oder abzuschalten. Anhand der Rückmeldung des Thermistorraums heizt oder kühlt das thermoelektrische Gerät so lange weiter, bis der Raum den festgelegten Temperatursollwert erreicht hat.

Empfehlung: Wenn die Proben- und Säulentemperatur für eine Anwendung wichtig sind, dann setzen Sie zusätzlich zur Angabe der expliziten Temperatursollwerte in der Methode die entsprechenden Temperaturgrenzwerte fest. Beide Einstellungen zusammen gewährleisten, dass der Systembetrieb nur innerhalb der festgelegten Grenzen erfolgt und jegliche nicht akzeptable Abweichung von den Temperatursollwerten mit einer Fehlermeldung gekennzeichnet wird, die die Varianz bestätigt.

3.2.5.2 Säulenkonfiguration

Die Säulen sind zwar nicht im Lieferumfang Ihres Systems enthalten, können aber auf der Website von Waters erworben werden.

Der CHC-Säulenraum kann eine einzelne LC-Säule mit maximalen Abmessungen von 8,0 mm ID und 300 mm Länge und Verbrauchsmaterial für eine einzelne Vorsäule mit maximalen Abmessungen von 8,0 mm ID und 30 mm Länge aufnehmen.

3.2.5.3 eConnect Technologie

Die eConnect Smart Column Funktionen gewährleisten eine vollständige Rückverfolgbarkeit der Säule und erleichtern die Fehlersuche nach dem Lauf.

Die neue eConnect Technologie von Waters ist eine Standardfunktion des CHC, die durch den Kauf von eConnect fähigen Versionen der Waters Chromatographiesäulen genutzt werden kann (eConnect HPLC-Säulen). Die gebrauchsfertigen eConnect Säulen sind mit einem NFC-fähigen eConnect Tag ausgestattet, der gewährleistet, dass sie vom System stets automatisch identifiziert, verifiziert und nachverfolgt werden.

Nachdem Sie eine mit eConnect gekennzeichnete Säule im CHC installiert und die Tür des Säulenraums geschlossen haben, wird das Etikett automatisch erkannt. Anschließend interagiert die eConnect Technologie des Etiketts mit einer kompatiblen Version der Empower Systemsoftware, um die eindeutigen Gerätekennungen der Säule auszulesen, diese Informationen auf dem Touchscreen des Systems anzuzeigen und diese Daten für jede Injektion zu protokollieren.

3.2.6 Funktionen des Touchscreens:

Mit dem Touchscreen des Alliance iS HPLC System kann der Anwender viele Aufgaben durchführen. Darüber hinaus spart der Anwender Zeit, da er sich nicht zwischen dem System und der Empower Workstation hin und her bewegen muss. Der Navigationsbereich auf der linken Seite des Touchscreens enthält Schaltflächen für den Zugriff auf Ansichten zum Durchführen bestimmter Aufgaben. In der folgenden Tabelle sind die Ansichten aufgeführt.

Tabelle 3–4: Ansichten/Schaltflächen des Touchscreens

Ansicht	Beschreibung
Home (Startan- zeige) (Seite 55)	Zeigt Statusinformationen in Echtzeit an.
Setup (Einrich- tung) (Seite 55)	Bereitet das System auf das Hoch- und Herunterfahren vor. Zum Verwalten von Lösungsmitteln.
Plots (Seite 56)	Zeigt verfügbare Plots an.
Maintain (Wartung) (Seite 56)	Bietet Verfahren zum Austausch von Komponenten und zur Kalibrierung.
Health (Zustand) (Seite 56)	Enthält Verfahren zur Fehlerbehebung, Behebung und Reporting von Problemen.
System (Seite 57)	Ermöglicht Aktionen zum Konfigurieren des Systems, Erstellen oder Überprüfen von Protokollen, Durchführen von Administrationsaufgaben, Anzeigen von Leistungszählern, Konfigurieren von Lecksensoren und Anzeigen des Bildschirms About (Info über).
Befehle (Seite 57)	Bietet Aktionen mit sofortiger Wirkung, wie z. B. das Ein- und Ausschalten der Lampe und das Zurücksetzen des Systems.

In der folgenden Tabelle werden die Steuerelemente im oberen Bereich des Touchscreen-Fensters beschrieben.

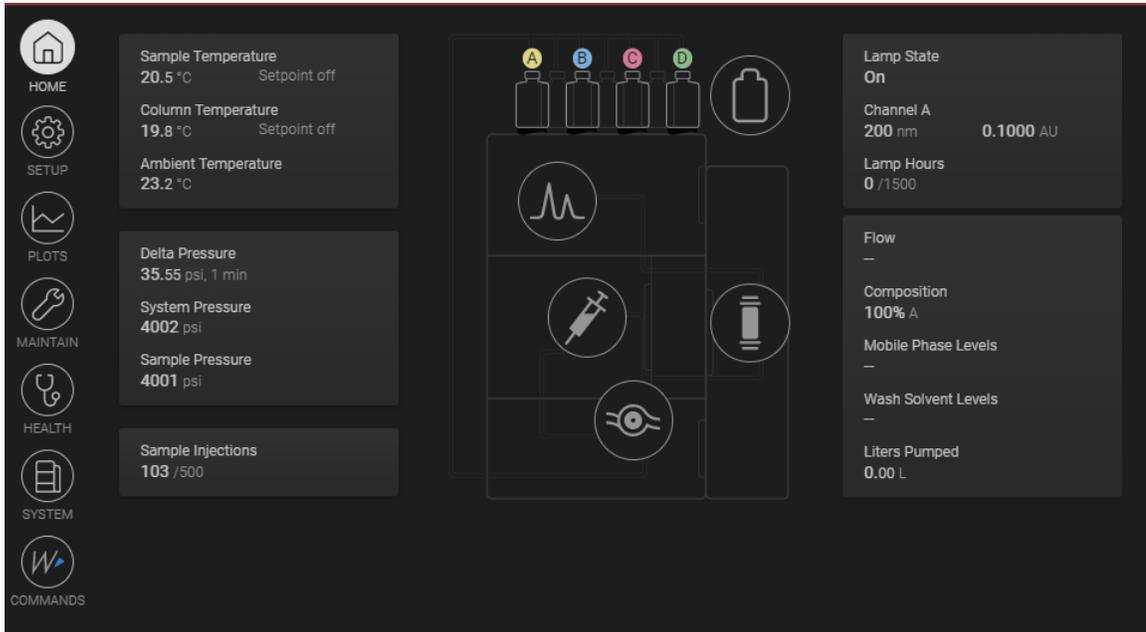
Tabelle 3–5: Zusätzliche Steuerelemente auf dem Touchscreen

Steuerung	Beschreibung
Systemstatus	IDLE (Leerlauf), RUNNING (Wird ausgeführt) oder ERROR (Fehler).
Vorein- stellungen	Bietet Zugriff auf die folgenden Einstellungen: Anzeige und Themen, Geräteiname, Bildschirm sperren und Benutzerhinweis.

3.2.6.1 Die Ansicht Home (Start) des Touchscreens

In der Ansicht Home (Start) wird der Echtzeitstatus des Systems angezeigt. Die folgende Abbildung zeigt die Ansicht Home (Start).

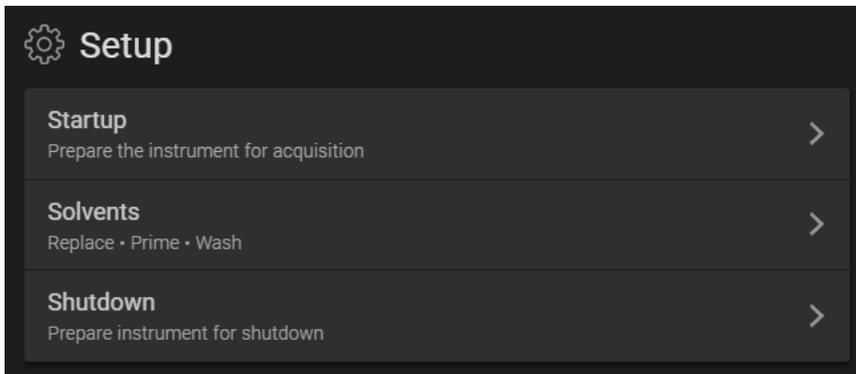
Abbildung 3–14: Die Ansicht Home (Start)



3.2.6.2 Die Ansicht Setup (Einrichtung) des Touchscreens

Die Ansicht Setup (Einrichtung) bietet Aktionen zur Vorbereitung des Systems für die Datenaufnahme. Die folgende Abbildung zeigt die Ansicht Setup (Einrichtung).

Abbildung 3–15: Ansicht Setup (Einrichtung), Hauptansicht



Siehe:

- [Einspülen eines trockenen Solvent Managers über den Touchscreen \(Seite 69\)](#)
- [Äquilibrieren des Alliance iS HPLC System \(Seite 87\)](#)
- [Vorbereiten des Herunterfahrens des Alliance iS HPLC System \(Seite 94\)](#)

3.2.6.3 Die Ansicht Plots des Touchscreens

Das Alliance iS HPLC System erstellt kontinuierlich Datendiagramme zur Anzeige auf dem Touchscreen. Sie können bis zu vier Diagnosediagramme für einen Zeitraum von bis zu 96 Stunden konfigurieren. In der folgenden Tabelle werden die verfügbaren Plots beschrieben.

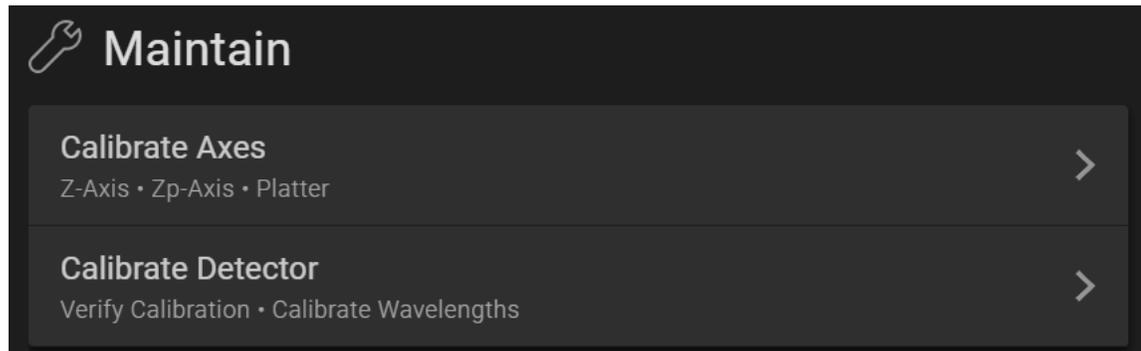
Tabelle 3–6: Vom System erzeugte Datendiagramme

Plot	Beschreibung
Sample Manager-Diagnosen	Zeigt die Proben- und Umgebungstemperatur in °C und den Probendruck in psi oder einer vom Anwender ausgewählten Einheit an.
Diagnosetests des Säulenmoduls	Zeigt Kanäle wie die Column Temperature (Säulentemperatur) an.
Diagnosetests des Detektors	Zeigt Kanäle wie Absorbance (Absorption) und Wavelength (Wellenlänge) an (nur TUV).
Pumpendiagnose	Zeigt Kanäle wie System Pressure (Systemdruck) sowie Flow (Fluss) und Composition (Zusammensetzung) an.

3.2.6.4 Die Ansicht Maintain (Wartung) des Touchscreens

Die Ansicht Maintain (Wartung) stellt Workflows zum Austauschen von Komponenten und zum Kalibrieren des Systems bereit. Die folgende Abbildung zeigt die Ansicht Maintain (Wartung).

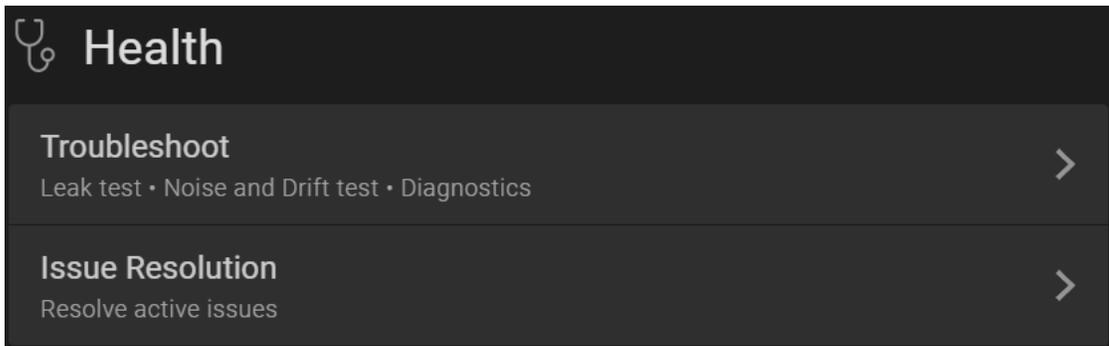
Abbildung 3–16: Maintain view (Wartungsansicht), Hauptansicht



3.2.6.5 Die Ansicht Health (Zustand) des Touchscreens

In der Ansicht Health (Zustand) werden Workflows zur Behebung von Problemen angezeigt, die im System vorhanden sein können. Die folgende Abbildung zeigt die Ansicht Health (Zustand).

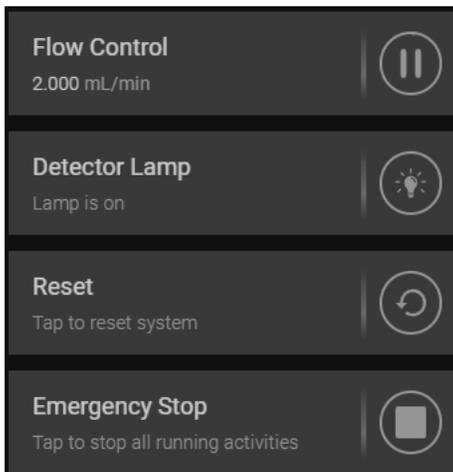
Abbildung 3–17: Die Ansicht Health (Zustand), Hauptansicht



3.2.6.6 Die Ansicht Commands (Befehle) des Touchscreens

Die Ansicht Commands (Befehle) bietet Aktionen mit sofortigen Auswirkungen. Die folgende Abbildung zeigt die Ansicht Commands (Befehle).

Abbildung 3–18: Commands view (Befehlsansicht)



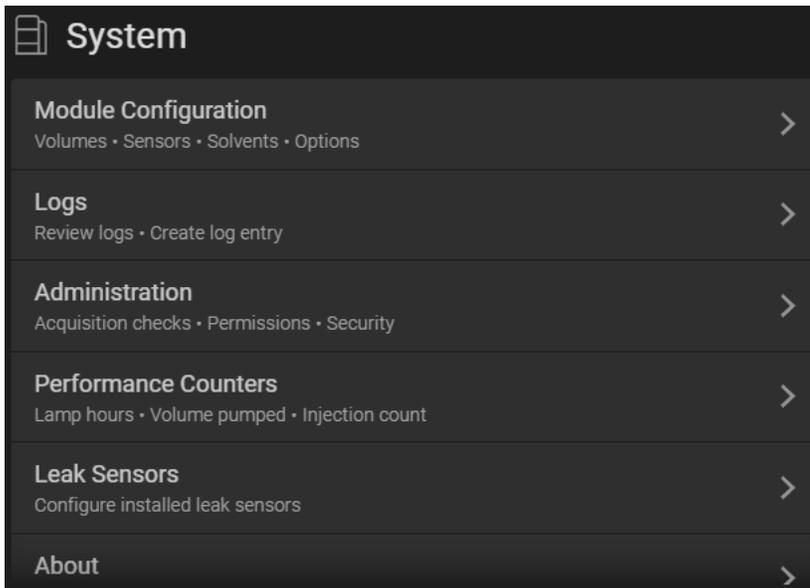
Siehe:

- [Äquilibrieren des Alliance iS HPLC System \(Seite 87\)](#)

3.2.6.7 Die Ansicht System des Touchscreens

Die Ansicht System stellt verschiedene Aktionen zur Konfiguration des Systems bereit und stellt Informationen auf Systemebene bereit. Die folgende Abbildung zeigt die Ansicht System.

Abbildung 3–19: System (Hauptansicht)

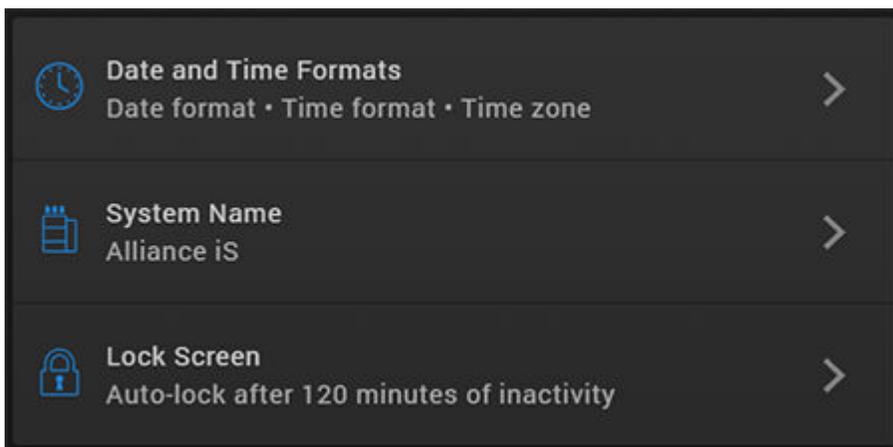


3.2.6.8 Die Ansicht Preferences (Voreinstellungen) des Touchscreens



Tippen Sie in der Startanzeige auf das Symbol Preferences (Voreinstellungen), um auf die Ansicht Preferences (Voreinstellungen) zuzugreifen. Die Ansicht Preferences (Voreinstellungen) bietet Einstellungen, die die Touchscreen-Benutzeroberfläche beeinflussen, aber nicht den Betrieb des Systems. Die folgende Abbildung zeigt die Ansicht Preferences (Voreinstellungen). Die Schaltflächen **LOCK** (SPERREN) und **DONE** (FERTIG) befinden sich unterhalb der Voreinstellungen.

Abbildung 3–20: Ansicht Preferences (Voreinstellungen)



3.2.6.9 Sprachauswahl per Touchscreen

Sie können die Anzeigesprache des Systems auf dem Touchscreen auswählen.

Hinweis: Dieser Vorgang betrifft nur die Anzeigesprache auf dem Touchscreen und ist unabhängig von der Sprachauswahl in Empower.

1. Tippen Sie auf die Schaltfläche **LANGUAGE** (SPRACHE) in der unteren linken Ecke des Sperrbildschirms des Systems.
2. Tippen Sie, um die entsprechende Sprache auszuwählen. Von oben nach unten lauten die verfügbaren Optionen Englisch, vereinfachtes Chinesisch, Japanisch und Koreanisch.

3.2.7 Funktionen von Empower

Das Empower CDS bietet spezielle Funktionen für das Alliance iS HPLC System. Weitere Informationen finden Sie in den Themen [Vorgesehener Verwendungszweck des Systems \(Seite 11\)](#) und *Empower online Information System* (Empower Online-Informationssystem).

3.2.7.1 Empower Alliance iS HPLC System Dokumentation

Empower bietet die folgenden Funktionen für das System:

- Der System-Audit-Trail enthält Maßnahmen, die am System durchgeführt werden.
- Das System sendet Informationen zum Säulengebrauch an Empower, das die Informationen in den Säulenverlaufstabellen speichert.
- Empower sendet Informationen über die aktuelle Probe und den Systemeignungsstatus zur Anzeige auf dem Touchscreen an das System.
- Anwender können vor der Einreichung und Durchführung eine Probenvalidierung durch das System anfordern. Die daraus resultierenden Probleme werden im Message Center angezeigt.

3.2.7.2 Alliance iS HPLC System Console

Auf die Alliance iS HPLC System Console kann über das Empower Steuerungsfeld zugegriffen werden. Für eine einfache Steuerung bietet die Console einige der Informationen, die in der Ansicht [Home view \(Seite 55\)](#) (Startansicht) des Touchscreens der Empower Workstation angezeigt werden,

3.2.7.3 Intelligent Method Translator (Intelligenter Methodentransfer)

Die App Intelligent Method Translator (iMTA, App für intelligenten Methodentransfer) wandelt Methoden, die nicht mit dem Alliance iS HPLC System erstellt wurden, in Methoden um, die mit dem Alliance iS HPLC System kompatibel sind. Der Prozess der Methodenübersetzung ordnet die Parameter, die in Gerätemethoden in Empower gespeichert sind, den Geräteeinstellungen des Systems zu. Übersetzte Gerätemethoden können im Instrument Method Editor (Gerätemethoden-Editor) von Empower angezeigt werden.

Weitere Informationen zur Intelligent Method Translator App finden Sie im *Intelligent Method Translator App User's Guide* (Intelligent Method Translator App Benutzerhandbuch, 715008502DE).

4 Systemvorbereitung

Dieser Abschnitt hilft Ihnen, Ihr Waters System für den Gebrauch vorzubereiten. Die korrekte Einrichtung ist entscheidend für den erfolgreichen Betrieb des Systems.

4.1 Einschalten des Systems

Der Netzschalter befindet sich an der Vordertür des Sample Managers.

Nachdem das System an das Stromnetz angeschlossen wurde, blinkt die LED des Netzschalters.

So schalten Sie das System ein:

1. Drücken Sie den Netzschalter an der Vordertür des Sample Managers.
Die LED des Netzschalters leuchtet durchgehend und das System wird eingeschaltet.
Wenn der Einschaltvorgang abgeschlossen ist, wird der Bildschirm Idle (Leerlauf) angezeigt.

Abbildung 4–1: Alliance iNetzschalter des Alliance iS Systems



2. Melden Sie sich beim Alliance iS HPLC System an. Siehe [An- und Abmelden beim Alliance iS HPLC System \(Seite 84\)](#).

4.2 Ausschalten des Systems

Der Netzschalter befindet sich an der Vordertür des Sample Managers.

So schalten Sie das System aus:

Drücken Sie den Netzschalter an der Vordertür des Sample Managers.
Das System wird ausgeschaltet.

Abbildung 4–2: Alliance iS Netzschalter des Alliance iS Systems



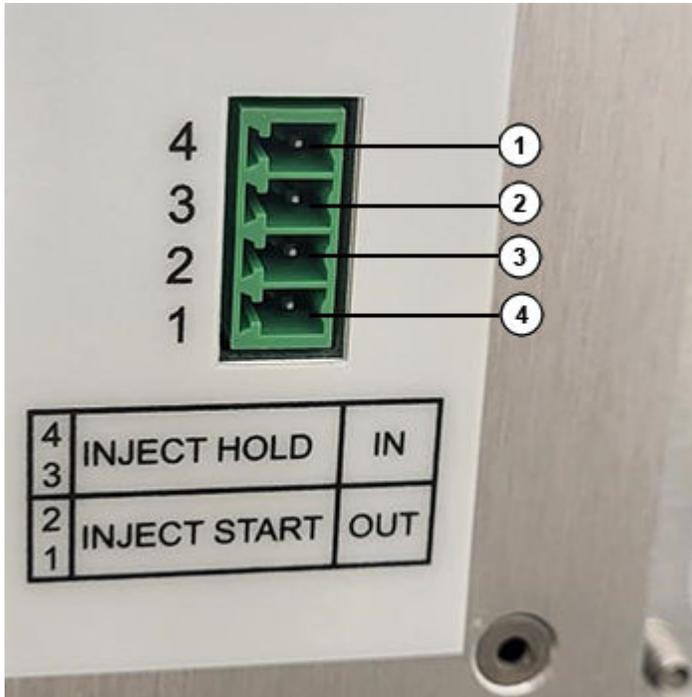
4.3 E/A-Signalanschluss

Über den E/A-Signalanschluss kann das System mit externen LC-Komponenten kommunizieren.

Hinweis: Der E/A-Signalanschluss wurde mit dem Alliance iS HPLC System Version 1.1 implementiert. Diese Informationen gelten für Systeme ab Version 1.1.

Auf der Rückseite des IFM befindet sich eine abnehmbare Anschlussbuchse mit den Anschlussklemmen für Ein-/Ausgangssignale (E/A-Signale). Diese Anschlussbuchse ist so konzipiert, dass Signalkabel nur in einer bestimmten Art und Weise eingesetzt werden können.

Abbildung 4–3: E/A-Signalanschluss des Alliance iS



- ① Inject Hold (Injektionsstopp)
- ② Inject Hold (Injektionsstopp)
- ③ Inject Start (Injektionsstart)
- ④ Inject Start (Injektionsstart)

Tabelle 4–1: Alliance iS Analog-/Ereignisanschlüsse

Signalanschlüsse	Beschreibung
Inject Hold (Injektionsstopp)	Für den späteren Gebrauch vorbehalten.
Inject Start (Injektionsstart)	Ein Ausgang, der den Start anderer LC-Komponenten zur Injektionszeit des Alliance iS HPLC System auslöst.

4.4 Installieren der Säule

Installieren Sie die Säule im Säulenofen/Säulenkühler (CHC), bevor Sie Proben verarbeiten.

Die Fittings und Säulenklammern sind so konzipiert, dass die Installation einer Säule im Alliance iS Säulenofen/Säulenkühler (CHC) intuitiv ist.

Hinweis: Schalten Sie das System ein, bevor Sie die Säule installieren, um eine ordnungsgemäße Identifizierung der RF-Säule bei geschlossener Tür des CHC sicherzustellen, siehe [Einschalten des Systems \(Seite 61\)](#).

1. Öffnen Sie die Säulenraumbür.
2. Verschieben Sie die untere Säulenklammer nach Bedarf, damit sie der Größe der Säule entspricht.
3. Entfernen Sie die Stopfen vom Einlass- und Auslassende der Säule.
4. Richten Sie die Säule so aus, dass der Auslass nach oben (siehe Pfeil auf der Säule) und der Einlass nach unten zeigen.
5. Schrauben Sie die Fittings der Schläuche des Säulenraums fingerfest am Säuleneinlass und -auslass fest.
6. Setzen Sie die Säule in die obere und untere Klammer ein, sodass die Klammer in das freiliegende Gewinde am Fitting greift.

Abbildung 4–4: Säule sitzt in der Säulenklammer



7. Schließen Sie die Tür des Säulenraums.

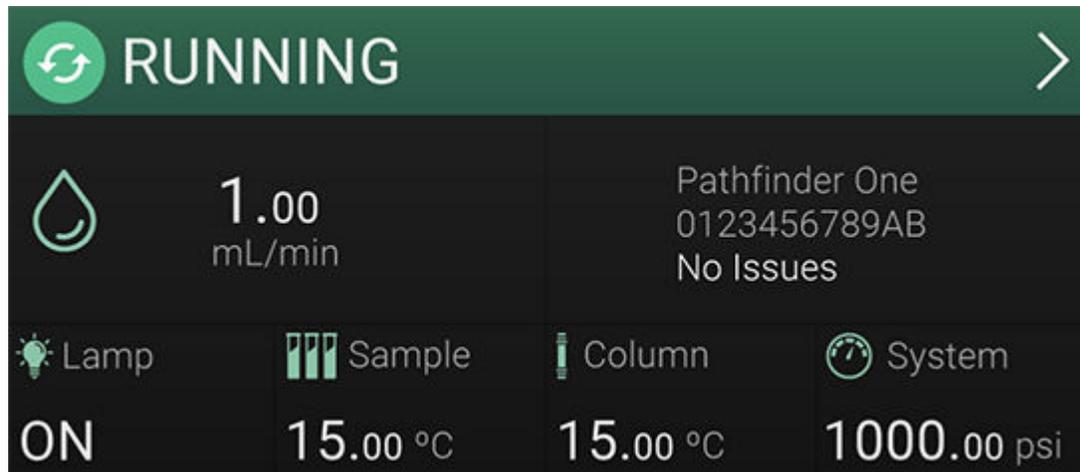
4.5 Öffnen der Konsole über die Empower Software

Öffnen Sie nach dem Einschalten des Systems die Konsole über Empower.

Sie können über das Empower Systemstatusfeld auf die Konsole zugreifen.

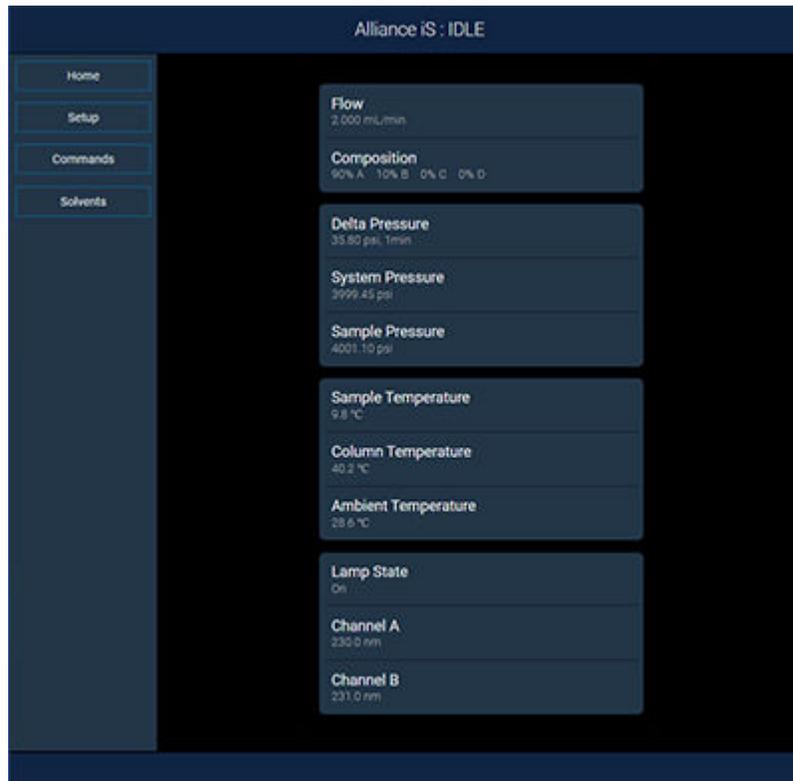
1. Klicken Sie im Menü Empower Run Samples (Proben verarbeiten) auf den Pfeil in der oberen rechten Ecke des Systemsteuerungsfelds.

Abbildung 4–5: Starten von System Console



2. Sie können von der Konsole aus auf die Konfiguration und detaillierte Statusinformationen aller Teile des Systems zugreifen.

Abbildung 4–6: Systemkonsole



4.6 Einspülen des Systems

Nach dem Einschalten des Systems müssen Sie es einspülen, bevor das System einsatzbereit ist.

Anforderung: Sie müssen das System einspülen, nachdem Sie es gestartet haben, und auch nachdem Sie die mobile Phase oder die Probenadel gewechselt haben und nachdem das System länger als vier Stunden im Wartezustand war.

Anforderung: Sie müssen eine Säule installieren, bevor Sie das System einspülen, siehe [Installieren der Säule \(Seite 64\)](#).

Empfehlung: Wenn Sie neue Lösungsmittel einführen, spülen Sie diese bei 4 mL/min für sieben Minuten ein. Alternativ können Sie die Lösungsmittel bei 4 mL/min für drei Minuten einspülen. Stellen Sie sicher, dass eine ausreichende Menge an Lösungsmittel für das Einspülen vorhanden ist.

Sie haben mehrere Möglichkeiten, das System über den Touchscreen einzuspülen:

- Tippen Sie auf **Setup > Startup** (Einrichtung > Starten), um alle Lösungsmittel sowie die Nadel und die Kolbenhinterspülung einzuspülen. Außerdem können Sie so die

Lösungsmittelzusammensetzung, die Flussrate, die Säulen- und Probentemperaturen und die Nadel beim nächsten Starten des Systems festlegen.

- Tippen Sie auf **SETUP > Solvents > Prime Mobile Phase Solvents** (Einrichtung > Lösungsmittel > Lösungsmittel für mobile Phase einspülen), um die Pumpe einzuspülen.
- Tippen Sie auf **HOME** (Start), dann auf das Symbol der Lösungsmittelflasche und anschließend auf eine Zustandskarte für die mobile Phase. Danach tippen Sie auf **Prime Solvent** (Lösungsmittel einspülen), um die einzelne mobile Phase einzuspülen.
- Tippen Sie auf **SETUP > Solvents > Prime Sample Metering Pump** (Einrichtung > Lösungsmittel > Proben-/Dosierpumpe einspülen), um die Proben-/Dosierpumpe einzuspülen.

Tip: Vom Touchscreen aus können Sie die Funktion **Setup > Startup** (Einrichtung > Starten) auswählen, um alle Lösungsmittel sowie die Nadel und die Kolbenhinterspülung einzuspülen. Außerdem können Sie so die Lösungsmittelzusammensetzung, die Flussrate, die Säulen- und Probentemperaturen und die Nadel beim nächsten Starten des Systems festlegen. Weitere Informationen siehe Touchscreen.

4.6.1 Einspülen des Systems der Kolbenhinterspülung

Das Einspülen des Systems der Kolbenhinterspülung ist Teil des Arbeitsablaufs beim Systemstart auf dem Touchscreen.

Spülen Sie die Kolbenhinterspülung im Alliance iS QSM ein, um die Leitungen mit Lösungsmittel zu füllen.

Tip: Nach dem Einspülen dient das System der Kolbenhinterspülung dazu, die Kolben gleitfähig zu machen und alle Lösungsmittelrückstände und Salzablagerungen fortzuspülen, die von der Hochdruckseite der Kolbenkammer aus hinter die Kolbendichtungen gelangt sind.

Spülen Sie das System der Kolbenhinterspülung in allen folgenden Situationen ein:

- Nach der Verwendung einer gepufferten mobilen Phase.
- Wenn die Pumpe einige Stunden oder länger außer Betrieb ist.
- Wenn die Pumpe trocken ist.



Warnung: Befolgen Sie stets die Richtlinien für die Gute Laborpraxis (GLP), insbesondere beim Arbeiten mit Gefahrstoffen. Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen oder toxischen Verbindungen zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.



Hinweis: Um Beschädigungen an den Lagern und Dichtungen des Magnetventils im Flusspfad zu vermeiden, verwenden Sie für die Kolbenhinterspülung keinen schwerflüchtigen Puffer als Lösungsmittel.



Hinweis: Stellen Sie sicher, dass das Lösungsmittel für die Kolbenhinterspülung mit der mobilen Phase kompatibel ist, um ein Verstopfen der Systemleitungen zu verhindern.



Hinweis: Um eine Kontamination der Systemkomponenten zu vermeiden, darf das Spüllösungsmittel für die Kolbenhinterspülung nicht mehrfach verwendet werden.

Tipp: Die Kolbenhinterspülung wird automatisch eingespült. Sie können sie unter normalen Anschlussbedingungen nicht mit einer Spritze einspülen.

Empfehlungen:

- Verwenden Sie eine Kolbenhinterspülung, die mit allen chromatographischen Lösungsmitteln vollkommen löslich ist und die mindestens 10 % organisches Lösungsmittel enthält. Diese Konzentration verhindert Mikrowachstum und stellt sicher, dass die Kolbenhinterspülung die mobile Phase lösen kann.
- Stellen Sie vor dem Einspülen des Systems der Kolbenhinterspülung sicher, dass die bereitgestellte Menge an Spüllösungsmittel ausreicht.
- Titan korrodiert in wasserfreiem Methanol, was durch Zusatz einer geringen Menge von Wasser (ca. 3 %) vermieden werden kann. Wenn der Ammoniakgehalt > 10 % liegt, kann eine leichte Korrosion auftreten. Alternativ können Sie bei der Verwendung eines Alliance iS Bio HPLC System die Titan-Filter entfernen (das System verliert seine erste Schutzbarriere gegen Partikel) oder sie stattdessen durch Edelstahl-Filter ersetzen, wenn Ihre Analyse nicht durch Biokompatibilitätsaspekte beeinflusst wird.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- Spüllösungsmittel der Kolbenhinterspülung
- Leitungsadapter (Zubehörkit)

So spülen Sie das System der Kolbenhinterspülung ein:

1. Stellen Sie sicher, dass sich die Einlassleitung der Kolbenhinterspülung im Lösungsmittelbehälter befindet.
2. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **HOME** (Start), tippen Sie auf das Lösungsmittelflaschensymbol und dann auf die Zustandskarte der Kolbenhinterspülung

und anschließend auf **Prime Solvent** (Lösungsmittel einspülen), um die Kolbenhinterspülung einzuspülen.

Hinweis: Sie können die Kolbenhinterspülung auch beim Systemstart einspülen.

3. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **Setup > Startup** (Einrichtung > Starten).
4. Befolgen Sie die restlichen Anweisungen auf dem Bildschirm, um den Systemstart abzuschließen.

4.6.2 Einspülen der Pumpe

Das Einspülen der Pumpe ist Teil des Arbeitsablaufs beim Systemstart auf dem Touchscreen.

Das Einspülen bereitet ein neues System auf den Betrieb oder auf einen Wechsel der Behälter oder Lösungsmittel vor. Außerdem bereitet es ein System auf den Neustart vor, nachdem es länger als vier Stunden im Wartezustand verbracht hat. Während des Einspülvorgangs bewegt sich das Entlüftungsventil in die Entlüftungsposition, wodurch der Fluss in den Abfall geleitet wird. Die Flussrate beträgt während des Spülvorgangs 10 mL/min.

Empfehlung: Stellen Sie sicher, dass alle Lösungsmittel in den Lösungsmittelbehältern A, B, C und D voll und mischbar sind.



Hinweis: Um zu vermeiden, dass Salze im System ausfallen, verwenden Sie ein intermediäres Lösungsmittel wie Wasser, wenn Sie von einem Puffer zu einem Lösungsmittel mit einem hohen Gehalt an organischen Lösungsmitteln wechseln. Beachten Sie hierzu die Tabellen mit Angaben zur Mischbarkeit von Lösungsmitteln im Abschnitt Hinweise zu Lösungsmitteln des Systemhandbuchs.

Stellen Sie sicher, dass die Lösungsmittelbehälter zum Spülen und zum anschließenden Betrieb des Systems ausreichend gefüllt sind und der Abfallbehälter über eine ausreichende Kapazität zur Aufnahme der verbrauchten Lösungsmittel verfügt. Beim Spülen über einen Zeitraum von zwei Minuten mit 10 mL/min werden beispielsweise etwa 20 mL der einzelnen Lösungsmittel verbraucht.



Warnung: Um ein Überlaufen zu vermeiden, leeren Sie den Abfallbehälter regelmäßig.

Anforderung: Spülen Sie alle Lösungsmittelleitungen mit Lösungsmittel ein, um sicherzustellen, dass der Entgaser und das Gradienten-Mischventil ordnungsgemäß funktionieren.

4.6.2.1 Einspülen einer trockenen Pumpe über den Touchscreen

Das Einspülen der Pumpe ist Teil des Arbeitsablaufs beim Systemstart auf dem Touchscreen.

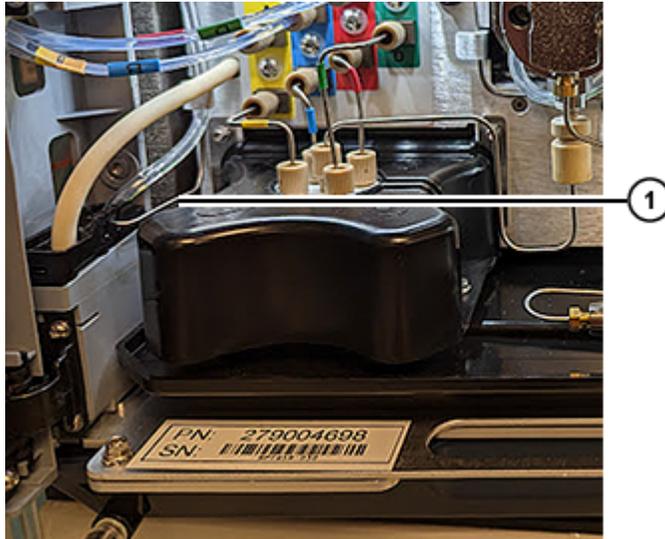
So spülen Sie eine Trockenpumpe über den Touchscreen ein:

1. Öffnen Sie die Vordertür der Pumpe.

Hinweis: Die Tür der Pumpe ist die untere Tür des Systems.

- Suchen Sie die 0,062-Zoll-Abfalleitung für Lösungsmittel des Entlüftungsventils auf der linken Seite des Einbauplatzes der Pumpe, die in der linken Frontblende untergebracht ist. Lassen Sie die 0,062-Zoll-Abfalleitung des Entlüftungsventils vorerst in den Prozessabfall eingetaucht.

Abbildung 4–7: Position der Entlüftungsleitung des Lösungsmittels



- ① Entlüftungsleitung des Lösungsmittels

- Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **Setup > Solvents > Prime Mobile Phase Solvents** (Einrichtung > Lösungsmittel > Lösungsmittel für mobile Phase einspülen) und befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm.
- Tippen Sie auf dem Bildschirm Prime Solvent by Solvent Line (Lösungsmittel nach Lösungsmittelleitung einspülen) auf **Prime Solvent A, Prime Solvent B, Prime Solvent C** und/oder **Prime Solvent D** (Lösungsmittel A einspülen; Lösungsmittel B einspülen; Lösungsmittel C einspülen; Lösungsmittel D einspülen).
- Befolgen Sie die restlichen Anweisungen auf dem Bildschirm, um den Einspülvorgang abzuschließen.
- Ziehen Sie die 0,062-Zoll-Abfalleitung des Entlüftungsventils während des Einspülens aus dem Prozessabfallverteiler und legen Sie das Ende frei. Nach fünf Minuten sollte ein stetiger Lösungsmittelfluss zu sehen sein. Leiten Sie jeglichen Fluss in die Oberseite der Abdeckung des Prozessabfalls (Verteiler), um ein Verschütten zu verhindern. Wenn kein Fluss vorhanden ist, überwachen Sie die Lösungsmittelleinlassleitungen A, B, C und D, um festzustellen, ob sie mit Lösungsmittel gefüllt sind.

Tipp: Wenn kontinuierlich Lösungsmittel aus der Entlüftungsleitung fließt, ist der Flussweg eingespült.

Anforderung: Stellen Sie sicher, dass genügend Lösungsmittel in den Lösungsmittelbehältern verbleibt, um die weiteren Methoden zu versorgen.

4.6.3 Spülen des Sample Managers

Das Einspülen des Sample Managers ist Teil des Arbeitsablaufs beim Systemstart auf dem Touchscreen.

Bei der Einspülung wird das Waschlösungsmittel bzw. der Injektionsweg mit der mobilen Phase gefüllt. Die Einspülung des Systems dient dazu, folgende Aufgaben auszuführen:

- Vorbereiten eines neuen Sample Managers für den Betrieb
- Vorbereiten eines Sample Managers für den Betrieb nach einem Zeitraum von mehr als 24 Stunden im Wartezustand
- Wechseln des Waschlösungsmittels
- Entfernen der Luftbläschen aus den Leitungen

Stellen Sie sicher, dass das Waschlösungsmittel die richtige Zusammensetzung hat und über LC-MS-Qualität verfügt sowie mit den anderen, im System benutzten Lösungsmitteln mischbar ist. Setzen Sie in alle Lösungsmittelbehälter Filter ein und achten Sie darauf, dass die Lösungsmittelvolumina für den Spülvorgang ausreichen.

Hinweis: Sie können die Kolbenhinterspülung oder Nadelspülung einspülen, indem Sie im Systemstatus-Dashboard auf die entsprechende Zustandskarte tippen. Sie können auch die Kolbenhinterspülung, Nadelspülung und Probendosierpumpe im Rahmen des Systemstart-Workflows einspülen. Tippen Sie auf **Setup > Startup** (Einrichtung > Starten) und befolgen Sie die restlichen Anweisungen auf dem Bildschirm, um den Vorgang des Systemstarts abzuschließen.

So spülen Sie die Proben-/Dosierpumpe und das Waschlösungsmittel ein:

1. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **Setup > Solvents > Prime Sample Metering Pump** (Einrichtung > Lösungsmittel > Proben-/Dosierpumpe einspülen) und befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm.
2. Befolgen Sie die restlichen Anweisungen auf dem Bildschirm, um den Systemstartvorgang abzuschließen.

4.7 Auswahl der Erweiterungsschleifen

Eine Erweiterungsschleife beeinflusst das Injektionsvolumen und den Systemdruck. Achten Sie darauf, die richtige Schleife für Ihre Applikation auszuwählen.

Erweiterungsschleifen, mit denen das für die Injektion angesaugte und gehaltene Probenvolumen erhöht wird, sind optionales Zubehör für das Injektionssystem. Sie werden zwischen der Nadel und dem Druckaufnehmer installiert.

Tabelle 4–2: Folgende Erweiterungsschleifen sind zur Verwendung im Sample Manager erhältlich

Schleifengröße ^a
50 µL
100 µL - Standard

a. Die angegebenen Schleifengrößen geben die maximale Injektionsgröße an, die die Schleife unterstützt. So unterstützt die 100-µL-Schleife beispielsweise Injektionsgrößen von bis zu 100 µL.

4.8 Installation und Austauschen von Erweiterungsschleifen

Fügen Sie dem Sample Manager eine Erweiterungsschleife hinzu, um bei größeren Proben zusätzliches Injektionsvolumen hinzuzufügen. Tauschen Sie eine Erweiterungsschleife nach Bedarf aus, um ein anderes Gesamtinjektionsvolumen auszugleichen.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen oder toxischen Verbindungen zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

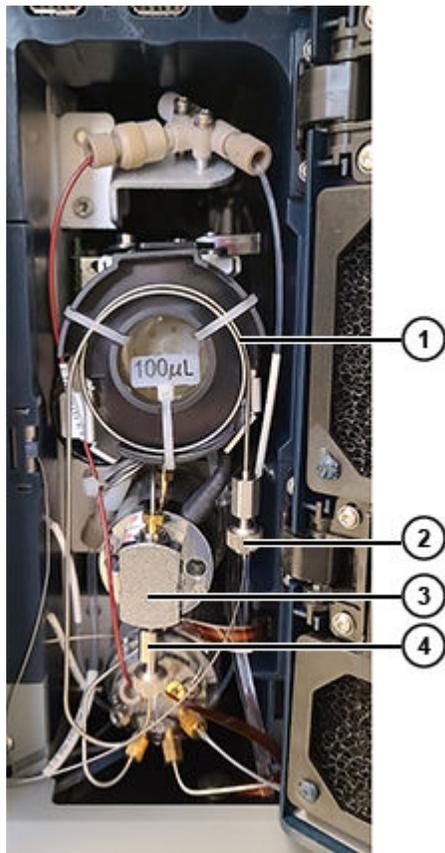
- Erweiterungsschleifenkit
- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille

4.8.1 Installieren einer Erweiterungsschleife in einem Einventilsystem

Bei einem Einventilsystem ist die Erweiterungsschleife zwischen dem Druckaufnehmer und der Probennadel installiert.

1. Wenn der Systemfluss läuft, stoppen Sie den Fluss. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **COMMANDS** (BEFEHLE) und dann auf die Schaltfläche Pause neben **Flow is On** (Durchfluss ist aktiviert).
2. Öffnen Sie die Tür des Flüssigkeitssystems des Sample Managers.

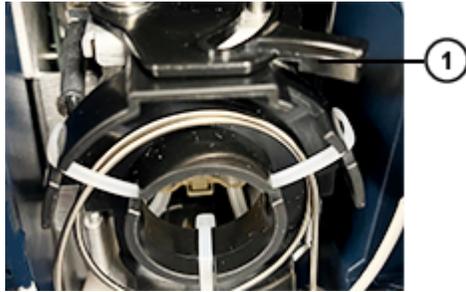
Abbildung 4–8: Einventilsystem



- ① Erweiterungsschleife mit Halter
- ② Werkzeugloses Fitting der Probenadel
- ③ Druckaufnehmer
- ④ TFF-Adapterfitting

3. Trennen Sie das werkzeuglose Fitting (TFF) ②, das an der Erweiterungsschleife und der Probenadel befestigt ist. Das TFF-Adapterfitting ④ muss nicht aus dem Druckaufnehmer ausgebaut werden.

Abbildung 4–9: Riegel der Erweiterungsschleife



① Riegel der Erweiterungsschleife

4. Drücken Sie den Riegel der Erweiterungsschleife ① nach hinten, um den Halter der Erweiterungsschleife zu lösen und ihn vom Sample Manager zu lösen.
5. Installieren Sie eine Erweiterungsschleife anderer Größe zwischen dem TFF-Adapterfitting ④ und der Probennadel. Das TFF-Adapterfitting ④ muss nicht aus dem Druckaufnehmer ausgebaut werden.
6. Drücken Sie den Riegel der Erweiterungsschleife nach vorn, um den Halter der Erweiterungsschleife im Sample Manager zu befestigen.
7. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **System > Module configuration** (System > Modulkonfiguration) und befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm, um die Konfiguration des Volumens der Erweiterungsschleife einzugeben.
8. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **Setup > Startup** (Einrichtung > Starten) und befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm, um das System einzuspülen und für die Verwendung vorzubereiten.

4.9 Ändern der Konfigurationsparameter für die Nadel und Erweiterungsschleife

Die Nadel und die Erweiterungsschleife müssen über den Touchscreen richtig konfiguriert sein, um Fehler oder Probleme mit der Systemleistung zu vermeiden.

So verändern Sie die Volumeneinstellung der Nadel oder der Erweiterungsschleife:

1. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **System > Module configuration** (System > Modulkonfiguration) und tippen Sie dann auf die Schaltfläche des Sample Managers



2. Folgen Sie den weiteren Anweisungen auf dem Bildschirm, um die richtige Konfiguration der Erweiterungsschleife auszuwählen.

4.10 Auswahl der Höheneinstellung der Nadel

Wenn die Nadel zu hoch platziert wird, kann es sein, dass nicht genug Probe angesaugt wird. Wenn die Nadel zu tief platziert wird, besteht ein erhöhtes Risiko, dass Schmutz oder Niederschläge in die Flüssigkeitssysteme des Systems gelangen.

Die Nadelposition ist der vertikale Abstand von der Spitze der Probennadel bis zum Boden des Proben-Vials. Die Standardeinstellung für die Nadelposition sorgt dafür, dass die Nadel den Boden des Vials nicht erreicht.

! **Hinweis:** Befolgen Sie die Richtlinien in diesem Abschnitt, stellen Sie sicher, dass die Nadel kalibriert ist, und verwenden Sie die für Ihre Probenplatten bzw. Vials geeignete Einstellung der Nadelposition, um eine Beschädigung der Nadel zu vermeiden.

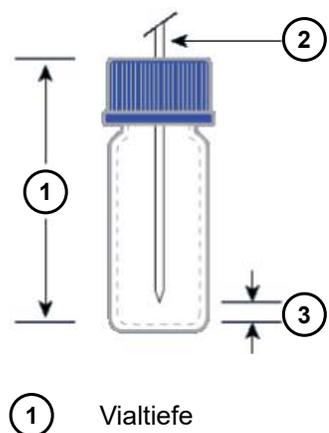
Sie können die voreingestellte Nadelposition in der Software an zwei Stellen ändern: auf dem Tab **Dilution** (Verdünnung) im Gerätemethoden-Editor des Sample Managers und im Dialogfeld Advanced Settings (Erweiterte Einstellungen).

Tabelle 4–3: Standardeinstellungen für die Nadelhöhe

Plattentyp	Standard
48 Vials	4,0 mm (automatisch)
Alle anderen Platten	2,0 mm

Hinweis: Die in der Tabelle oben aufgeführten standardmäßigen Werte für die Nadelposition stellen die unter **3** auf der Abbildung unten angegebene Abmessung dar.

Abbildung 4–10: Probennadel in Vial



- ② Probennadel
- ③ Abstand von Spitze der Probennadel bis zum Boden des Proben-Vials.

4.11 Erstellen eines neuen Plattentyps

Erstellen Sie standardmäßige oder benutzerdefinierte Probenplatten zur Verwendung in Probensatzmethoden. Stellen Sie die Plattentypen in Empower richtig ein, um ein Verbiegen der Nadeln zu vermeiden.

Anweisungen zum Erstellen eines neuen Plattentyps finden Sie unter *Empower online Information System* (Empower Online-Informationssystem).

4.11.1 Erstellen eines neuen Plattentyps mithilfe eines vorhandenen Plattentyps als Vorlage

Das Starten mit einem vorhandenen Plattentyp als Vorlage kann im Vergleich zum Erstellen eines völlig neuen Plattentyps Zeit sparen.

Anweisungen zum Erstellen eines neuen Plattentyps mithilfe eines vorhandenen Plattentyps als Vorlage finden Sie unter *Empower online Information System* (Empower Online-Informationssystem).

4.12 Erweiterte Einstellungen

Das System bietet eine Reihe von vom Anwender konfigurierbaren Einstellungen, die für fortgeschrittene Anwender geeignet sind.

Dieser Abschnitt behandelt eine Reihe erweiterter Einstellungen, die für das Alliance iS HPLC System verfügbar sind.

4.12.1 Auswahl einer Ansaugrate für die Probenspritze

*Wenn die gewählte Ansaugrate zu hoch ist, kann dies zu der Meldung *Drawing sample rate excessive* (Ansaugrate für die Probe zu hoch) führen.*

Sie können die Einstellungen für die Ansaugrate im Gerätemethoden-Editor ändern.

4.12.2 Entnehmen der maximal möglichen Probenmenge aus Vials

Falsche Systemeinstellungen können einen negativen Einfluss darauf haben, wie viel Probe aus dem Vial angesaugt wird.

Das System verfügt über eine optionale Vial-Bodenerkennungsfunktion. Wenn sie aktiviert ist, tastet das System den Boden des Vials ab und bewegt sich dann etwas zurück, sodass sich die Nadel sehr nah am Boden befindet.

Mit der voreingestellten Definition für Maximum Recovery Vials (2 mL) in ANSI-Platten (48 Vials) kann eine gewisse Probenmenge im Vial verbleiben. Wenn Sie die maximal mögliche Probenmenge gewinnen müssen, schalten Sie die Vial-Bodenerkennungsfunktion ein.

Siehe auch: Informationen zum Aktivieren der Funktion Vial-Bodenerkennung finden Sie unter [Einrichten einer Methode \(Seite 107\)](#).

Siehe auch: Die Broschüre Vials und Zubehör von Waters auf www.waters.com.

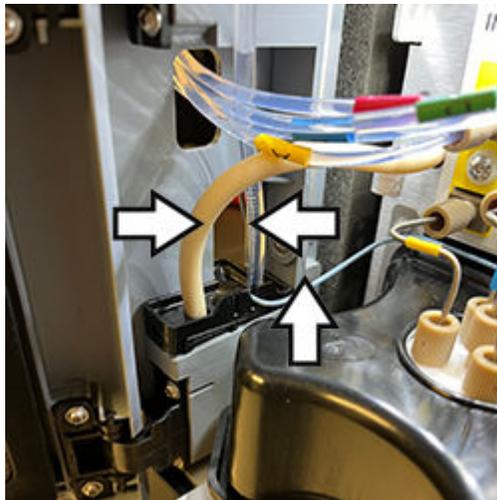
4.13 Trennen des Kondensatabfalls vom LC-Abfall

Durch die Trennung des Kondensatabfalls vom LC-Abfall kann der Anwender Chemikalienabfälle getrennt entsorgen.

Alliance iS Systeme werden mit Kondensat- und LC-Abfallleitungen geliefert, die den Abfall zu einem einzigen Abfallanschluss an der Vorderseite des Systems leiten.

1. Öffnen Sie die Tür des Pumpenraums.
2. Entfernen Sie den Schlauch der Abfallleitung (siehe Pfeile) vom Ablaufbehälter.

Abbildung 4–11: Schlauch im Ablaufbehälter des Pumpenraums



3. Heben Sie den Ablaufbehälter an.

Abbildung 4–12: Anheben des Ablaufbehälters



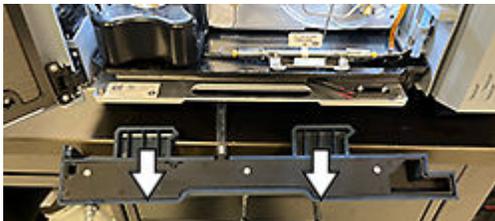
4. Entfernen Sie die Schraube (siehe Pfeil) auf der linken Seite, mit der die Ablaufschale befestigt ist.

Abbildung 4–13: Schraube der Ablaufschale



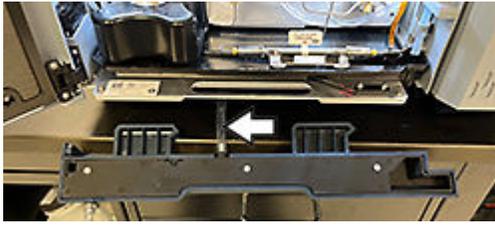
5. Ziehen Sie die Ablaufschale nach vorn.

Abbildung 4–14: Vorziehen der Ablaufschale



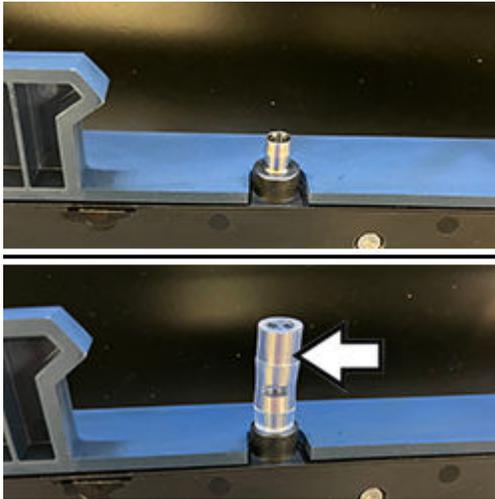
6. Entfernen Sie den Schlauch aus der Ablaufschale.

Abbildung 4–15: Entfernen des Schlauchs aus der Ablaufschale



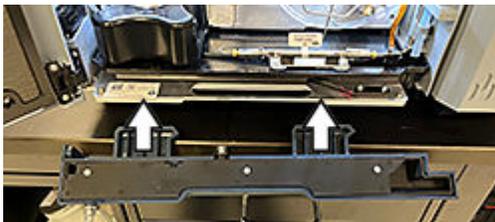
7. Bringen Sie den Stopfen (siehe Pfeil) am geriffelten Fitting der Ablaufschale an.

Abbildung 4–16: Einsetzen des Stopfens der Ablaufschale



8. Ziehen Sie die Kapillare der Ablaufschale aus der Rückseite des Systems heraus und verlegen Sie sie außen am System nach vorne.
9. Schieben Sie die Ablaufschale wieder hinein.

Abbildung 4–17: Hineinschieben der Ablaufschale



10. Setzen Sie den Ablaufbehälter wieder ein.

Abbildung 4–18: Einsetzen des Ablaufbehälters



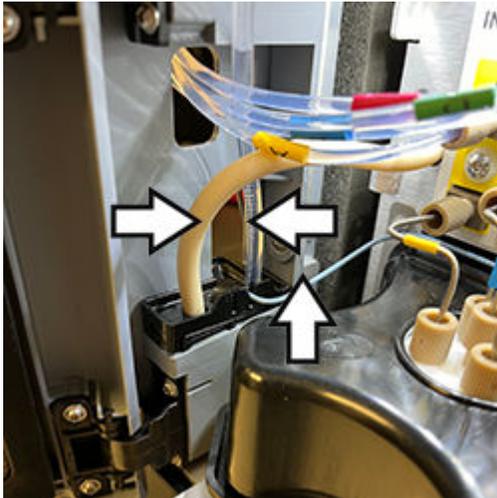
11. Bringen Sie die Schraube (siehe Pfeil) auf der linken Seite an, mit der die Ablaufschale befestigt wird.

Abbildung 4–19: Schraube der Ablaufschale



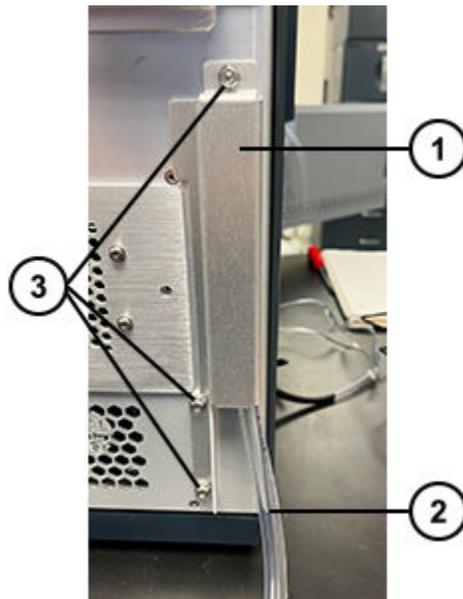
12. Platzieren Sie den Schlauch der Abfalleitung (siehe Pfeile) wieder im Ablaufbehälter.

Abbildung 4–20: Schlauch im Ablaufbehälter des Pumpenraums



13. Wenn die Kondensatabfallleitung nicht lang genug ist, um bis an den Abfallbehälter zu reichen:
- Entfernen Sie die drei Schrauben und die Abdeckung auf der Rückseite des Systems, die die Kondensatabfallleitung abdeckt.

Abbildung 4–21:



- Abdeckung der Kondensatabfallleitung
- Kondensatabfallleitung

③ Schrauben

- b. Entfernen Sie die Kondensatabfallleitung (siehe Pfeil) vom Ablaufbehälter des SHC (Probenofens/Probenkühlers).

Abbildung 4–22: Trennen der Kondensatabfallleitung



- c. Verlegen und installieren Sie eine ausreichend lange neue Leitung, um eine Verbindung zum Abfall herzustellen, und schließen Sie diese an der Rückseite des Systems an.
- d. Bringen Sie die drei Schrauben und die Abdeckung auf der Rückseite des Systems, die die Kondensatabfallleitung abdeckt, wieder an.
- e. Schließen Sie die neue Leitung an einen dafür vorgesehenen Kondensatabfallbehälter an. Stellen Sie sicher, dass die Leitung gerade verläuft, um Luftpfehlüsse zu vermeiden.

5 Methoden-Management

Mit dem Alliance iS HPLC System können Gerätemethoden in Empower Projekten ausgeführt werden, die von der App Intelligent Method Translator (iMTA) übersetzt werden. Siehe [Intelligent Method Translator \(iMTA\) \(Seite 59\)](#), der die Systeme festlegt, deren Gerätemethoden übersetzbar sind.

5.1 Methodentransfer

Das Alliance iS HPLC System kann Ergebnisse produzieren, die mit vielen anderen HPLC Systemen vergleichbar sind. Beim Verschieben einer geregelten Methode von einem System auf ein anderes können jedoch in der Regel keine Änderungen an der Gerätemethode vorgenommen werden. Zum Beispiel kann der für eine übertragene Methode angegebene Säulentyp (Durchmesser) nicht geändert werden. Auch mit demselben Säulentyp sind die Ergebnisse nicht immer identisch. Wenn sich signifikanter Unterschied in der Retentionszeit ergibt, kann das Dwell-Volumen durch Anpassen des Gradientenstarts in Bezug auf die Injektion kompensiert werden. Zusätzliche Säuleneffekte können auch geändert werden.

Siehe *Dwell Volume and Extra-Column Volume: What Are They and How Do They Impact Method Transfer*, White Paper (720005723EN) auf www.waters.com.

5.2 Messen des Dwell-Volumens

Beim Transfer einer Gradienten-LC-Methode können Sie vergleichbare Retentionszeiten erreichen, indem Sie das Dwell-Volumen auf beiden Systemen messen. Das Dwell-Volumen ist das Systemvolumen zwischen dem Punkt, an dem der Gradient gebildet wird, und dem Säuleneinlass.

Sie können das Dwell-Volumen unter Anwendung des Mittelpunkts eines Gradienten von 0 - 100 % messen. Lassen Sie dazu einen Gradienten zwischen zwei identischen Lösungsmitteln A und B laufen, wobei Lösungsmittel B mit einem Marker versetzt ist. Führen Sie die Messung nach Einstellung des Systems ohne die Säule für die transferierte Gerätemethode durch, wobei die Säule durch eine Restriktionskapillare mit geringem Volumen ersetzt wird (siehe [Austauschen der Säule \(Seite 173\)](#)), um eine korrekte Funktionsweise der Pumpe sicherzustellen,

Siehe auch: Messung des Systemvolumens für Methodentransfer in der *Empower online Information System* (Empower Online-Informationssystem).

6 Tägliche Routineanalyse

Das Alliance iS HPLC System unterstützt Sie bei der effizienten Durchführung täglicher Routineanalysen, indem es fortschrittliche Hardwarefunktionen, einen intuitiven Touchscreen und Konnektivität mit dem Empower CDS bietet. In diesem Abschnitt finden Sie die Anweisungen dazu.

6.1 An- und Abmelden beim Alliance iS HPLC System

Sie können das System über den Kiosk entsperren oder sperren, ohne es herunterfahren zu müssen, indem Sie sich einfach an- oder abmelden.

So melden Sie sich beim System an, sperren es dann und melden sich ab:

1. Beobachten Sie den Bildschirm Idle (Leerlauf), der anzeigt, dass das System gesperrt ist.
2. Wischen Sie auf dem Touchscreen nach oben. Die Ansicht [Home view \(Seite 55\)](#) (Startansicht) wird angezeigt.
3. Führen Sie Ihre Arbeiten durch, bis Sie sich abmelden wollen.
4. Tippen Sie oben rechts im Touchscreen auf die Schaltfläche **Preferences** (Voreinstellungen).
5. Tippen Sie auf die Schaltfläche **Lock** (Sperren) unten auf dem Bildschirm Preferences (Voreinstellungen).
6. Tippen Sie auf die Schaltfläche **SIGN OUT** (Abmelden).
Die Benachrichtigung SIGN OUT (Abmelden) wird auf der Sperrseite angezeigt. Es wird folgende Meldung angezeigt: Sie werden in n Sekunden abgemeldet. Nach Abschluss ist das System gesperrt und geht in den Zustand IDLE (Leerlauf) über.

6.2 Starten der Hard- und Software

Wenn die Hardware des Alliance iS HPLC System ausgeführt wird, starten Sie die Empower Software.

So starten Sie die Hard- und Software:

1. Entsperren Sie das Alliance iS HPLC System oder schalten Sie es ein. (Wenn das System ausgeschaltet ist, lesen Sie [Einschalten des Systems \(Seite 61\)](#).)
2. Tippen Sie auf dem Touchscreen im linken Bereich auf die Schaltfläche **Commands** (Befehle).

Die Ansicht [Commands view \(Seite 57\)](#) (Befehlsansicht) wird angezeigt.

3. Stellen Sie sicher, dass der Status der **Detector Lamp** (Detektorlampe) `Lamp is on` (Lampe ist an) oder `Lamp is warming` (Lampe wird aufgewärmt) ist.
Wenn der Status `Lamp is off` (Lampe ist aus) lautet, tippen Sie auf die Schaltfläche der Lampe und halten Sie sie gedrückt, während der Timer herunterzählt. Warten Sie dann, bis der Status von `Lamp is warming` (Lampe wird aufgewärmt) zu `Lamp is on` (Lampe ist an) wechselt.

Hinweis: Warten Sie 30 – 60 Minuten, bis sich die Detektorlampe aufgewärmt hat. Aus diesem Grund ist es vorzuziehen, die Lampe mit dem Befehl **Detector Lamp** (Detektorlampe) einzuschalten, anstatt sie während des Einrichtungsvorgangs einzuschalten.

4. Starten Sie Empower an der Workstation.
5. Öffnen Sie Run Samples (Probenmessung).
Das Empower Steuerungsfeld wird automatisch im Statusbereich aufgerufen.
6. Starten Sie über das Steuerungsfeld die Alliance iS HPLC System Console, indem Sie auf den Rechtspfeil in der oberen rechten Ecke klicken.
Von der Console aus können Sie auf Konfiguration, Diagnose und detaillierte Statusinformationen zu allen Teilen des Systems zugreifen.
7. Öffnen Sie bei Bedarf das Empower Projekt, das für die Analyse benötigt wird.

6.3 Einrichten von Lösungsmitteln

Die Lösungsmittel für die mobile Phase und die Lösungsmittel für die Kolbenhinterspülung, den Nadelwaschvorgang und die Spüllösungsmittel werden vor der Äquilibrierung eingestellt.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen oder toxischen Verbindungen zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- Saubere Lösungsmittelflaschen

So richten Sie Lösungsmittel ein:

1. Bereiten Sie die für die Methode erforderlichen Lösungsmittel in den sauberen Flaschen vor.

Hinweis: Es kann bis zu vier Lösungsmittleitungen für die mobile Phase geben, die vom System als A, B, C und D identifiziert werden. Achten Sie besonders auf die Buchstaben der Lösungsmittel im Projekt, da ihre Kennungen bestimmen, welche Lösungsmittleitung an welche Flasche anzuschließen ist. Die Lösungsmittel für die Kolbenhinterspülung, den Nadelwaschvorgang und die Spüllösungen verfügen über dedizierte Leitungen. Aber eine Methode kann es erfordern, dass eine Flasche mit dem gleichen Präparat wie eine Flasche der mobilen Phase gefüllt werden muss.

Erhalten Sie bei Bedarf die Lösungsmittelspezifikationen für die Methode aus der SOP oder dem Empower Projekt.

2. Führen Sie für jede der Lösungsmittelflaschen nacheinander Folgendes durch:
 - a. Nehmen Sie den Deckel und die Lösungsmittleitung von der Flasche ab, die ersetzt werden soll.
 - b. Nehmen Sie die Flasche aus dem Tablett.
 - c. Führen Sie die Kapillare, deren Kennzeichnungsetikett dem Lösungsmittel entspricht, durch die Öffnung im Ersatzdeckel und setzen Sie diesen auf die Flasche.
 - d. Stellen Sie die Flasche auf das Tablett, wie in der folgenden Abbildung dargestellt.

Abbildung 6–1: Angeschlossene Lösungsmittelflaschen



3. Richten Sie über den Touchscreen die erste Einspülung der Lösungsmittleitungen, wie in [Äquilibrieren des Alliance iS HPLC System \(Seite 87\)](#) beschrieben, ein.

Hinweis: Wenn es erforderlich ist, Lösungsmittleitungen außerhalb des Äquilibrierungs-Workflows einzuspülen, kehren Sie zum Bildschirm Home (Startanzeige) zurück und wählen Sie den entsprechenden Workflow über Setup > Solvents (Einrichtung > Lösungsmittel) aus.

Siehe:

- [Einspülen des Systems der Kolbenhinterspülung \(Seite 67\)](#)
- [Einspülen der Pumpe \(Seite 69\)](#)
- [Spülen des Sample Managers \(Seite 71\)](#)
- [Anmerkungen zu Lösungsmitteln \(Seite 181\)](#)
- [Ersetzen der Filter der Lösungsmittelflaschen \(Seite 110\)](#)

6.4 Installieren oder Austauschen der Säule

Installieren Sie die für die Methode benötigte Säule oder tauschen Sie diese aus, nachdem Sie die Lösungsmittelflaschen auf dem Tablett gefüllt haben, damit die alte mobile Phase nicht durch die neue Säule fließen kann.

Zur Installation der Säule befolgen Sie die Anweisungen unter [Installieren der Säule \(Seite 64\)](#).

Zum Austauschen der Säule befolgen Sie die Anweisungen unter [Austauschen der Säule \(Seite 173\)](#).

6.5 Äquilibrieren des Alliance iS HPLC System

Die Äquilibrierung bereitet das System auf die genaue Datenaufnahme vor. Führen Sie den Workflow für die Äquilibrierung aus, wenn das System mindestens vier Stunden lang im Standbymodus war oder nachdem die mobile Phase oder Probennadel ausgetauscht wurde.

So äquilibrieren Sie das System:

1. Klicken Sie auf dem Touchscreen auf **Commands** (Befehle), um [Commands view \(Seite 57\)](#) (Befehlsanzeige) anzuzeigen.
2. Stellen Sie sicher, dass der Status der **Detector Lamp** (Detektorlampe) `Lamp is on` (Lampe ist an) lautet. Warten Sie so lange wie nötig.

Hinweis: Warten Sie 30 – 60 Minuten, bis sich die Detektorlampe aufgewärmt hat. Aus diesem Grund ist es vorzuziehen, die Lampe mit dem Befehl **Detector Lamp** (Detektorlampe) einzuschalten, anstatt sie während des folgenden Einrichtungsvorgangs einzuschalten.

3. Wenn sich der Lampenstatus zu `Lamp is on` (Lampe ist an) ändert, kehren Sie zur Ansicht [Home view \(Seite 55\)](#) (Startansicht) zurück und tippen auf **Setup** (Einrichten), um die Ansicht [Setup view \(Seite 55\)](#) (Einrichtungsansicht) anzuzeigen.

4. Tippen Sie auf **Startup** (Starten) und befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm. Zu den Aktionen gehören:
 - a. Einspülen der mobilen Phase
 - b. Einspülen des Spüllösungsmittels
 - c. Einstellen von Probertemperaturen und Kontrollpunkten
 - d. Einschalten der Detektorlampe
 - e. Einstellen der Durchflussrate, Zusammensetzung und Dauer
5. Überprüfen Sie die Einstellungen auf dem Bildschirm Summary (Zusammenfassung) und tippen Sie auf **Start**, um mit dem Äquilibrierungsvorgang fortzufahren. Die Meldung `System Startup In Progress` (Hochfahren des Systems wird ausgeführt) wird auf dem Bildschirm Status angezeigt, während die Äquilibrierung ausgeführt wird. Nach Abschluss der Äquilibrierung ist das System für die routinemäßigen Arbeiten bereit.

6.6 Vorbereiten und Laden von Proben

Der Sample Manager kann drei nach ANSI/SBS genormte Standardplatten oder -tablets aufnehmen, die über die Probenraumtür geladen werden. Spezifische ANSI-Standard-Kammerplatten, Vial-Tablets, Vials und Kappenmatten oder Verschlusskappen sind für die Verwendung mit dem System zugelassen und erforderlich. Falsches Laden der Platten oder Tablets kann zu einem Fehler führen.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen oder toxischen Verbindungen zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille

So bereiten Sie Proben vor und laden sie:

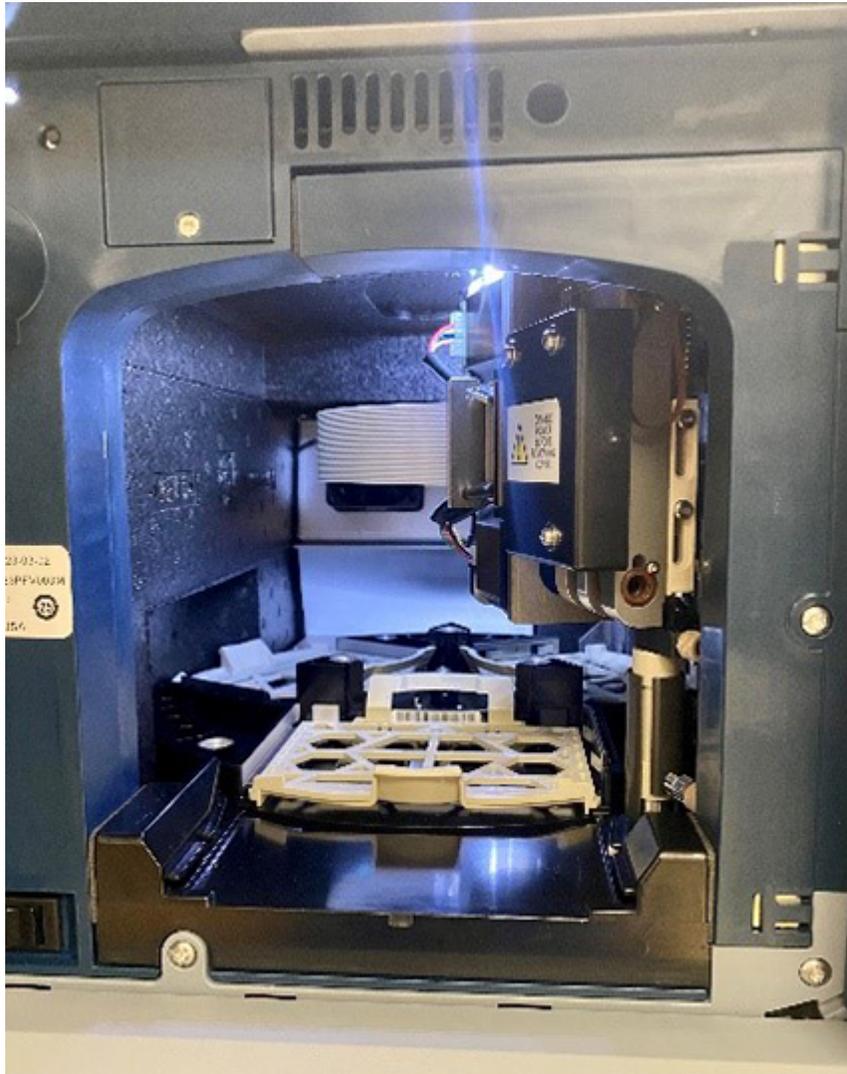
1. Bereiten Sie die Proben wie für die Methode angegeben vor,
2. Füllen Sie die Probenplatten oder Tablets wie für die Methode angegeben. Waters Vials werden bevorzugt, siehe

Beachten der Empfehlungen für Vials und Platten (Seite 107)

Tipp: Die Vial-Positionen V1 bis V12, die sich rechts und links auf dem Probenblett befinden, sind für 4-mL-Vials vorgesehen. Wenden Sie sich an Waters, wenn Sie Einsätze benötigen, um in diesen Positionen 2-mL-Vials zu verwenden.

3. Öffnen Sie die Tür des Sample Managers, um Zugang zur Platte zu erhalten, wie in der Abbildung gezeigt.

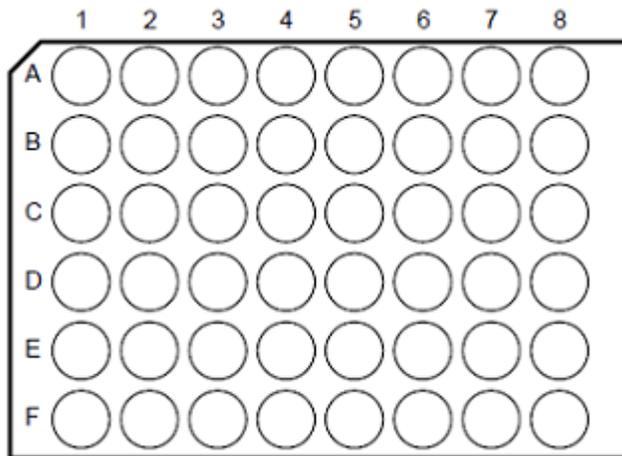
Abbildung 6–2: Platte des Sample Managers



4. Drücken Sie den Wahlschalter für Platte/Tablett in der unteren linken Ecke des Sample Managers nach Bedarf, um Position 1, 2 oder 3 auszuwählen.

Ausnahme: Wenn Sie auf den Auswahlsschalter drücken, während eine Diagnosefunktion läuft, der Sample Manager eingespült wird oder die Probenadel auf das Probenblett zugreift, eine Injektion vornimmt oder gereinigt wird, dann blinkt die Raumleuchte des Sample Managers ununterbrochen und die Plattenposition wird nicht verändert. Der

Abbildung 6–4: Vialpositionen auf der Probenplatte



7. Schieben Sie die Platte oder das Tablett wieder hinein, bis es einrastet.



Hinweis: Die Probenplatten müssen korrekt positioniert und das Probenblett muss vollständig eingerastet sein, um Beschädigungen der Nadel zu vermeiden.

8. Wiederholen Sie die vorherigen Schritte für jede Platte oder jedes Tablett.

9. Schließen Sie die Tür des Probenraums.

6.7 Überprüfen des Systemstatus und -zustands

Überprüfen Sie den Systemstatus und -zustand, bevor Sie mit der Datenaufnahme beginnen, in regelmäßigen Abständen während des Tages und falls Probleme auftreten.

6.7.1 Prüfungen bei der Datenaufnahme

Labormanager können Prüfungen vor und während der Datenaufnahme einrichten, um häufige Fehler zu minimieren. Der Touchscreen bietet die Benutzeroberfläche für die Einstellung der Prüfungen. Über den Bildschirm Home (Start) finden Sie die Workflows unter **System > Administration > Acquisition Checks** (System > Verwaltung > Aufnahmeprüfungen). Der Bildschirm Acquisition Checks (Aufnahmeprüfungen) bietet **Pre-Run Checks** (Prüfungen vor der Aufnahme) und **Run-Time Checks** (Prüfungen während der Aufnahme) an.

Hinweis: Diese Funktion lässt sich mit Empower 3.8.0 und höher durchführen.

Die Datenaufnahme kann fortgesetzt werden, wenn alle aktiven Prüfungen vor dem Lauf bestanden wurden. Die Prüfungen können Folgendes umfassen:

- **Column must be installed** (Säule muss installiert sein): Dabei wird geprüft, ob eine Säule im Säulenofen installiert ist, jedoch nur bei Verwendung einer Säule von Waters mit einem lesbaren Etikett.
- **Column must match method** (Säule muss zu Methode passen): Es wird geprüft, ob die installierte Säule für die ausgewählte Methode geeignet ist, jedoch nur bei Verwendung einer Säule von Waters mit einem lesbaren Etikett.
- **No pending preventative maintenance** (Keine ausstehende vorbeugende Wartung): Es wird das Datum geprüft, das durch **Preventative Maintenance > Set Preventative Maintenance** (Vorbeugende Wartung > Datum für vorbeugende Wartung einstellen) eingestellt wurde.
- **System is qualified** (System ist qualifiziert): Es wird das Datum geprüft, das durch **Administration > System Qualification > Set the System Qualification** (Administration > Systemqualifizierung > Systemqualifizierung einstellen) eingestellt wurde. Dieses Datum muss durch eine gültige Dokumentation und durch Testergebnisse belegt werden und wird in der Regel aktualisiert, wenn ein Techniker von Waters das System neu qualifiziert. Die Datenaufnahme kann nicht fortgesetzt werden, wenn die Qualifikation abgelaufen ist.
- **Mobile Phase ist noch nicht abgelaufen**: Es wird das Datum für jedes der von der Methode verwendeten Lösungsmittel für die mobile Phase (A, B, C, D) geprüft.
- **Probenplatten müssen installiert sein**
- **Probenplatten müssen zu Methode passen**
- **Alle Vials sind vorhanden**

Die Datenaufnahme wird angehalten, wenn Laufzeitprüfungen ausgewählte Probleme erkennen, während Probensätze ausgeführt werden. Die Prüfungen können Folgendes umfassen:

- **Mobile phase is low** (Mobile Phase fast leer): Wenn eine Flasche mit Lösungsmittel für die mobile Phase zu weniger als 10 % gefüllt ist.
- **Wash solvent is low** (Waschlösungsmittel fast leer): Wenn eine Flasche mit Waschlösungsmittel zu weniger als 10 % gefüllt ist.
- **Leak is detected** (Leck wurde erkannt): Immer aktiviert. Die Überprüfung der Lecksensoren der Pumpe, der Säule, des Detektors oder des Sampler Managers wird durch **System > Leak Sensors** (System > Lecksensoren) gesteuert.
- **Vial is missing** (Vial fehlt): Immer aktiviert. Die Überprüfung auf Vials an den für den Probensatz angegebenen Positionen erfolgt automatisch.

6.7.2 Überwachung über den Touchscreen

Der Touchscreen liefert Informationen über den Systemstatus und die Bedingungen. Die Statusleiste im oberen Bereich des Fensters zeigt an, ob das Alliance iS HPLC System derzeit Proben verarbeitet. Wenn das System eingeschaltet ist und nicht arbeitet, zeigt das Dashboard den Status Idle (Leerlauf) an und die Bildschirmfarbe ist blau. Wenn das System arbeitet, zeigt

das Dashboard den Status Running (Wird ausgeführt) an und die Bildschirmfarbe ist grün. Rot zeigt an, dass ein Fehlerstatus vorliegt.

In der Ansicht [Home \(Seite 55\)](#) (Start) des Touchscreens werden aktuelle Systembedingungen wie Temperaturen, Drücke und Injektionszählungen angezeigt.

In der Ansicht [Health \(Seite 56\)](#) (Zustand) des Touchscreens stehen einige Tools zur Fehlersuche zur Verfügung.

6.7.3 Überwachung über das Empower Steuerungsfeld

Sie können das Alliance iS HPLC System über das Steuerungsfeld von Empower CDS überwachen, das unten im Fenster Run Samples (Proben verarbeiten) angezeigt wird und auch über das Menü QuickStart (Schnellstart) aufgerufen werden kann. Das Steuerungsfeld zeigt die wichtigsten Systembedingungen wie Status, Temperatur und Druck an.

Hinweis: Die Werte im Empower Steuerungsfeld sind schreibgeschützt.

6.7.4 Überwachung über die Alliance iS HPLC System Console

Auf die Alliance iS HPLC System Console wird über das Empower Steuerungsfeld zugegriffen. Die Console zeigt die aktuellen (oder neuesten) Parameterwerte, einschließlich Temperaturen und Drücken, wie folgt an:

Hinweis: Sie können keine Einstellungen über die Console ändern. Einstellungen werden über den Touchscreen oder durch Laden einer Methode geändert.

Abbildung 6–5: System Console



Flow	2.000 mL/min
Composition	100% A 0% B 0% C 0% D
Delta Pressure	39.62 psi, 1min
System Pressure	4002.66 psi
Sample Pressure	3998.70 psi
Sample Temperature	20.3 °C
Column Temperature	19.9 °C
Ambient Temperature	21.4 °C
Lamp State	On
Channel A	200.0 nm
Channel B	230.0 nm

6.7.5 Aufnehmen von Daten

Um Chromatographiedaten vom Alliance iS System aufzunehmen, bereiten Sie den Probensatz in Empower vor und führen ihn durch. Siehe den Abschnitt Data Acquisition (Datenaufnahme), Acquiring Data (Aufnehmen von Daten) in der *Empower online Information System* (Empower Online-Informationssystem).

6.8 Überprüfen der Ergebnisse

Überprüfen Sie die Ergebnisse des Probensatzes in Empower, siehe Abschnitt Datenanalyse unter *Empower online Information System* (Empower Online-Informationssystem).

6.9 Drucken des Reports

Erstellen und drucken Sie den Report für Probensatzdaten in Empower, siehe Abschnitt Reporterstellung in *Empower online Information System* (Empower Online-Informationssystem).

6.10 Vorbereiten des Herunterfahrens des Alliance iS HPLC System

Hinweis: Weitere Informationen zum Herunterfahren finden Sie unter [Herunterfahren des Systems \(Seite 62\)](#).

1. Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **SETUP** (Einrichtung), um die Ansicht [Setup view \(Seite 55\)](#) (Einrichtungsansicht) anzuzeigen.
2. Tippen Sie auf **Shutdown** (Herunterfahren) und befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm, um die nächsten Schritte abzuschließen. Zu den Aktionen gehören:
 - a. Einstellen der Probentemperatur und des Sollwerts
 - b. Einstellen der Säulentemperatur und des Sollwerts
 - c. Einstellen der Flussrate und der Zusammensetzung
 - d. Einstellen des Lampenstatus
3. Überprüfen Sie die Einstellungen auf dem Bildschirm Summary (Zusammenfassung) und tippen Sie auf **Start**, um fortzufahren.
4. Tippen Sie auf **Done** (Fertig).
Das Herunterfahren läuft im Hintergrund weiter, sofern kein Fehler auftritt.

6.10.1 Abschalten für weniger als 24 Stunden

Halten Sie den Lösungsmittelfluss für kurze Leerlaufzeiten (weniger als 24 Stunden) aufrecht, um die Sauberkeit der Flusszelle zu erhalten.

Falls die nächste Injektion erst nach einigen Stunden stattfinden soll, verringern Sie die Flussrate in der Zwischenzeit auf einige Zehntel eines mL/min, um Lösungsmittel zu sparen. Lassen Sie den Detektor währenddessen betriebsbereit und den Säulenofen bei Betriebstemperatur.

So schalten Sie das System für weniger als 24 Stunden ab:

1. Fördern Sie weiterhin das Lösungsmittelgemisch, welches den Anfangsbedingungen der Trennmethode entspricht, durch die Säule. Dies verhindert eine Ansammlung von Verunreinigungen in der Flusszelle und hält das Säulengleichgewicht aufrecht, das für eine gute Reproduzierbarkeit der Retentionszeit erforderlich ist.
2. Zur Verlängerung der Lebensdauer der Detektorlampe schalten Sie diese aus, indem Sie auf **COMMANDS > UV Detector Lamp** (BEFEHLE -> UV-Detektorlampe) tippen.
`Power off Lamp` (Lampe ausschalten) wird auf dem Bildschirm angezeigt.

6.10.2 Abschalten für mehr als 24 Stunden

Wenn das System/der Detektor vor dem Ausschalten nicht gespült wird, kann dies zu einer verstopften Flusszelle führen.

So schalten Sie den Detektor für mehr als 24 Stunden aus:

1. Schalten Sie die Detektor aus, indem Sie auf **COMMANDS > UV Detector Lamp** (BEFEHLE -> UV-Detektorlampe) tippen.
`Power off Lamp` (Lampe ausschalten) wird auf dem Bildschirm angezeigt.
2. Entfernen Sie Puffersalze und Additive durch Spülen mit Wasser.
3. Spülen Sie die Säule und Flusszelle mit 100 % reinem organischen Lösungsmittel.

7 Leistungsoptimierung

Schauen Sie sich die folgenden Themen im Zusammenhang mit der Optimierung der Leistung des Alliance iS HPLC System an:

- [Allgemeine Richtlinien \(Seite 96\)](#)
- [Vermeiden von Lecks \(Seite 98\)](#)
- [Einrichten einer Methode \(Seite 107\)](#)
- [Hinweise zur Probenkammer \(Seite 107\)](#)
- [Beachten der Empfehlungen für Vials und Platten \(Seite 107\)](#)
- [Zykluszeit zwischen Injektionen \(Seite 108\)](#)
- [Erhöhen der Lebensdauer von Säulen \(Seite 108\)](#)

7.1 Allgemeine Richtlinien

Befolgen Sie bei der Durchführung einer HPLC-Analyse die folgenden allgemeinen Empfehlungen.

- Verwenden Sie hochwertige Lösungsmittel, Puffer und Additive (HPLC- oder MS-Qualität).
- Verwenden Sie hochwertiges Wasser (HPLC- oder MS-Qualität).
- Verwenden Sie für die Leitungen in den Lösungsmittelflaschen stets Lösungsmittelfilter.
- Filtrieren Sie die Puffer durch einen 0,45-µm-Membranfilter.
- Bewahren Sie konzentrierte Stammlösungen auf, um sie bei der Herstellung von Arbeitslösungen zu verwenden, und kühlen Sie sie, wenn Sie sie nicht verwenden, um ihre Haltbarkeit zu maximieren.
- Fügen Sie keinen frischen Puffer zu altem hinzu (eine Praxis, die als „Topping off“ bekannt ist). Dies kann das Mikrowachstum fördern.
- Lassen Sie alle Lösungsmittleitungen gefüllt.
- Spülen Sie Puffer aus dem System, wenn diese nicht verwendet werden und achten Sie dabei darauf, dass Sie keine Lösungsmittel verwenden, die ausfallen oder auf eine andere Art und Weise reagieren können.
- Verwenden Sie 10 % - 20 %iges organisches Lösungsmittel in Wasser als ein Lösungsmittel zur Lagerung, wenn Sie vermuten, dass das System länger als 24 Stunden im Wartezustand verbleiben wird.

- Lassen Sie die Kolbenhinterspülungsleitung gefüllt.
- Beobachten Sie den Flüssigkeitsstand im Abfallbehälter, um sicherzustellen, dass er allen anfallenden Abfall aufnehmen kann.

Informationen zur Vermeidung und Beseitigung von Kontaminationen finden Sie unter *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Vermeiden von Kontaminationen in LC-MS-Systemen, 715001307DE) auf der Website von Waters (www.waters.com).

7.1.1 Verschleppung

Verschleppungen treten in chromatographischen Systemen auf, wenn ein zuvor injizierter Analyt als Peak im Chromatogramm nachfolgender Proben auftritt.

Die Ursache dafür ist gewöhnlich das Verbleiben einer geringen Menge an Analyt im System, nachdem die Probe injiziert wurde. Verschleppungen können dadurch sichtbar gemacht werden, dass Sie sofort nach einer analytischen Probe eine Leerprobe analysieren; in dem zugehörigen Chromatogramm treten beim Vorliegen einer Verschleppung dann Analytpeaks auf.

Waters gibt die Probenverschleppung beim Alliance iS System mit maximal 0,002 % an.

Eine häufige Ursache für Verschleppungen ist eine unzureichende Spülung des Systems, insbesondere der Probennadel. Durch die Auswahl eines geeigneten Waschlösungsmittels können Verschleppungen für eine bestimmte Analyse minimiert werden (siehe [Richtlinien für Waschlösungsmittel \(Seite 190\)](#)). Das Waschlösungsmittel muss ausreichend stark sein, um Probenrückstände auf der Nadel aufzulösen, und die Dauer des Waschvorgangs muss lang genug sein, damit die Rückstände vollständig aus dem System entfernt werden.

Auch die Methodenbedingungen haben einen Einfluss auf Verschleppungen. Eine zu kurze Haltezeit in den Endbedingungen eines Gradienten kann insbesondere bei steilen Gradienten dazu führen, dass die Analyten nicht restlos aus dem System oder der Säule entfernt werden. Zudem muss das System unbedingt gründlich gespült und die Säule äquilibriert werden, bevor die nächste Analyse durchgeführt wird.

Beim Minimieren von Verschleppungseffekten müssen darüber hinaus zusätzliche Faktoren wie die Hydrophobizität und Löslichkeit der Proben sowie etwaige Kontaminationen durch Hilfsmittel bei der Probenvorbereitung berücksichtigt werden. Auf sauberes Arbeiten bei der Probenvorbereitung muss geachtet werden.

Tipp:

- Testen Sie Ihre Probe in einem Spüllösungsmittel, um sicherzustellen, dass es keine Ausfällung des Analyten oder der Matrix verursacht.

7.1.1.1 Verringerung von Verschleppung

Die Nichtbeachtung der angegebenen Richtlinien kann zu unerwünschter Verschleppung zwischen den Injektionen führen.

In einem chromatographischen System wird jede Substanz, die einen unerwünschten Peak oder übermäßiges Hintergrundrauschen verursacht, als Kontamination bezeichnet.

Probenverschleppung ist eine besondere Form der Kontamination. Sie tritt auf, wenn Probenmaterial, das nach einer Injektion im System verblieben ist, als Peaks in nachfolgenden Injektionen auftaucht und die Quantifizierung stört. Zur Optimierung der Systemleistung muss die Probenverschleppung minimiert und auf einem akzeptablen Niveau gehalten werden (oft unterhalb der Nachweisgrenze).

Hinweis: Verschleppung kann durch Säulenwechselwirkungen oder im System auftreten. Sie können eine Säulenverschleppung identifizieren, indem Sie einen Doppelgradienten auf der Säule durchführen. Wenn im zweiten Gradienten Verschleppung beobachtet wird, empfiehlt Waters, die Säule in einem starken Lösungsmittel zu waschen.

Gründe für Probenverschleppung sind beispielsweise Fehler beim Einbau von Flüssigkeitsleitungen, Fittings oder anderem Zubehör oder unwirksame Waschlösungsmittel. Mit den folgenden Maßnahmen können Sie die Probenverschleppung verringern:

- Verwenden Sie jede Erweiterungsschleife nur in einem System.
- Achten Sie darauf, dass alle Leitungsverbindungen ordnungsgemäß sitzen. Bevor Sie die Kompressionsschrauben des Fittings anziehen, müssen die Schläuche richtig (ohne Abstand innerhalb des Ports) in allen Anschlussports sitzen. Schlecht sitzende Verbindungen bilden unnötige Volumenreservoirs, in denen Probenmaterial zurückbleiben kann, was die Probenverschleppung verstärkt. (siehe [Vermeiden von Lecks \(Seite 98\)](#).)
- Überprüfen Sie die Nadelführung auf Probenreste und Verschmutzungen, die zu Verschleppungen führen könnten. Falls erforderlich, reinigen Sie die Nadelführung oder tauschen Sie sie aus.
- Vermeiden Sie Verschlussysteme für Platten oder Vials, die mit klebrigen Substanzen arbeiten, da diese zu Probenverschleppung führen können.
- Falls Sie Interaktionen der Probe mit dem Nadelmaterial vermuten, erhöhen Sie die Stärke des Waschlösungsmittels oder die Waschkdauer.
- Befolgen Sie bei der Auswahl von Waschlösungsmitteln diese [Richtlinien für Waschlösungsmittel \(Seite 190\)](#).

Siehe auch: Weitere Informationen zur Vermeidung von Kontaminationen in Chromatographiesystemen finden Sie im Dokument *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Vermeiden von Kontaminationen in LC-MS-Systemen, 715001307DE) auf der Website von Waters (www.waters.com).

7.2 Vermeiden von Lecks

Das Vermeiden von Lecks während einer Analyse gewährleistet einen ausreichenden Flussdruck im System und die Integrität der Probe.

Lecks treten an Leitungsverbindungen und Dichtungen auf, wobei Ersteres häufiger vorkommt. Niederdrucklecks (an der Einlassseite der Solvent Manager Pumpe) führen zu einem Verlust von Lösungsmittel und dem Eintrag von Luft in der Ansaugphase. Aus den Lecks an

Hochdruckfittings (den Rückschlagventilen nachgeschaltet) kann Lösungsmittel austreten, jedoch keine Luft eindringen.

Um Lecks zu vermeiden, befolgen Sie die Empfehlungen von Waters bezüglich der fachgerechten Installation von Systemfittings. Beachten Sie, dass beim erneuten Festziehen von Fittings andere Verfahrensweisen angewendet werden als bei deren Einbau.

7.2.1 Installationsempfehlungen für Fittings

Reduzieren Sie das Risiko von Lecks an den Kapillarverbindungen, indem Sie die Empfehlungen von Waters befolgen. Stellen Sie außerdem sicher, dass geeignete und ordnungsgemäß angezogene Fittings wie beschrieben verwendet werden.

Im System werden drei Arten an Fittingeinheiten verwendet:

- Polyetheretherketon (PEEK), Polymerbasis
- Edelstahl (SST), vergoldet
- Werkzeuglose Fittings (TFF)



Warnung: Befolgen Sie stets die Richtlinien für die Gute Laborpraxis (GLP), insbesondere beim Arbeiten mit Gefahrstoffen. Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen Materialien zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- 1/4-Zoll-Maulschlüssel, zum Festziehen oder Lösen von (goldplattierten) SST mit zweiteiligen Ferrulen
- Filzstift

Befolgen Sie beim Anschließen der Kapillaren die folgenden Empfehlungen für die Installation und das Festziehen von Fittings:

- Stellen Sie vor dem Festziehen der Kompressionsschrauben sicher, dass die Kapillare vollständig im vorgesehenen Anschlussport steckt.
- Verwenden Sie der Einfachheit halber lange Kompressionsschrauben, um Kapillaren am Injektor und Entlüftungsventil zu befestigen.
- Wenn Sie bei der Wartung Fittings lösen, prüfen Sie diese stets auf Risse, beschädigte Gewinde und Verformungen.

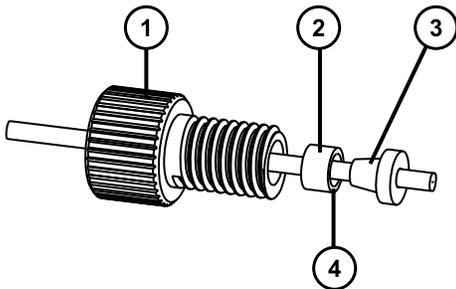
- Wenn Sie Fittings während der Wartung lösen oder ersetzen, führen Sie den Lecktest des Solvent Managers durch (siehe Online-Hilfe Ihres Systems).
- Mit Ausnahme der werkzeuglosen Fittings dürfen SST-Fittings nicht mehr als sechs Mal verwendet werden.

7.2.1.1 Kurzes oder langes 1/4-28-Fitting mit flanschloser Ferrule und Verriegelungsring aus Edelstahl

Ziehen Sie das Fitting fingerfest an.

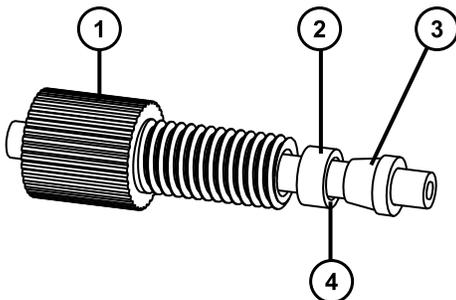
Wichtig: Kurze Fittings sind für die Verwendung mit Kapillaren mit einem AD von 1/16 Zoll vorgesehen. Lange Fittings sind für die Verwendung mit Kapillaren mit einem AD von 1/8 Zoll vorgesehen.

Abbildung 7-1: Kurzes 1/4-28-Fitting mit flanschloser Ferrule und Verriegelungsring aus Edelstahl, erste Verwendung oder Wiedereinbau



- ① Kompressionsschraube
- ② Verriegelungsring
- ③ Quetschhülse
- ④ Ende des Verriegelungsring mit größerem ID

Abbildung 7-2: Langes 1/4-28-Fitting mit flanschloser Ferrule und Verriegelungsring aus Edelstahl, erste Verwendung oder Wiedereinbau



- ① Kompressionsschraube

- ② Verriegelungsring
- ③ Quetschhülse
- ④ Ende des Verriegelungsringes mit größerem ID

7.2.1.2 Hochdruckstecker

Dieser Fittingtyp wird verwendet, um einen unbenutzten Anschluss zu verschließen oder, in manchen Fällen, um das System auf Druck zu prüfen.

Ziehen Sie das Fitting fingerfest und um eine weitere 1/6-Drehung mit einem Schraubenschlüssel an.

Abbildung 7–3: Hochdruckstecker, Erstverwendung oder Wiedereinbau

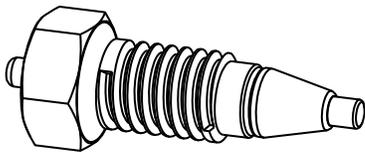
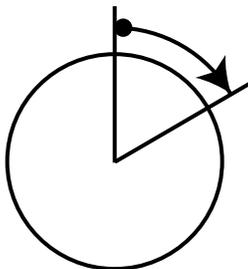


Abbildung 7–4: Festziehen des Hochdrucksteckers, Erstverwendung oder Wiedereinbau



7.2.1.3 Metallfitting mit kurzen oder langen Flächen und zweiteiliger metallischer Ferrule (V-detail)

Das Verfahren zum Festziehen von Metallfittings unterscheidet sich bei neuen und wiederverwendeten Fittings.

Beachten Sie die folgenden Empfehlungen in diesem Handbuch, um Lecks zu vermeiden:

- Siehe [Vermeiden von Lecks \(Seite 98\)](#) und [Installationsempfehlungen für Fittings \(Seite 99\)](#).
- Detaillierte Anweisungen zur Montage der neuen Fittings finden Sie unter [Montieren neuer Metallfittings \(Seite 104\)](#).

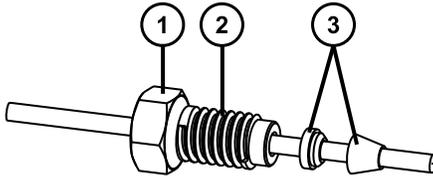
! **Hinweis:** Stellen Sie vor dem Festziehen der Kompressionsschrauben sicher, dass die Kapillare vollständig im vorgesehenen Anschlussport steckt.

! **Hinweis:** Beim Einbau neuer Fittings und beim erneuten Festziehen bereits verwendeter Fittings werden unterschiedliche Verfahrensweisen angewendet.

Erste Verwendung

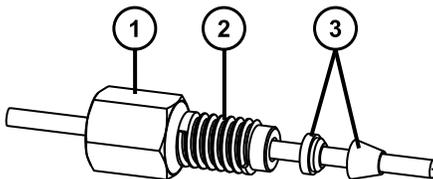
! **Hinweis:** Ziehen Sie das Fitting fingerfest und um eine weitere 3/4-Drehung mit einem 1/4-Zoll-Maulschlüssel an.

Abbildung 7–5: Metallfitting mit kurzen Flächen und zweiteiliger metallischer Ferrule, erste Verwendung



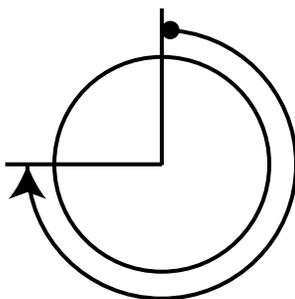
- ① Kurze Flächen
- ② Kompressionsschraube
- ③ Zweiteilige metallische Ferrule

Abbildung 7–6: Metallfitting mit langen Flächen und zweiteiliger metallischer Ferrule, erste Verwendung



- ① Lange Flächen
- ② Kompressionsschraube
- ③ Zweiteilige Ferrule

Abbildung 7–7: Metallfitting mit kurzen oder langen Flächen und zweiteiliger metallischer Ferrule, Festziehen beim ersten Gebrauch

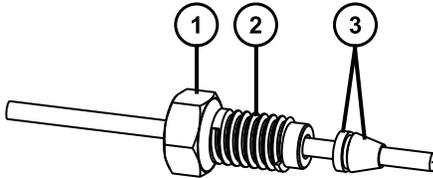


Wiedereinbau

! **Hinweis:** Für eine optimale Leistung installieren Sie diese Verbindung nur an dem gleichen Port, von dem sie entfernt wurde.

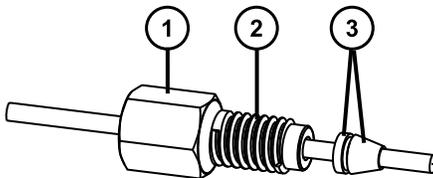
Ziehen Sie das Fitting fingerfest und um bis zu einer weiteren 1/6-Drehung mit einem 1/4-Zoll-Maulschlüssel an.

Abbildung 7–8: Metallfitting mit kurzen Flächen und zweiteiliger metallischer Ferrule, Wiedereinbau



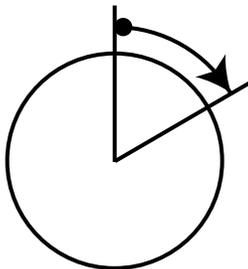
- ① Kurze Flächen
- ② Kompressionsschraube
- ③ Zweiteilige metallische Ferrule

Abbildung 7–9: Metallfitting mit langen Flächen und zweiteiliger metallischer Ferrule, Wiedereinbau



- ① Lange Flächen
- ② Kompressionsschraube
- ③ Zweiteilige Ferrule

Abbildung 7–10: Metallfitting mit kurzen oder langen Flächen und zweiteiliger metallischer Ferrule, Festziehen beim Wiedereinbau



7.2.1.3.1 Montieren neuer Metallfittings

Um eine ordnungsgemäße Montage sicherzustellen, müssen Sie neue Metallfittings vor dem Festziehen markieren.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.



Hinweis: Tragen Sie zur Vermeidung der Kontamination der Systemkomponenten beim Ausführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- 1/4-Zoll-Maulschlüssel, für Metallfittings mit zweiteiligen Ferrulen
- Filzstift

So montieren Sie ein neues Metallfitting:

1. Führen Sie das Ende einer Leitung in das hexagonale Ende der Kompressionsschraube ein.
2. Führen Sie die Leitung in das größere Ende der Ferrule ein.
3. Führen Sie die Leitung in den Anschlussport ein.
4. Drehen Sie die Kompressionsschraube im Uhrzeigersinn in den Anschlussport ein, bis die Schraube fingerfest angezogen ist.



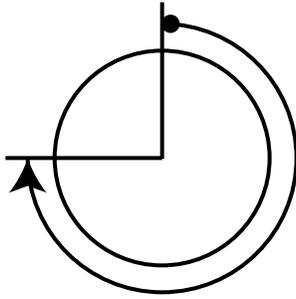
Hinweis: Stellen Sie vor dem Festziehen der Kompressionsschrauben sicher, dass die Kapillare vollständig im vorgesehenen Anschlussport steckt.

5. Markieren Sie die Kompressionsschraube in der 12-Uhr-Stellung mit dem Filzstift.
6. Markieren Sie den Anschlussport in der 9-Uhr-Stellung mit dem Filzstift.
7. Vergewissern Sie sich, dass die Kapillare den Boden des Anschlussports berührt, und drehen Sie dann die Kompressionsschraube mit dem 1/4-Zoll-Maulschlüssel im Uhrzeigersinn um eine 3/4-Drehung, bis die zwei Markierungen aufeinander ausgerichtet sind.



Hinweis: Stellen Sie vor dem Festziehen der Kompressionsschrauben sicher, dass die Kapillare vollständig im vorgesehenen Anschlussport steckt.

Abbildung 7–11: Neues Fitting, Festziehen beim ersten Gebrauch



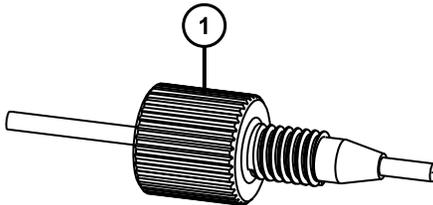
7.2.1.4 Einteiliges PEEK-Fitting

Ziehen Sie das Fitting fingerfest an.

Tipp: Durch Verwendung des flanschlosen Verlängerungswerkzeugs aus Aluminium (im Lieferumfang des System-Zubehörkits enthalten) können Sie dieses Fitting ordnungsgemäß festziehen.

! **Hinweis:** Stellen Sie vor dem Festziehen der Kompressionsschrauben sicher, dass die Kapillare vollständig im vorgesehenen Anschlussport steckt.

Abbildung 7–12: Erste Verwendung oder Wiedereinbau des einteiligen PEEK-Fittings



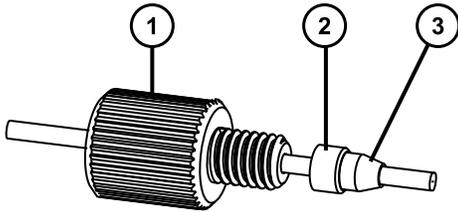
① Kompressionsschraube

7.2.1.5 PEEK-Fitting mit PEEK-Ferrule und Verriegelungsring aus Edelstahl

Ziehen Sie das Fitting fingerfest an.

! **Hinweis:** Stellen Sie vor dem Festziehen der Kompressionsschrauben sicher, dass die Kapillare vollständig im vorgesehenen Anschlussport steckt.

Abbildung 7–13: PEEK-Fitting mit PEEK-Ferrule und Verriegelungsring aus Edelstahl, erste Verwendung oder Wiedereinbau

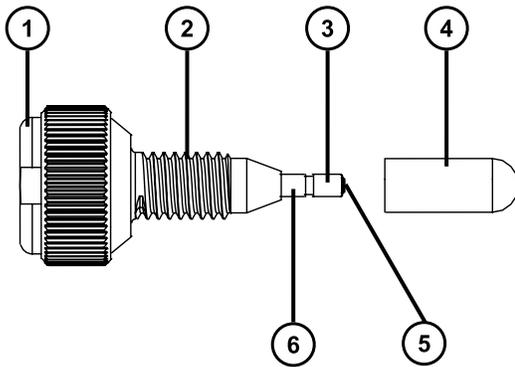


- ① Kompressionsschraube
- ② Verriegelungsring
- ③ Ferrule

7.2.1.6 Werkzeugloses Fitting

Ziehen Sie das Fitting fingerfest an.

Abbildung 7–14: TFF, erste Verwendung oder Wiedereinbau



- ① Halterkappe
- ② Kompressionsschraube
- ③ Fittinghülse
- ④ Schutzkappe
- ⑤ Stirnseitendichtung
- ⑥ Geschweißte Kapillareinheit

7.3 Einrichten einer Methode

Sie können eine neue Methode mithilfe der Empower Software des Systems erstellen.

(Informationen zur Messung des Dwell-Volumens und zum Methodentransfer finden Sie unter [Methoden-Management \(Seite 83\)](#).)

Im Empower Startfenster:

1. Klicken Sie auf **Browse Projects** (Projekte durchsuchen).
2. Klicken Sie im Hauptmenü auf **File > New Method** (Datei > Neue Methode) und dann auf **Instrument Method, Processing Method** (Gerätemethode > Prozessierungsmethode) oder **Method Set** (Methodensatz).
3. Legen Sie die Methodeneinstellungen fest.

7.4 Hinweise zur Probenkammer

Bei geöffneter Tür des Sample Managers besteht Verletzungsgefahr. Gehen Sie vorsichtig vor.



Warnung: Um Stichverletzungen zu vermeiden, bringen Sie Hände und lose Kleidungsstücke nicht in die Nähe der Nadeleinheit, während diese sich bewegt. Beachten Sie, dass die Innenbeleuchtung des Sample Managers zu blinken beginnt, wenn die Probenraumtür geöffnet ist und die Nadeleinheit sich zu bewegen beginnt.

7.5 Beachten der Empfehlungen für Vials und Platten

Die falsche Auswahl der Probenvials und -platten kann zu Problemen mit der Systemfunktion und -leistung führen.

Waters empfiehlt, die folgenden Verwendungsrichtlinien für Vials und Platten im Sample Manager zu beachten:

- Vials
 - Verwenden Sie nur von Waters zertifizierte Vials.
 - Vergewissern Sie sich, dass die Vial-Probenhalter die ANSI/SBS-Anforderungen erfüllen.
- Platten
 - Verwenden Sie ausschließlich von Waters zugelassene Platten und Verschlussmatten.
 - Wenn Sie neue Platten, insbesondere 384-Well-Platten, auswählen, messen Sie die Plattengröße aus, um sicherzustellen, dass diese mit den Spezifikationen von Waters für den Sample Manager kompatibel sind.

- Um ein Verziehen der Platten zu vermeiden, dürfen diese nicht zentrifugiert werden.
- Beachten Sie, dass bei Platten, die hohe Konzentrationen von organischen Lösungsmitteln enthalten, aufgrund von Lösungsmittelverdunstungen bei oder über Raumtemperatur unter Umständen unstimmmige Ergebnisse erzielt werden.
- Verschlüsse
 - Verwenden Sie nach Möglichkeit Verschlussfolien für die Probenplatten.
 - Verwenden Sie vorgeschlitzte Verschlussmatten/Versiegelungsfolien und Vialkappen. Durch die Verwendung nicht vorgeschlitzter Verschlussmatten oder Vial-Kappen können die Waschleitungen verstopfen.
 - Verwenden Sie für die Proben-Vials nur von Waters zugelassene Verschlüsse, um Probenverluste und Nadelbeschädigungen zu vermeiden.

Siehe auch: *Waters Sample Vials and Accessories Brochure* (Broschüre Vials und Zubehör von Waters, Teilenummer 720001818DE) oder besuchen Sie für Informationen zu Platten und Vials https://www.waters.com/nextgen/de/de/products/vials--plates--and-certified-containers.html?icid=hm-fea_00512.

7.6 Zykluszeit zwischen Injektionen

Probenansaugrate beeinflusst die Zykluszeit

Sie können die Zykluszeit verkürzen, indem Sie eine entsprechende Proben-Ansaugrate einstellen, die maximalen Durchsatz und höchste Leistung ermöglicht.

7.7 Erhöhen der Lebensdauer von Säulen

Befolgen Sie für eine maximale Lebensdauer der Säule stets die Empfehlungen des Herstellers.

Wichtig: Um die Lebensdauer und Leistung der Säule erheblich zu verbessern, empfiehlt Waters, dass Sie die Richtlinien des Herstellers zu den Betriebsbereichen für die Säulentemperatur, den pH-Wert der mobilen Phase und die Pufferadditive einholen und diese befolgen.

! **Achtung:** Wenn Sie das Alliance iS Bio HPLC System über einem pH-Wert von 10 betreiben, sollten Sie sicherstellen, dass Sie das optionale Kit für hohe pH-Werte verwenden. Wenden Sie sich für weitere Unterstützung an Waters.

8 Wartung

In diesem Kapitel werden die Wartungsarbeiten für das Alliance iS HPLC System beschrieben, die Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters durchführen können.

8.1 Ansehen der Alliance iS HPLC System Information

Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **System** > **About** (System > Info über). Auf dem Bildschirm About (Info über) können Sie **HARDWARE** oder **SOFTWARE** Informationen auswählen.

8.2 Sicherheit und Handhabung



Warnung: Befolgen Sie stets die Richtlinien für die Gute Laborpraxis (GLP), insbesondere beim Arbeiten mit Gefahrstoffen. Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien.



Warnung: Um Stromschläge zu vermeiden, sollten Sie die Schutzabdeckungen des Geräts nicht entfernen. Die Geräteteile im Inneren des Geräts sind nicht dafür vorgesehen, vom Benutzer gewartet zu werden.



Hinweis: Um Beschädigungen elektrischer Komponenten und am Schaltkreis zu vermeiden, ziehen Sie niemals den Stecker eines elektrischen Moduls heraus, solange dieses mit Strom versorgt wird. Um eine vollständige Trennung von der Stromversorgung zu erzielen, schalten Sie den on/off-Schalter auf die Position "off" und ziehen dann den Stecker aus der Steckdose. Warten Sie 10 Sekunden, bevor Sie ein Modul trennen.

8.3 Konfigurieren von Wartungserinnerungen

Die Daten für Warnungen für die vorbeugende Wartung und Systemqualifizierungen können konfiguriert werden.

Das Alliance iS HPLC System kann so konfiguriert werden, dass Anwender benachrichtigt werden, dass Fristen für die vorbeugende Wartung oder die Systemqualifizierung näher rücken.

Der Labormanager kann die Frist und eine Erinnerung für die vorbeugende Wartung über die Touchscreen-Benutzeroberfläche festlegen. Tippen Sie dazu auf **System** > **Administration**

> **Preventative Maintenance** > **Set Preventative Maintenance** (System > Verwaltung > Vorbeugende Wartung > Vorbeugende Wartung festlegen).

Ebenso kann der Labormanager eine jährliche Frist und eine Erinnerung für die Systemqualifizierung festlegen. Tippen Sie dazu auf **System** > **Administration** > **System Qualifications** > **Set the System Qualification** (System > Verwaltung > Systemqualifizierungen > Systemqualifizierung festlegen).

8.4 Bestellen von Ersatzteilen

Verwenden Sie nur Waters Quality Parts, um sicherzustellen, dass Ihr System ordnungsgemäß arbeitet. Informationen über Waters Quality Parts und wie Sie diese bestellen können, finden Sie unter <https://www.waters.com/nextgen/nl/en/c/promo/spare-parts.html>.

8.5 Reinigen der Außenseite des Geräts



Warnung: Zur Vermeidung von Stromschlägen:

- Achten Sie immer darauf, dass die Stromzufuhr zum Gerät unterbrochen wurde.
- Reinigen Sie die Außenflächen des Geräts, indem Sie ein Tuch mit Wasser befeuchten und dann das Gerät damit abwischen. Sprühen oder geben Sie nie Wasser direkt auf eine Geräteoberfläche.



Warnung: Tragen Sie während der Reinigung immer Schutzbrille und Schutzhandschuhe, um Verletzungen zu vermeiden.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille

So reinigen Sie die Außenseite des Geräts:

- Reinigen Sie das Äußere des Geräts nur mit einem sauberen, weichen, fusselfreien Papiertuch oder einem sauberen Tuch, das mit Wasser befeuchtet ist.

8.6 Ersetzen der Filter der Lösungsmittelflaschen

Tauschen Sie die Filter der Lösungsmittelflaschen aus, wenn durch Verunreinigung unerwartete Ergebnisse beobachtet werden.

Lösungsmittelfilter sind wichtige, saubere Teile, die Ihr System vor Verunreinigungen schützen. Ein verstopfter Filter der Lösungsmittelflasche kann einen schwachen oder zeitweiligen Verlust von Spüllösungsmittel, ein schlechtes Gradientenprofil, Verschiebungen der Retentionszeit und breite Peaks verursachen. Ein verunreinigter Filter der Lösungsmittelflasche kann zu einem Verunreinigungspeak führen.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- Filter für Lösungsmittelflaschen, 6er-Pack (700013884)

So tauschen Sie die Filter der Lösungsmittelflaschen aus:

1. Ziehen Sie das Filterende des Lösungsmittelschlauchs aus der Lösungsmittelflasche.
2. Nehmen Sie den alten Filter vom kurzen Ende des Fluorpolymerschlauchs ab.

Hinweis: Entfernen Sie nicht den Lösungsmittelschlauch vom Deckel der Lösungsmittelflasche.

3. Schieben Sie den neuen Filter so weit in den Fluorpolymerschlauch, bis er den Lösungsmittelschlauch berührt.

Hinweise:

- Lösungsmittelfilter aus Titan sind an der Kennzeichnung Ti auf der Oberfläche des Filters zu erkennen.
 - Titan korrodiert in wasserfreiem Methanol, was durch Zusatz einer geringen Menge von Wasser (annähernd 3 %) vermieden werden kann. Wenn der Ammoniakgehalt > 10 % liegt, kann eine leichte Korrosion auftreten. Alternativ können Sie bei der Verwendung eines Alliance iS Bio HPLC System die Titan-Filter entfernen (das System verliert seine erste Schutzbarriere gegen Partikel) oder sie durch Edelstahl-Filter ersetzen, wenn Ihre Analyse nicht durch Biokompatibilitätsaspekte beeinflusst wird.
4. Stecken Sie das Filterende des Lösungsmittelschlauchs in die Lösungsmittelflasche.
 5. Schütteln Sie die Lösungsmittelkapillare, um eingeschlossene Luft aus dem Filter zu entfernen.
 6. Tauchen Sie den gesamten Filter in das Lösungsmittel.
 7. Spülen Sie die Pumpe. Weitere Informationen dazu finden Sie unter [Einspülen der Pumpe \(Seite 69\)](#).

8.7 Wartungsverfahren der Pumpe

Dieser Abschnitt beschreibt Wartungsarbeiten für die Pumpe des Alliance iS HPLC System, die Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters durchführen können. Zu den Verfahren zählen Folgende:

- Warten des Luftfilters des Pumpenraums
- Austauschen des Lecksensors der Pumpe
- Austauschen des Mischers der Pumpe
- Austauschen des integrierten Filtereinsatzes am primären Rückschlagventil
- Austauschen des Rückschlagventils des Akkumulators

8.7.1 Wartungsplan für die Pumpe

Für die Pumpe gilt ein empfohlener Wartungsplan.

Anwender können die folgenden routinemäßigen Wartungsarbeiten an der Pumpe durchführen.

Wartungsvorgang	Häufigkeit
Ersetzen der Filter der Lösungsmittelflaschen (Seite 110)	Je nach Bedarf; während der geplanten routinemäßigen Wartungsarbeiten
Warten des Luftfilters des Pumpenraums (Seite 112)	Je nach Bedarf; während der geplanten routinemäßigen Wartungsarbeiten
Austauschen des Lecksensors der Pumpe (Seite 113)	Je nach Bedarf
Austauschen des Mischers der Pumpe (Seite 116)	Je nach Bedarf; während der geplanten routinemäßigen Wartungsarbeiten
Austauschen des integrierten Filtereinsatzes am primären Rückschlagventil (Seite 118)	Je nach Bedarf; während der geplanten routinemäßigen Wartungsarbeiten
Austauschen des Rückschlagventils des Akkumulators (Seite 124)	Je nach Bedarf; während der geplanten routinemäßigen Wartungsarbeiten

8.7.2 Warten des Luftfilters des Pumpenraums

Sie können den Luftfilter des Pumpenraums reinigen oder austauschen.

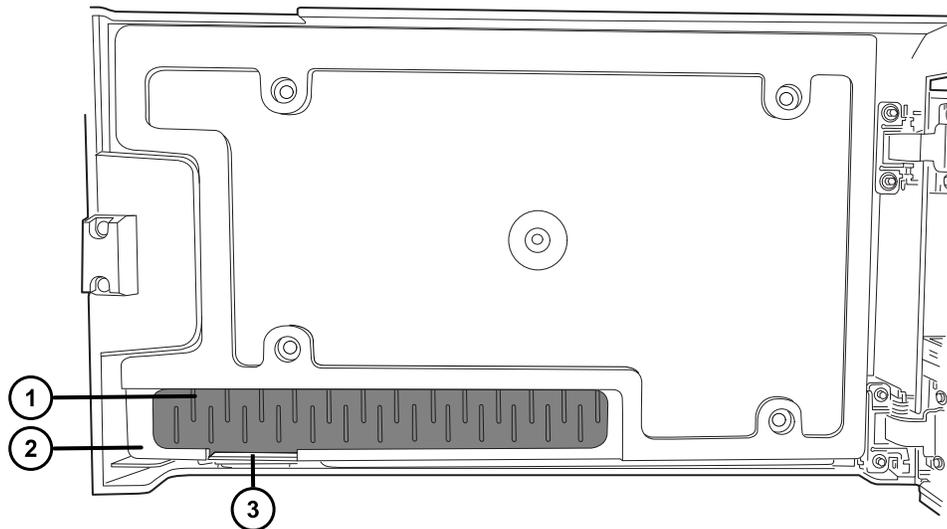
Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Mildes Reinigungsmittel und Wasser
- Luftfilter (falls ausgetauscht)

So warten Sie den Luftfilter:

1. Öffnen Sie die Tür des Pumpenraums.
2. Komprimieren Sie den Luftfilter nach oben über dem Bereich zum Lösen des Rahmens. Drücken Sie dann den Filter zusammen und lösen Sie ihn vom Rahmen.

Abbildung 8–1: Luftfilter des Pumpenraums



- ① Luftfilter
- ② Luftfilterrahmen
- ③ Bereich zum Lösen des Rahmens

3. Führen Sie einen der folgenden Schritte durch:

- Reinigen Sie den Luftfilter mit einem milden Reinigungsmittel und Wasser und trocknen Sie ihn anschließend.
- Entsorgen Sie den alten Luftfilter.

4. Drücken Sie den Luftfilter leicht zusammen und bringen Sie ihn wieder im Rahmen an.

5. Schließen Sie die Tür des Pumpenraums.

8.7.3 Austauschen des Lecksensors der Pumpe

Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters können den Lecksensor der Pumpe austauschen.



Warnung: Befolgen Sie stets die Richtlinien für die Gute Laborpraxis (GLP), insbesondere beim Arbeiten mit Gefahrstoffen. Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen oder toxischen Verbindungen zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.



Anforderung: Tragen Sie bei diesem Vorgang saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe.

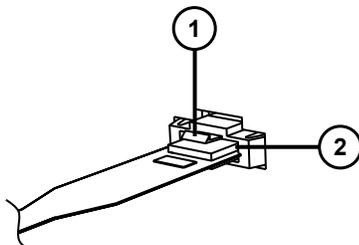
Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- Ersatz-Lecksensor

So tauschen Sie den Lecksensor aus:

1. Öffnen Sie die Tür des Pumpenraums.
2. Drücken Sie die Steckerlasche des Lecksensors herunter und ziehen Sie den Stecker aus der Buchse.

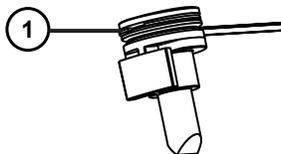
Abbildung 8–2: Stecker des Lecksensors



- ① Lasche
- ② Stecker des Lecksensors

3. Fassen Sie den Lecksensor an der Riffelung an und ziehen Sie ihn nach oben, um ihn aus dem Reservoir zu entnehmen.

Abbildung 8–3: Riffelungen am Lecksensor

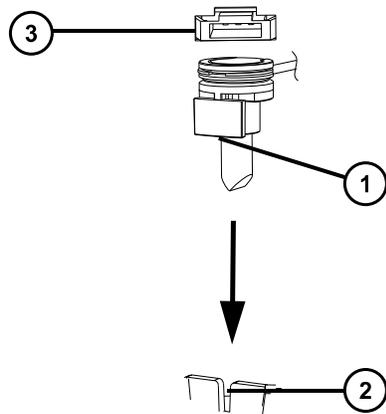


- ① Riffelung

4. Packen Sie den neuen Lecksensor aus.

5. Richten Sie das T-Stück am Lecksensor auf den Schlitz vorne am Pumpentablett aus und schieben Sie dann den Lecksensor in den Schlitz.

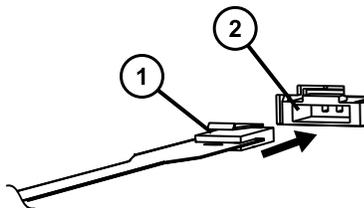
Abbildung 8–4: Ausrichten des T-Stücks am Schlitz



- ① T-Stück
- ② Schlitz im Reservoir des Lecksensors
- ③ Anschluss des Lecksensors an der Buchse

6. Schließen Sie an der Vorderseite des Geräts den Stecker des Lecksensors an.

Abbildung 8–5: Befestigen des Lecksensors



- ① Stecker des Lecksensors
- ② Buchse für den Lecksensor an der Vorderseite der Platte des Pumpentabletts

7. Schließen Sie die Tür des Pumpenraums.
8. Tippen Sie in der Ansicht **Commands view** (Seite 57) (Befehlsansicht) auf dem Touchscreen auf **Reset** (Zurücksetzen).
9. Tippen Sie in der Ansicht **System view** (Seite 57) (Systemansicht) auf dem Touchscreen auf **Leak Sensors** (Lecksensoren) und aktivieren Sie dann den **QSM Leak Sensor** (QSM-Lecksensor).

8.7.4 Austauschen des Mischers der Pumpe

Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters können den Mischer der Pumpe austauschen.



Warnung: Befolgen Sie stets die Richtlinien für die Gute Laborpraxis (GLP), insbesondere beim Arbeiten mit Gefahrstoffen. Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien.



Hinweis: Tragen Sie zur Vermeidung der Kontamination der Systemkomponenten beim Ausführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

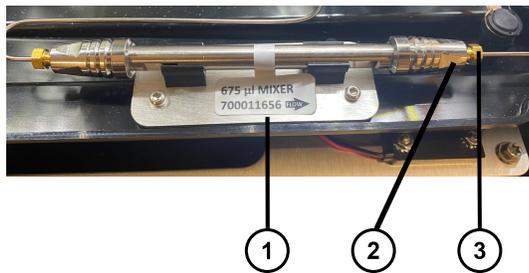
- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- 1/4-Zoll-Maulschlüssel
- 3/8-Zoll-Maulschlüssel
- Ersatzmischer

Hinweis: Es gibt ein optionales Kit mit dem Diffusion Bonded Mixer mit 690 μL , der eine deutlich bessere Durchmischung als die herkömmlichen Mischer mit 675 μL oder 680 μL bietet und bei ausgewählten Applikationen zu einem geringeren Rauschen bei der Zusammensetzung und so zu einer ruhigeren Basislinie führt. Informationen zur Installation des Diffusion Bonded Mixer mit 690 μL finden Sie im *Ti Diffusion Bonded Mixer - 690 μL Kit Installation Guide* (Ti Diffusion Bonded Mixer – 690 μL -Kit Installationshandbuch, 715009251DE).

So tauschen Sie den Mischer aus:

1. Spülen Sie die Pumpe mit einem ungefährlichen Lösungsmittel.
2. Halten Sie den Lösungsmittelfluss an.
3. Öffnen Sie die Tür des Pumpenraums.
4. Entnehmen Sie den Mischer aus der Mischerklemme.
5. Halten Sie den Mischer mit dem 3/8-Zoll-Maulschlüssel in Position und lösen Sie das Auslassklemmfitting mit dem 1/4-Zoll-Maulschlüssel.

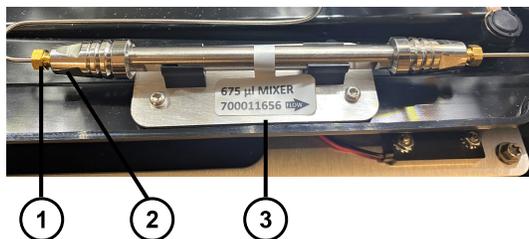
Abbildung 8–6: Position des Auslassklemmfittings für den Mischer



- ① Mischer
- ② Schlüsselflächen
- ③ Klemmfitting des Auslasses

6. Halten Sie den Mischer mit dem 3/8-Zoll-Maulschlüssel in Position und lösen Sie das Einlassklemmfitting mit dem 1/4-Zoll-Maulschlüssel.

Abbildung 8–7: Position des Einlassklemmfittings für den Mischer



- ① Einlassklemmfitting
- ② Schlüsselflächen
- ③ Mischer

7. Packen Sie den neuen Mischer aus.

Hinweis: Stellen Sie sicher, dass der Pfeil auf dem Mischer von links nach rechts zeigt.

8. Bringen Sie die Klemmfittings wieder am Mischer an und ziehen Sie sie fingerfest an. Ziehen Sie die Klemmfittings anschließend um bis zu einer weiteren 1/6-Umdrehung (bei gebrauchten Klemmfittings) bzw. 1/2-Umdrehung (bei neuen Klemmfittings) fest.
9. Setzen Sie das Gehäuse des Mischers in die Klemmen ein.
10. Schließen Sie die Tür des Pumpenraums.
11. Tippen Sie in der Ansicht **Commands view (Seite 57)** (Befehlsansicht) auf dem Touchscreen auf **Reset** (Zurücksetzen).

8.7.5 Austauschen des integrierten Filtereinsatzes am primären Rückschlagventil

Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters können den integrierten Filtereinsatz am primären Rückschlagventil der Pumpe austauschen.



Warnung: Befolgen Sie stets die Richtlinien für die Gute Laborpraxis (GLP), insbesondere beim Arbeiten mit Gefahrstoffen. Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien.



Hinweis: Tragen Sie zur Vermeidung der Kontamination der Systemkomponenten beim Ausführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe.

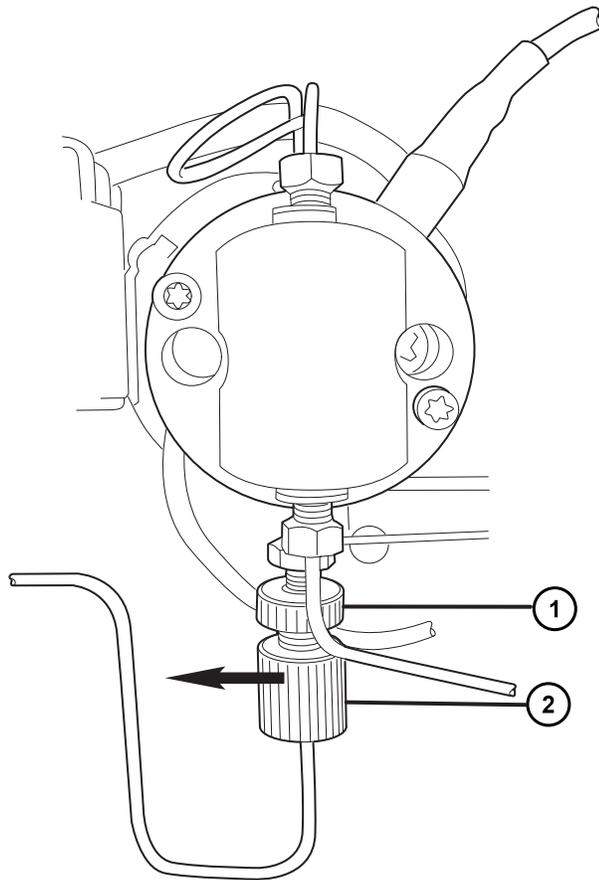
Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Neuer integrierter Filtereinsatz

So ersetzen Sie den integrierten Filtereinsatz am primären Rückschlagventil:

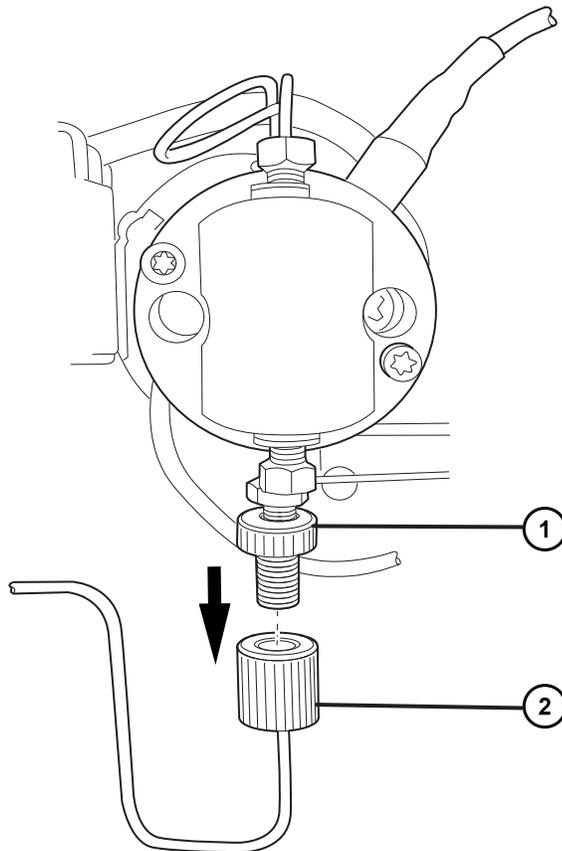
1. Spülen Sie die Pumpe mit einem ungefährlichen Lösungsmittel.
2. [Schalten Sie das System aus \(Seite 62\)](#).
3. Öffnen Sie die Tür des Pumpenraums.
4. Halten Sie das Fitting des Ferrulenhalters fest, während Sie es abschrauben und die Kappe Mutter vom Fitting entfernen.

Abbildung 8–8: Abschrauben der Kappenmutter und des Ferrulenhalters



- ① Fitting des Ferrulenhalters
- ② Kappenmutter

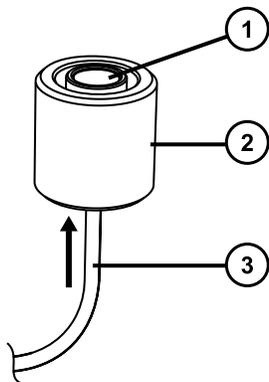
Abbildung 8–9: Abnehmen der Kappenmutter vom Ferrulenhalter



- ① Fitting des Ferrulenhalters
- ② Kappenmutter

5. Schieben Sie die Kappenmutter an der Kapillare nach unten und lösen Sie den Filter vom Fitting des Ferrulenhalters.

Abbildung 8–10: Abziehen der Schraubenmutter vom Fitting

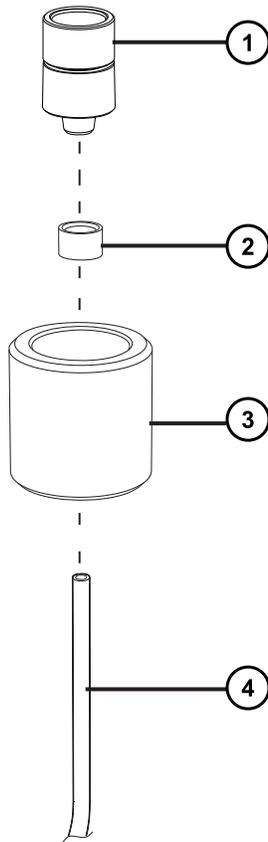


- ① Integrierter Filtereinsatz

② Kappenmutter

③ Kapillare

Abbildung 8–11: Integrierter Filtereinsatz, Verschlussring und Kappenmutter



① Integrierter Filtereinsatz

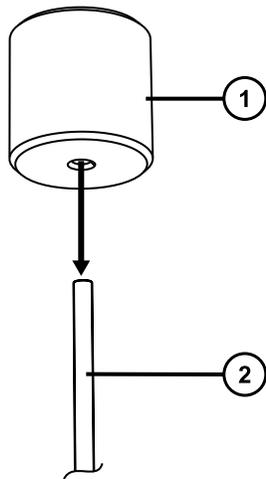
② Verschlussring aus Metall

③ Kappenmutter

④ Kapillare

6. Schieben Sie den metallenen Verschlussring vom integrierten Filtereinsatz nach unten und schieben Sie den Einsatz von der Kapillare herunter.
7. Kontrollieren Sie den Filtereinsatz, um festzustellen, ob er aus Edelstahl oder Titan (Ti) gefertigt ist, und stellen Sie sicher, dass Sie über das korrekte Ersatzteil verfügen. Keine Kennzeichnung weist auf einen Filtereinsatz aus Edelstahl und „Ti“ auf einen Filtereinsatz aus Titan hin.
8. Schieben Sie die Kappenmutter über das Ende der Kapillare.

Abbildung 8–12: Kappenmutter auf die Kapillare schieben

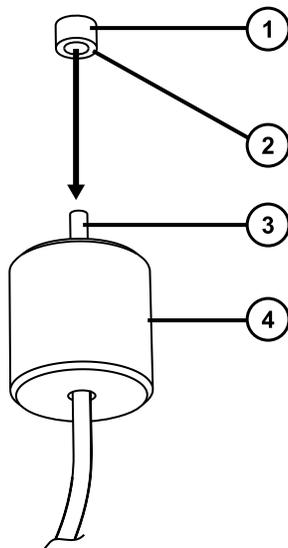


① Kappenmutter

② Kapillare

9. Schieben Sie den metallenen Verschlussring auf die Kapillare und achten Sie dabei darauf, dass die dickere Seite des Verschlussrings zur Kappenmutter zeigt.

Abbildung 8–13: Metallenen Verschlussring auf Kapillare schieben



① Verschlussring aus Metall

② Das dickere Ende des Verschlussrings aus Metall zeigt zur Kappenmutter

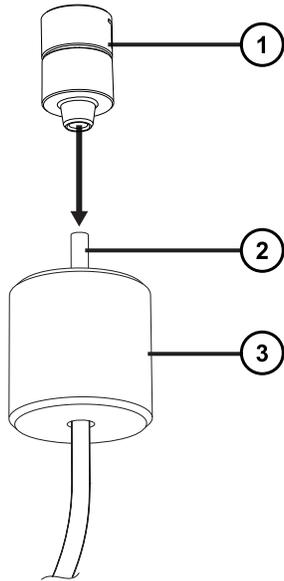
③ Kapillare

④ Kappenmutter

10. Packen Sie den neuen integrierten Filtereinsatz aus.

11. Setzen Sie den neuen integrierten Filtereinsatz auf das Ende der Kapillare.

Abbildung 8–14: Integrierten Filtereinsatz auf das Ende der Kapillare setzen



① Integrierter Filtereinsatz

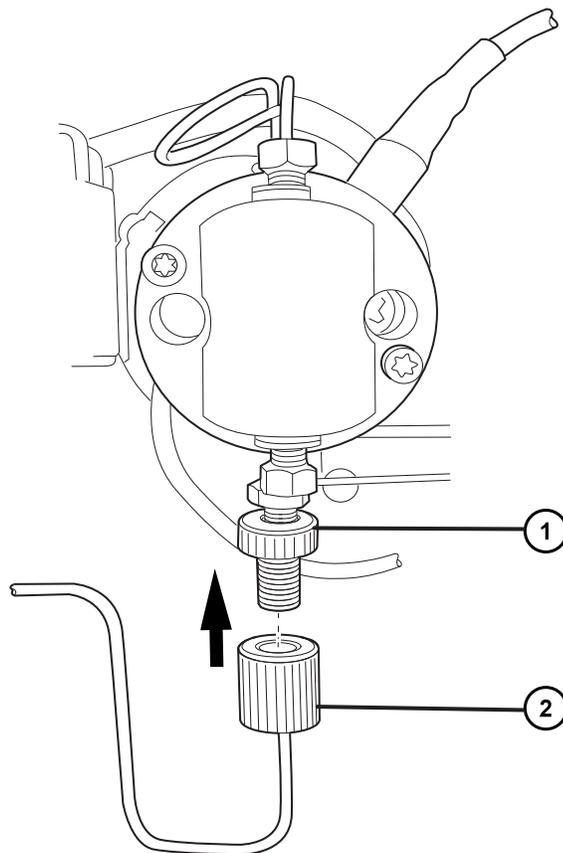
② Kapillare

③ Kappenmutter

12. Überprüfen Sie, ob der Einsatz in die Kapillare hineinragt. Schieben Sie dann den Verschlussring aus Metall auf den Ansatz an der Unterseite des integrierten Filtereinsatzes. Achten Sie darauf, dass die Kapillare weiterhin herausragt.

13. Setzen Sie den integrierten Filtereinsatz mit der Kapillare in das Fitting des Ferrulenhalters ein, ziehen Sie die Kappenmutter bis zum Anschlag fingerfest an und ziehen Sie sie dann um eine 1/4-Drehung fest.

Abbildung 8–15: Anbringen der Kappenmutter am Fitting des Ferrulenhalters



① Fitting des Ferrulenhalters

② Kappenmutter

14. Schließen Sie die Tür des Pumpenraums.
15. [Schalten Sie das System ein \(Seite 61\)](#).
16. [Spülen Sie die Pumpe \(Seite 69\)](#).

8.7.6 Austauschen des Rückschlagventils des Akkumulators

Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters können das Rückschlagventil des Pumpenakkumulators austauschen.



Warnung: Befolgen Sie stets die Richtlinien für die Gute Laborpraxis (GLP), insbesondere beim Arbeiten mit Gefahrstoffen. Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.



Hinweis: Tragen Sie zur Vermeidung der Kontamination der Systemkomponenten beim Ausführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe.

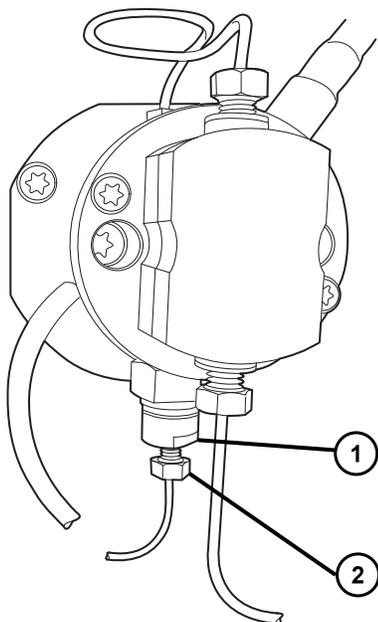
Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- 1/4-Zoll-Maulschlüssel
- 5/16-Zoll-Maulschlüssel
- 1/2-Zoll-Maulschlüssel
- Ersatz-Rückschlagventileinheit des Akkumulators

So ersetzen Sie das Rückschlagventil des Akkumulators:

1. Spülen Sie die Pumpe mit einem ungefährlichen Lösungsmittel.
2. Schalten Sie den Solvent Manager aus.
3. Öffnen Sie die Tür des Pumpenraums.
4. Halten Sie das Rückschlagventil mit dem 5/16-Zoll-Maulschlüssel in Position und lösen Sie das Klemmfitting mit dem 1/4-Zoll-Maulschlüssel.

Abbildung 8–16: Klemmfitting am Rückschlagventil



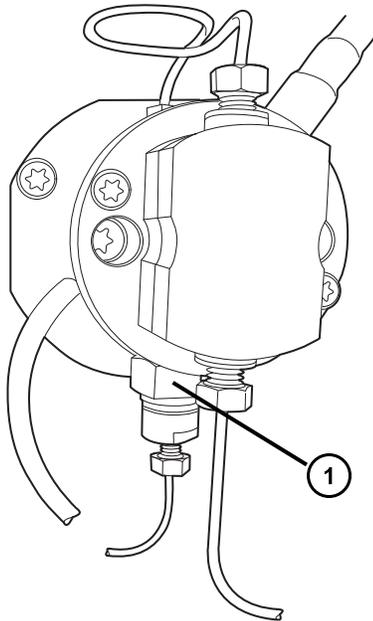
- ① Hier den 5/16-Zoll-Maulschlüssel ansetzen

② Klemmfitting

5. Lösen Sie das Rückschlagventil mit dem 1/2-Zoll-Maulschlüssel und ziehen Sie die Rückschlagventileinheit vom Pumpenkopf ab.

! **Hinweis:** Stellen Sie beim Entfernen der Ventileinheit sicher, dass die PEEK-Unterlegscheibe, die sich normalerweise auf der Oberseite des Rückschlagventils befindet, nicht im Pumpenkopf zurückbleibt.

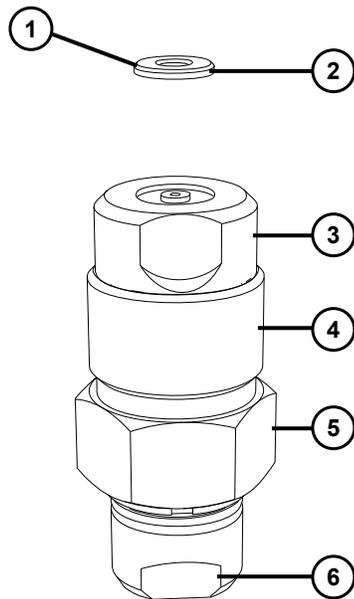
Abbildung 8–17: Rückschlagventileinheit am Akkumulatorpumpenkopf



① Hier den 1/2-Zoll-Maulschlüssel ansetzen

6. Packen Sie das neue Rückschlagventil aus.
7. Stellen Sie sicher, dass die neue PEEK-Unterlegscheibe so in das Rückschlagventil eingesetzt ist, dass die abgeschrägte Seite vom Rückschlagventil weg zeigt.

Abbildung 8–18: Rückschlagventil des Akkumulators



- ① Abgeschrägte Seite
- ② PEEK-Dichtung
- ③ Rückschlagventil
- ④ Rückschlagventilgehäuse
- ⑤ 1/2-Zoll-Sechskantmutter
- ⑥ Flacher 5/16-Zoll-Maulschlüssel

8. Setzen Sie die Rückschlagventileinheit in den Pumpenkopf ein und ziehen Sie die Mutter des Rückschlagventils zuerst soweit wie möglich fingerfest an, und dann mit dem 1/2-Zoll-Schraubenschlüssel um eine 1/8-Umdrehung fester an.
9. Halten Sie das Rückschlagventil mit dem 5/16-Zoll-Maulschlüssel in seiner Position fest und bringen Sie das Klemmfitting dann wieder am Rückschlagventil an.
10. Ziehen Sie das Klemmfitting so weit wie möglich fingerfest an und ziehen Sie das Fitting dann mit dem 1/4-Zoll-Maulschlüssel um bis zu einer weiteren 1/6-Umdrehung bei gebrauchten Fittings oder 1/2-Umdrehung bei neuen Fittings an.
11. Schließen Sie die Tür des Pumpenraums.
12. Schalten Sie den Solvent Manager ein.
13. Spülen Sie den Solvent Manager ein (siehe [Einspülen der Pumpe \(Seite 69\)](#)).

8.8 Am Sample Manager durchzuführende Wartungsvorgänge

Dieser Abschnitt beschreibt Wartungsarbeiten für den Alliance iS HPLC System Sample Manager, die Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters durchführen können.

Die Verfahren umfassen:

- Austauschen des Lecksensors
- Kalibrieren der Z-Achse der Nadel
- Austauschen der Nadeldichtung und der Dichtungsanschlusskapillare
- Austauschen der Nadel

8.8.1 Wartungsplan für den Sample Manager

Für den Sample Manager gilt ein empfohlener Wartungsplan.

Anwender können die folgenden routinemäßigen Wartungsarbeiten am Sample Manager durchführen.

Wartungsvorgang	Häufigkeit
Austauschen des Lecksensors des Sample Managers (Seite 128)	Je nach Bedarf
Z-Achse der Nadel kalibrieren (Seite 131)	Nach dem Nadelwechsel oder bei Bedarf
Austauschen der Nadeldichtung und der Dichtungsanschlusskapillare (Seite 131)	Während der routinemäßigen Wartung oder bei Bedarf
Austauschen der Nadel (Seite 144)	Während der routinemäßigen Wartung oder bei Bedarf

8.8.2 Austauschen des Lecksensors des Sample Managers

Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters können die Lecksensoren des Sample Managers austauschen.

Der Sample Manager hat einen unteren und einen oberen Lecksensor. Die Lecksensoren überwachen den Säulenofen und den Sample Manager auf Flüssigkeitslecks und halten den Systemfluss an, wenn einer der Sensoren feststellt, dass sich etwa 1,5 mL Flüssigkeit angesammelt haben. Defekte Lecksensoren können zum unbemerkten Auslaufen von Flüssigkeit führen.

Die Vorgehensweise beim Ersetzen der Lecksensoren ist identisch.



Warnung: Befolgen Sie stets die Richtlinien für die Gute Laborpraxis (GLP), insbesondere beim Arbeiten mit Gefahrstoffen. Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen Materialien zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.



Hinweis: Um Beschädigungen elektrischer Komponenten und am Schaltkreis zu vermeiden, ziehen Sie niemals den Stecker eines elektrischen Moduls heraus, solange dieses mit Strom versorgt wird. Um eine vollständige Trennung von der Stromversorgung zu erzielen, schalten Sie den on/off-Schalter auf die Position "off" und ziehen dann den Stecker aus der Steckdose. Warten Sie 10 Sekunden, bevor Sie ein Modul trennen.

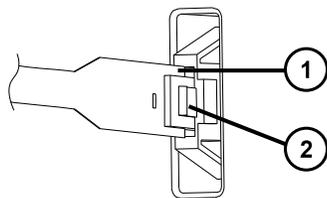
Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- Ersatz-Lecksensor

So tauschen Sie den Lecksensor aus:

1. Schalten Sie das System aus (Seite 62).
2. Öffnen Sie die Tür des Sample Managers.
3. Drücken Sie die Lasche herunter, um den Stecker des Lecksensors vorne am Gerät zu lösen.

Abbildung 8–19: Stecker des Lecksensors

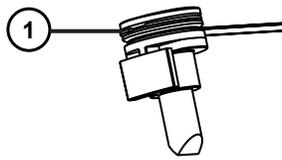


① Stecker

② Lasche

4. Fassen Sie den Lecksensor an der Riffelung an und ziehen Sie ihn nach oben, um ihn aus dem Reservoir zu entnehmen.

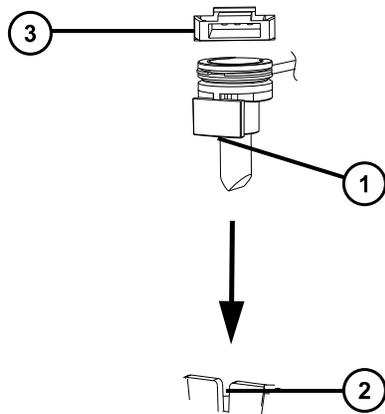
Abbildung 8–20: Riffelungen am Lecksensor



① Riffelung

5. Packen Sie den neuen Lecksensor aus.
6. Richten Sie das T-Stück am Lecksensor auf den seitlichen Schlitz im Reservoir des Lecksensors aus und schieben Sie den Lecksensor in die vorgesehene Position.

Abbildung 8–21: Ausrichten des T-Stücks des Lecksensors am Schlitz



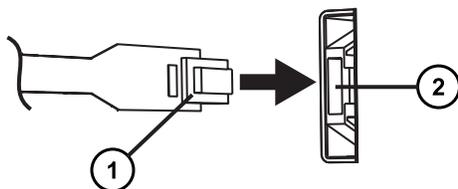
① T-Stück des Lecksensors

② Schlitz im Reservoir des Lecksensors

③ Anschluss des Lecksensors an der Vorderseite des Geräts

7. Schließen Sie den Stecker des Lecksensors vorne am Sample Manager an.

Abbildung 8–22: Befestigen des Lecksensors



① Stecker des Lecksensors

② Anschluss des Lecksensors an der Vorderseite des Geräts

- Schließen Sie die Tür des Sample Managers.
- Schalten Sie das System ein (Seite 61).
- Tippen Sie in der Ansicht **Commands view (Seite 57)** (Befehlsansicht) auf dem Touchscreen auf **Reset** (Zurücksetzen).
- Tippen Sie in der Ansicht **System view (Seite 57)** (Systemansicht) auf dem Touchscreen auf **Leak Sensors** (Lecksensoren) und aktivieren Sie dann den **SM Leak Sensor** (SM-Lecksensor).

8.8.3 Kalibrieren der Z-Achse der Nadel

Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters können die Z-Achse der Nadel des Sample Managers kalibrieren.

Sie müssen die Nadel kalibrieren, bevor Sie den Sample Manager zum ersten Mal verwenden und wenn Sie die Probenadel austauschen. Wenn die Nadel nicht kalibriert wird, kann die Nadel beschädigt werden. Die Durchführung der Kalibrierung ist für alle Nadeln identisch.

So kalibrieren Sie die Z-Achse der Nadel:

- Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **Maintain > Calibrate needle Z axis** (Warten > Z-Achse der Nadel kalibrieren).
- Befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm.

8.8.4 Austauschen der Nadeldichtung und der Dichtungsanschlusskapillare

Um Unterbrechungen Ihres Arbeitsablaufs zu vermeiden, ersetzen Sie die Nadeldichtung und die Kapillare am Dichtungsanschluss jährlich während der vorgeschriebenen vorbeugenden Wartung (preventive maintenance, PM) oder jedes Mal, wenn die Dichtung verschmutzt, kontaminiert oder verstopft ist. Die Dichtung muss auch jedes Mal ausgetauscht werden, wenn die Nadel ausgetauscht werden muss.

Zum Austauschen der Nadeldichtung und der Kapillare am Dichtungsanschluss müssen folgende Komponenten entfernt werden:

- Einheit der Spülstation
- Sicherungsmutter, die die Nadeldichtung aufnimmt
- Vorhandene Nadeldichtung
- Vorhandene Kapillare am Dichtungsanschluss (hält die Sicherungsmutter fest) und an der Einheit der Spülstation befestigt



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen oder toxischen Verbindungen zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.

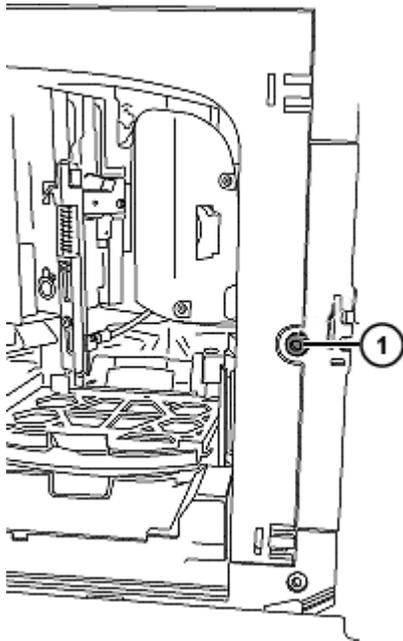
Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Dichtungskit
- Kapillare am Dichtungsanschluss (Waters Teilenummer: Baugruppe, Dichtungsanschluss, SST, 0,007 ID)
- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- 7/16-Zoll-Maulschlüssel (Verfahren erfordert zwei Schraubenschlüssel)
- T10 TORX Schraubendreher
- T20 TORX Schraubendreher

So tauschen Sie die Nadeldichtung aus:

1. Stellen Sie sicher, dass das System eingeschaltet ist.
2. Öffnen Sie die Probenraumtür und die Tür des Flüssigkeitsraums.
3. Entnehmen Sie alle Probenplatten aus dem Probenraum.
4. Bewegen Sie die Probennadel in die Serviceposition:
 - a. Tippen Sie auf **MAINTAIN > Service > Prepare to Replace the Needle** (WARTEN -> Service -> Nadelaustausch vorbereiten).
5. Entfernen Sie mithilfe des T20 TORX Schraubendrehers die Schraubbefestigung, mit der die Zugangsblende befestigt ist, und entnehmen Sie diese.

Abbildung 8–23: Schraubbefestigung an der Zugangsblende



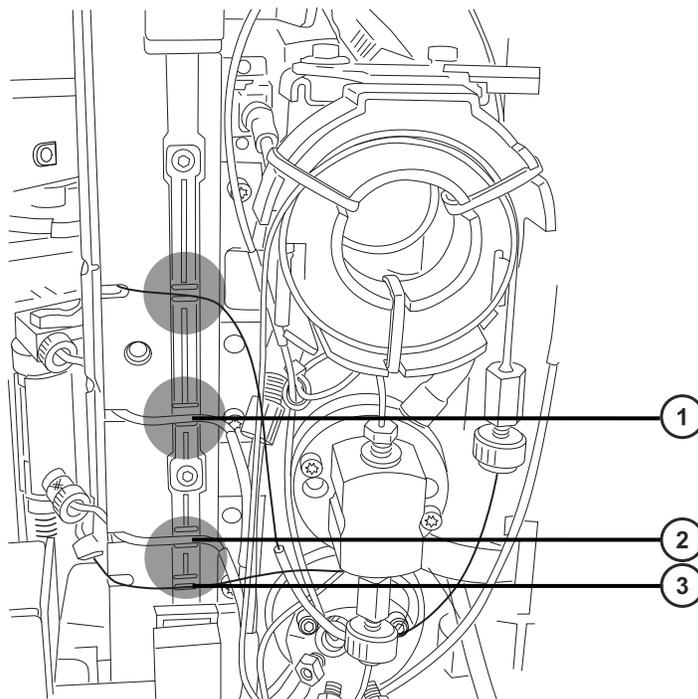
① Schraubbefestigung

6. So heben Sie die Einheit der Spülstation aus der Halterung der Spülstation:

Hinweis: Sie werden die Einheit der Spülstation nicht entfernen. (Sie werden sie stattdessen vorübergehend von der Halterung lösen.)

- a. Suchen Sie die Spülkapillare und die Kapillare am Dichtungsanschluss, die in den unteren drei Klammern befestigt sind. Trennen Sie die Leitung von den drei Klammern.

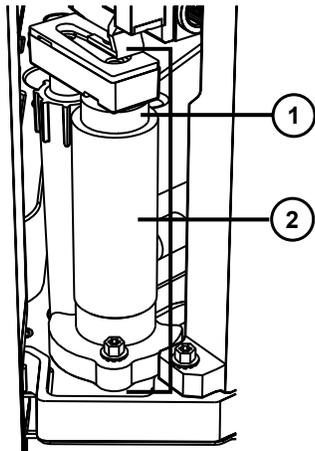
Abbildung 8–24: Position der Spülkapillare und Kapillare am Dichtungsanschluss in den Klammern



- ① Erste Spülkapillare in der Klemme
- ② Zweite Spülkapillare in der Klemme
- ③ Kapillare am Dichtungsanschluss in der Klemme

b. Drücken Sie die Einheit der Spülstation nach unten und drehen Sie sie dann im Uhrzeigersinn, um sie vorübergehend aus der Einheit der Spülstation zu entfernen.

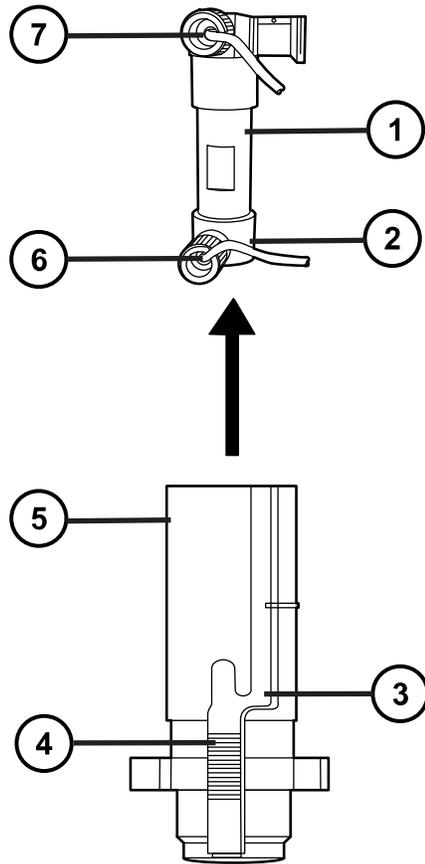
Abbildung 8–25: Lösen Sie die Einheit der Spülstation von der Halterung der Spülstation



- ① Einheit der Spülstation (in der Halterung der Spülstation)
- ② Halterung der Spülstation

7. Heben Sie die Einheit der Spülstation aus der Halterung der Spülstation.

Abbildung 8–26: Lösen der Einheit der Spülstation von der Halterung der Spülstation

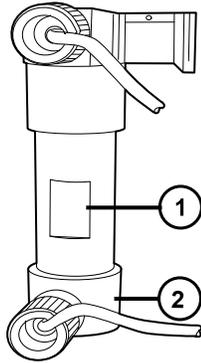


- ① Haltehülse
- ② Position der Sicherungsmutter (Mutter nicht sichtbar)
- ③ Schlitz
- ④ Feder
- ⑤ Halterung der Spülstation
- ⑥ Kapillare am Dichtungsanschluss im PEEK-Fitting (Abbildung zeigt die Kapillare kürzer, als sie tatsächlich ist)
- ⑦ Kapillare am Dichtungsanschluss im PEEK-Fitting (Abbildung zeigt die Kapillare kürzer, als sie tatsächlich ist)

Anforderung: Stellen Sie sicher, dass die Sicherungsmutter weiterhin innerhalb der Feder sitzt.

8. Suchen Sie die Sicherungsmutter, die an der Unterseite der Spülstation angebracht ist und die Nadeldichtung aufnimmt. Um Zugang zur Nadeldichtung zu erhalten, entfernen Sie die Sicherungsmutter mit zwei 7/16-Zoll-Maulschlüsseln, um einen ordnungsgemäßen Halt zu gewährleisten.

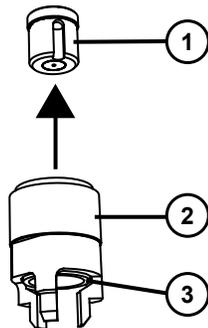
Abbildung 8–27: Positionen der Schraubenschlüssel zum Entfernen der Sicherungsmutter



- ① Setzen Sie einen 7/16-Zoll-Maulschlüssel hier an der Haltehülse an.
- ② Setzen Sie den anderen 7/16-Zoll-Maulschlüssel hier in der Nähe der Sicherungsmutter (nicht sichtbar) an.

9. Heben Sie die äußere Kante (oder Lippe) der Sicherungsmutter an. Kippen Sie die Sicherungsmutter, um die Nadeldichtung zu entfernen, und entsorgen Sie diese.

Abbildung 8–28: Entfernen der Nadeldichtung von der Sicherungsmutter

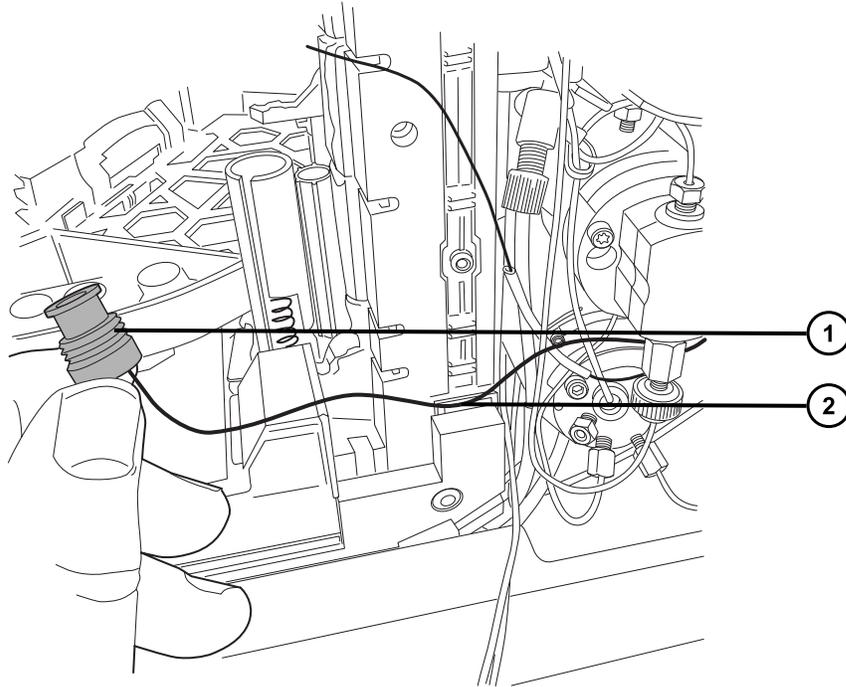


- ① Dichtung
- ② Sicherungsmutter (die tatsächliche Mutter wurde aktualisiert und zeigt keine Zinken)
- ③ Dichtungsanschluss

10. Waters empfiehlt, die Kapillare am Dichtungsanschluss beim Austauschen der Nadeldichtung auszutauschen. So entnehmen Sie die Kapillare am Dichtungsanschluss:

- a. Schrauben Sie das werkzeuglose Fitting an der Kapillare am Dichtungsanschluss ab und entfernen Sie dann ein Ende der Kapillare am Dichtungsanschluss von Port 1 im Injektionsventil.
- b. Führen Sie die Kapillare am Dichtungsanschluss durch die Sicherungsmutter und entfernen Sie sie.

Abbildung 8–29: Entfernen der Kapillare am Dichtungsanschluss



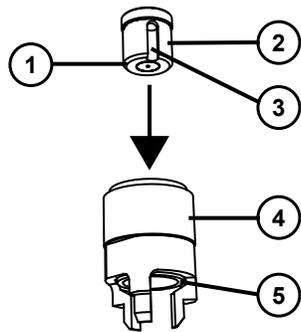
- ① Sicherungsmutter
- ② Kapillare am Dichtungsanschluss

11. Setzen Sie die Ersatzdichtung in die Sicherungsmutter. Durch die Formschlüssigkeit der Dichtung wird sichergestellt, dass sie richtig installiert wird, wie in den unteren zwei Bildern gezeigt.

! **Hinweis:** Tragen Sie zur Vermeidung der Kontamination der Systemkomponenten beim Austauschen der Dichtung saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe und arbeiten Sie auf einer sauberen Oberfläche.

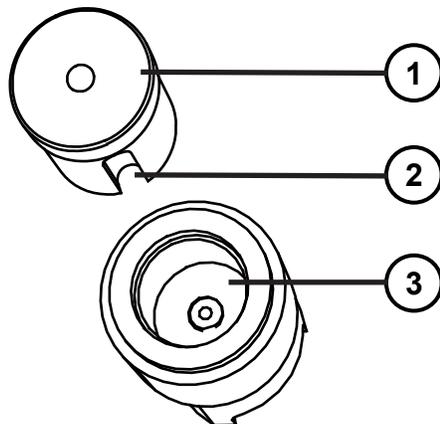
Hinweis: Die folgende Abbildung zeigt Zinken, die tatsächliche Sicherungsmutter weist jedoch keine Zinken auf.

Abbildung 8–30: Einsetzen der Ersatzdichtung in die Sicherungsmutter



- ① Ende mit kleinerem Durchmesser
- ② Dichtung
- ③ Kerbe
- ④ Sicherungsmutter
- ⑤ Dichtungsanschluss

Abbildung 8–31: Position der Dichtungskerbe

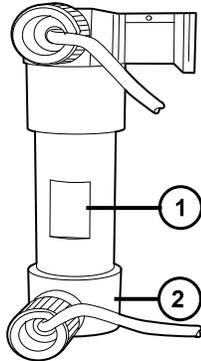


- ① Dichtung
- ② Kerbe
- ③ Dichtungsbuchse

12. Ziehen Sie die Sicherungsmutter unten in der Spülstation fingerfest an.
13. Setzen Sie die beiden 7/16-Zoll-Maulschlüssel auf die Haltehülse der Spülstation und ziehen Sie sie fest.

! **Hinweis:** Damit die Dichtungsanschlusskapillare nicht beschädigt wird, darf die Kapillare nicht zu stark gedreht oder gekrümmt werden.

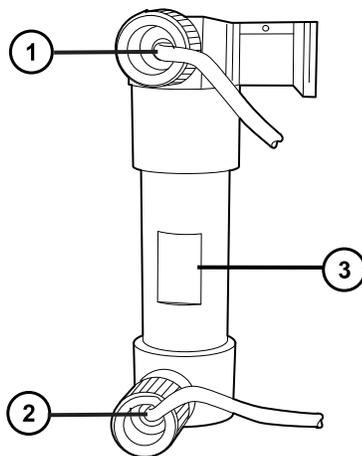
Abbildung 8–32: Positionen der Maulschlüsselplatzierung



- ① Setzen Sie einen 7/16-Zoll-Maulschlüssel hier an der Haltehülse an.
- ② Setzen Sie hier den anderen 7/16-Zoll-Maulschlüssel an (Stelle nicht sichtbar).

14. Stellen Sie sicher, dass die Kapillare am Dichtungsanschluss mit dem PEEK-Fitting in der Haltehülse übereinstimmt.

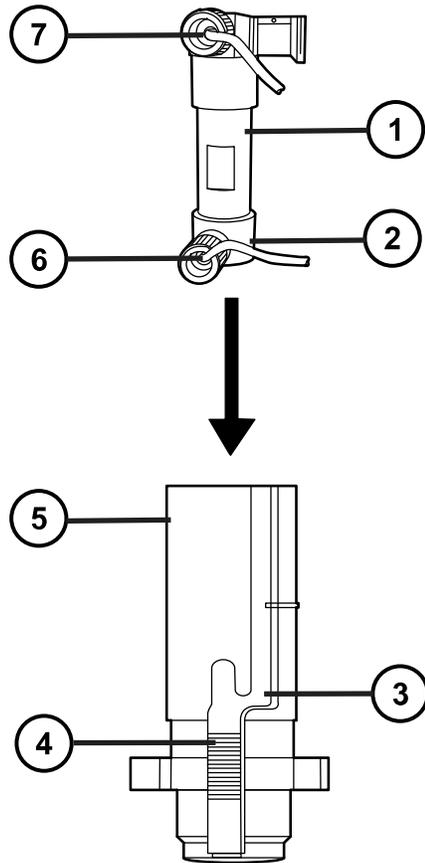
Abbildung 8–33: Kapillare am Dichtungsanschluss im PEEK-Fitting



- ① Kapillare am Dichtungsanschluss im oberen PEEK-Fitting
- ② Kapillare am Dichtungsanschluss im unteren PEEK-Fitting
- ③ Haltehülse

15. Schieben Sie die Kapillare am Dichtungsanschluss in den Schlitz an der Seite des Gehäuses.

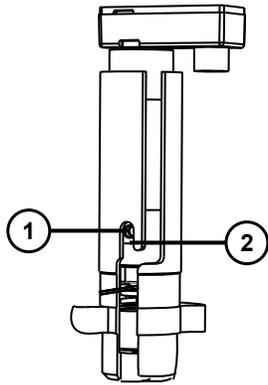
Abbildung 8–34: Kapillare am Dichtungsanschluss in den Schlitz schieben



- ① Haltehülse
- ② Position der Sicherungsmutter (Mutter nicht sichtbar)
- ③ Schlitz
- ④ Feder
- ⑤ Halterung der Spülstation
- ⑥ Kapillare am Dichtungsanschluss im PEEK-Fitting (Abbildung zeigt die Kapillare kürzer, als sie tatsächlich ist)
- ⑦ Kapillare am Dichtungsanschluss im PEEK-Fitting (Abbildung zeigt die Kapillare kürzer, als sie tatsächlich erscheint)

16. Schieben Sie die Haltehülse in das Gehäuse hinein und achten Sie dabei darauf, dass das Loch des Fittings in der Haltehülse mit dem Schlitz im Gehäuse ausgerichtet ist.

Abbildung 8–35: Einsetzen der Haltehülse in das Gehäuse



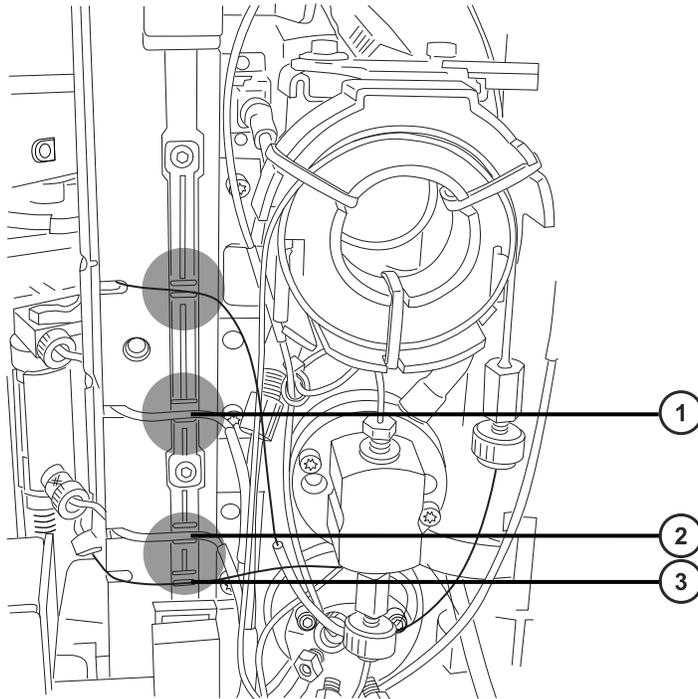
① Loch des Fittings

② Schlitz

17. Setzen Sie die Kapillare wieder in die Klammern an der Seite des Probenraums ein. Verlegen Sie beispielsweise die Spülkapillare und die Kapillare am Dichtungsanschluss durch die Klammern.

Anforderung: Die Kapillare wird an der Wand befestigt und darf nicht den Betrieb des Probenabletts oder die vertikale Bewegung des Spülanschlusses behindern.

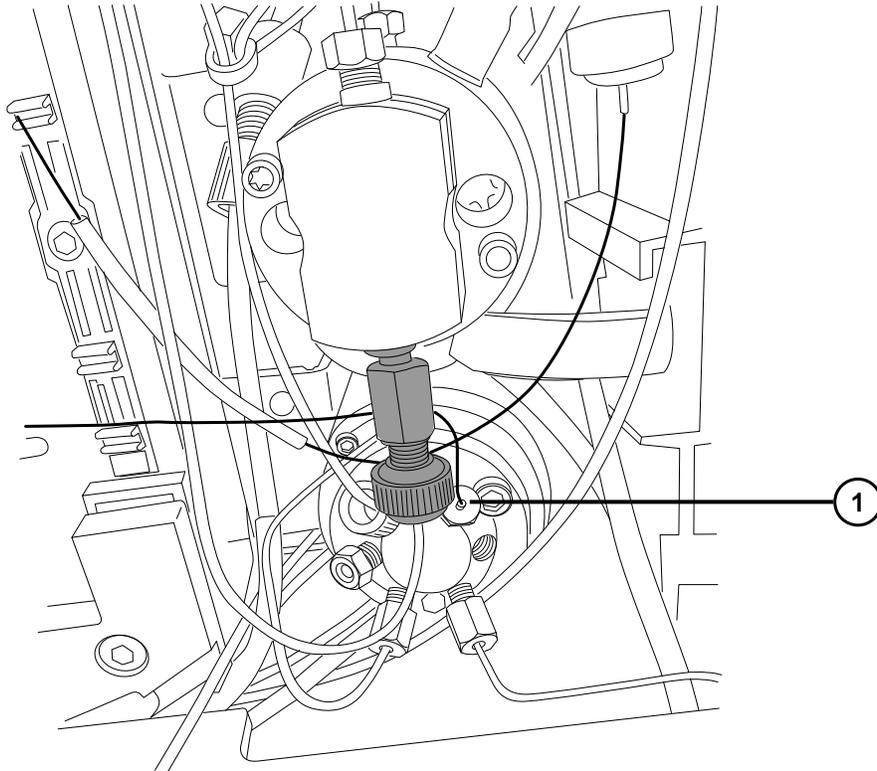
Abbildung 8–36: Bringen Sie die Spülkapillare und die Kapillare am Dichtungsanschluss wieder an den Klemmen an der Wand des Probenraums an



- ① Erste Spülkapillare in der Klemme
- ② Zweite Spülkapillare in der Klemme
- ③ Kapillare am Dichtungsanschluss in der Klemme

18. Schrauben Sie das Schlauchende des Dichtungsanschlusses in Port 1 des Injektionsventils und ziehen Sie das Fitting fingerfest und dann mit dem 1/4-Zoll-Maulschlüssel um eine weitere 1/4-Umdrehung an.

Abbildung 8–37: Bringen Sie die Kapillare am Dichtungsanschluss am Injektionsventil an



① Port 1 am Injektionsventil

19. Bauen Sie die Zugangsblende wieder ein und ziehen Sie dann mit dem T20 Torx Schraubendreher die einzelne Schraube fest, mit der die Blende an der Vorderseite der Einheit befestigt ist.

Anforderung: Stellen Sie sicher, dass die Kapillare am Dichtungsanschluss und die Kapillare der Probenadel durch den Schlitz in der Zugangsblende verlaufen und dass sie nicht über Kreuz liegen.

20. Schließen Sie die Tür des Probenraums und die des Flüssigkeitsraums.
21. Tippen Sie auf **COMMANDS > Reset** (BEFEHLE > Zurücksetzen), um die Motoren wieder einzuschalten und den Nadelwagen in die Ausgangsstellung zu bewegen.
22. Führen Sie den Bereitschaftstest der Nadeldichtung durch, um sicherzustellen, dass die Nadeldichtung ordnungsgemäß funktioniert.

8.8.5 Austauschen der Probenadel

Ersetzen Sie die Nadel jährlich während der vorgeschriebenen Wartung oder jedes Mal, wenn die Nadel beschädigt oder verbogen erscheint.

Empfehlung: Der technische Kundendienst von Waters empfiehlt, die Nadeldichtung jedes Mal auszutauschen, wenn Sie die Nadel austauschen. Siehe [Austauschen der Nadeldichtung und der Dichtungsanschlusskapillare \(Seite 131\)](#), nachdem Sie dieses Verfahren abgeschlossen haben.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen oder toxischen Verbindungen zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

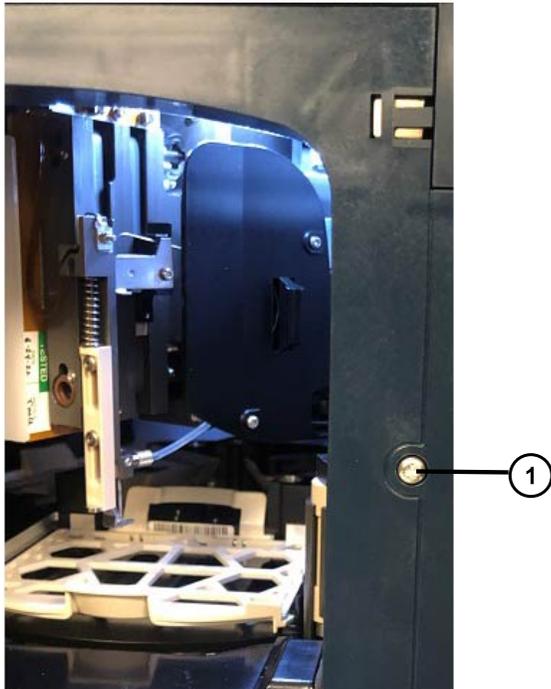
- Nadeleinheit, auch als Probennadeleinsatz (700013880) bezeichnet
- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- T20 TORX Schraubendreher

So tauschen Sie die Probennadel aus:

! **Achtung:** Stellen Sie sicher, dass Sie zuerst den Nadeleinsatz, wie im folgenden Verfahren beschrieben, einbauen. Die Nadel ist im Nadeleinsatz montiert und kann bei falscher Handhabung leicht gebrochen werden.

1. Stellen Sie sicher, dass das System eingeschaltet ist.
2. Entnehmen Sie alle Probenplatten aus dem Probenraum.
3. Bewegen Sie die Probennadel in die Serviceposition:
 - a. Tippen Sie auf **MAINTAIN > Service > Prepare to Replace the Needle** (WARTEN -> Service -> Nadelaustausch vorbereiten).
4. Öffnen Sie die Tür des Probenraums und die des Flüssigkeitsraums.
5. Lösen Sie mithilfe des T20 TORX Schraubendrehers die Schraubbefestigung, mit der die Zugangsblende befestigt ist, und entnehmen Sie diese.

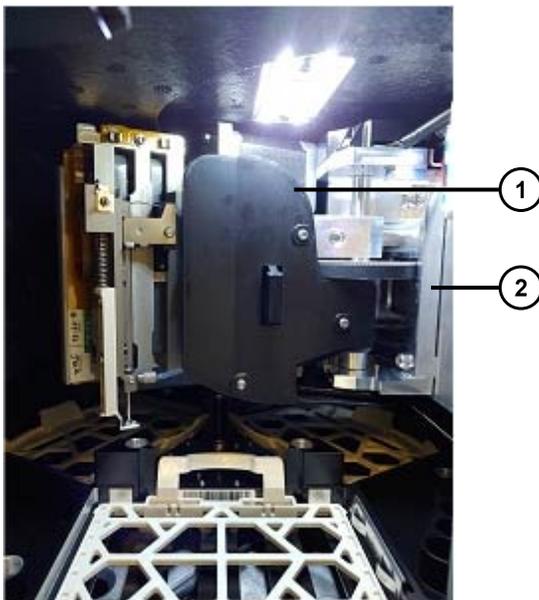
Abbildung 8–38: Schraubbefestigung an der Zugangsblende



① Schraubbefestigung

6. Positionieren Sie den Nadeleinsatz im Probenraum. Der Nadeleinsatz enthält die Nadel und sorgt für deren sichere Befestigung.

Abbildung 8–39: Position des Nadeleinsatzes im Probenraum

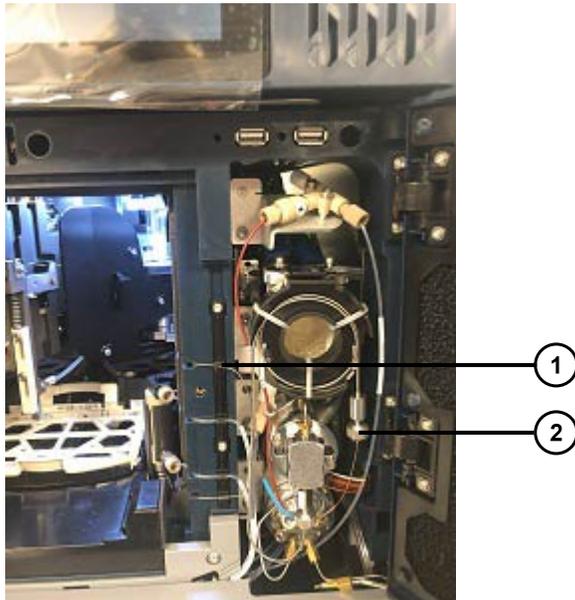


① Nadeleinsatz

② Probenraumbereich

7. Schrauben Sie das werkzeuglose Fitting aus dem Flüssigkeitsraum ab, das die Probenschleife mit dem Ende der Nadel verbindet. Nach dem Abschrauben entfernen Sie die Nadelkapillare aus der oberen Klammer, wo die Nadel durch den Flüssigkeitsraum zum Probenraum verläuft.

Abbildung 8–40: Werkzeugloses Fitting und Klammer

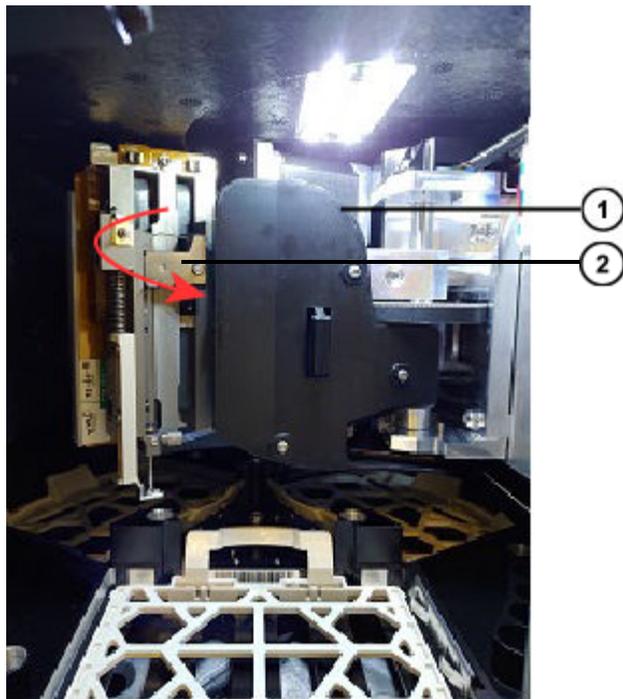


① Obere Klammer

② Werkzeugloses Fitting

8. Drehen Sie den Drehriegel am Nadelwagen gegen den Uhrzeiger, um den Nadelwagen zu lösen.

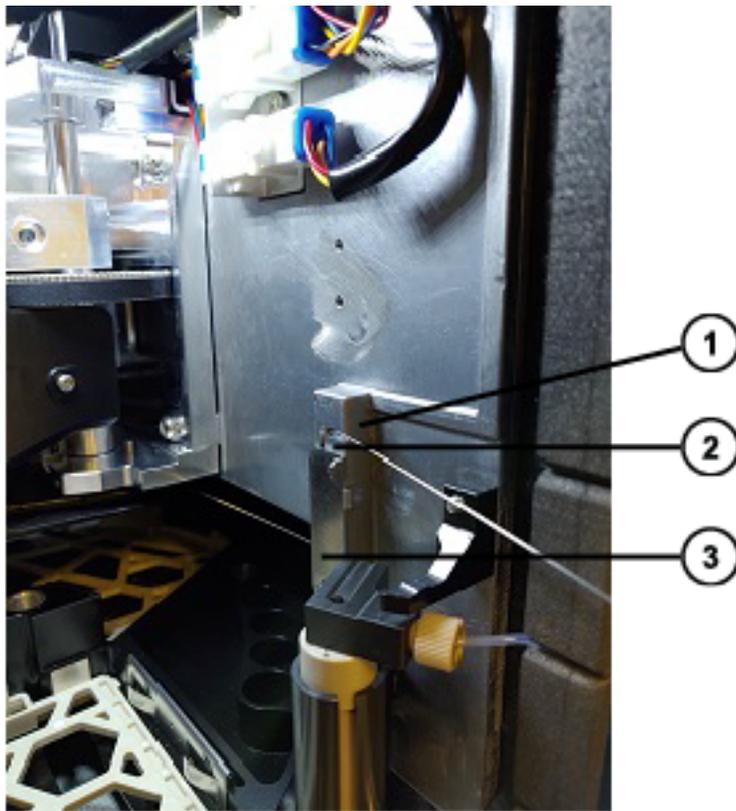
Abbildung 8–41: Drehriegel am Nadelwagen (roter Pfeil zeigt die Öffnungsrichtung gegen den Uhrzeigersinn an)



- ① Nadeleinsatz
- ② Drehverriegelung

9. Suchen Sie den Block mit der kleinen Kerbe, der die Probenadel an der rechten Seite der Wand des Probenraums befestigt. Öffnen Sie den Drehriegel im Uhrzeigersinn, und nehmen Sie dann den stufenförmigen Teil der Probenadel aus der Kerbe.

Abbildung 8–42: Zweiter Drehriegel und Kerbe an der Wand des Probenraums



- ① Block an der Wand des Probenraums
- ② Stufenförmiges Teil der Probennadel mit kleiner Kerbe
- ③ Zweiter Drehriegel an der Wand des Säulenraums

10. Schieben Sie die Probennadel nach vorn und heben Sie sie dann unten im Bereich des Nadelwagens aus der Piercingnadeleinheit. Nehmen Sie dann den Nadelwagen aus dem Probenraum.



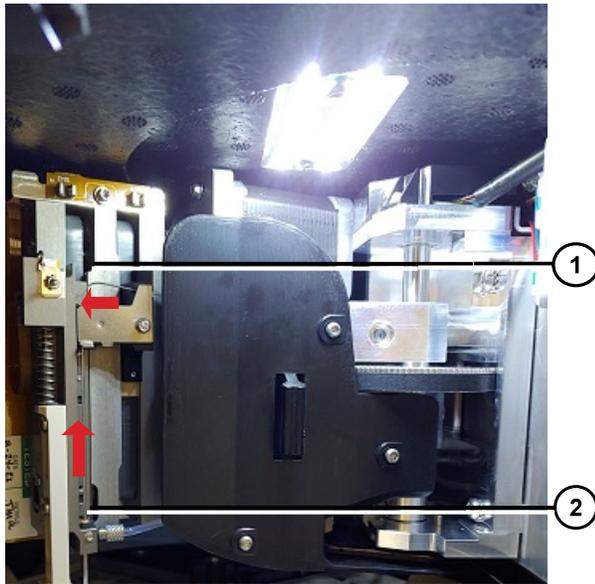
Warnung: Zur Vermeidung von Stichverletzungen sind Probennadeln, Spritzen, Quarzglaskapillaren und Borosilikatspitzen mit großer Vorsicht zu behandeln.



Hinweis: Um Schäden an der Nadelspitze zu vermeiden, sollten Sie diese weder berühren noch Druck darauf ausüben.

Hinweis: Die Piercingnadeleinheit besteht aus Piercingnadel, Vespel und PEEK-Gehäuse.

Abbildung 8–43: Entfernen der Probennadel aus der Piercingnadeleinheit



- ① Probennadel
- ② Piercingnadeleinheit

11. Besorgen Sie eine Ersatz-Probennadel. Nehmen Sie die Schutzhülle von der Nadelspitze ab.
12. Suchen Sie den Magneten in der Aussparung des Nadelwagenarms. Befestigen Sie den Nadeleinsatz am Magneten.



Warnung: Zur Vermeidung von Stichverletzungen sind Probennadeln, Spritzen, Quarzglaskapillaren und Borosilikatspitzen mit großer Vorsicht zu behandeln.



Hinweis: Um Schäden an der Nadelspitze zu vermeiden, sollten Sie diese weder berühren noch Druck darauf ausüben.

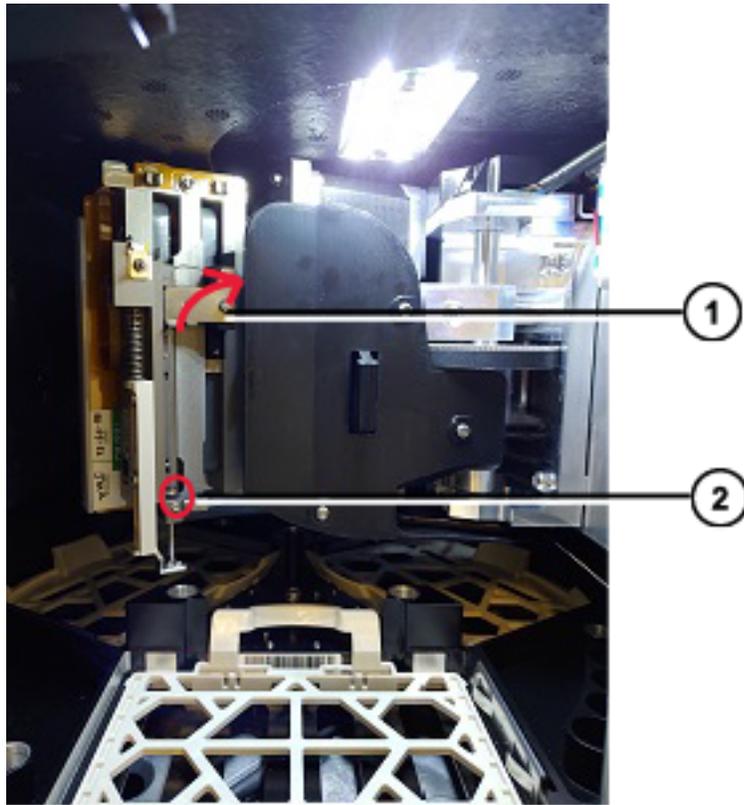
Abbildung 8–44: Position des Magneten im Nadelwagenarm



- ① Nadelwagenarm
- ② Magnet in der Aussparung

13. So bauen Sie die Probenadel in die Nadelwageneinheit ein:
- a. Schieben Sie die Probenadel, wie in der folgenden Abbildung gezeigt, in die Vespel-Führung unten an der Piercingnadeleinheit.
 - b. Setzen Sie die Ferrule oben an der Nadel in die Nadelhalterung oben ein.
 - c. Nachdem Sie die Ferrule in die Nadelhalterung platziert haben, platzieren Sie die Kapillare in die Kerbe, die sich über dem Riegel befindet.
 - d. Schließen Sie die Drehriegel, indem Sie ihn im Uhrzeigersinn drehen.

Abbildung 8–45: Einbauen der Probenadel in die Nadelwageneinheit

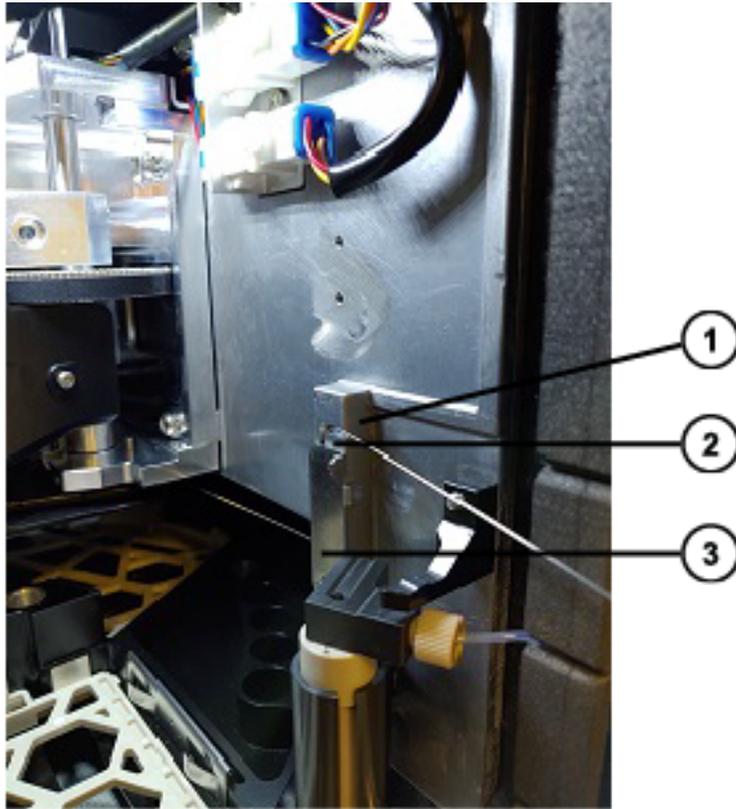


① Drehriegel (Ferrule befindet sich hinter dem Drehriegel)

② Vespel-Führung

14. Führen Sie die Nadelkapillare durch die Kerbe im kleinen Block an der Wand des Probenraums. Drehen Sie dann den Drehriegel gegen den Uhrzeigersinn, um die Nadelkapillare in der Kerbe zu befestigen.

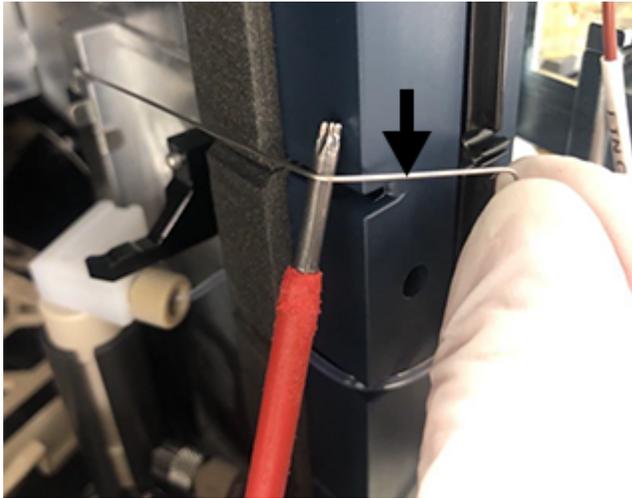
Abbildung 8–46: Befestigen der Nadelkapillare in der Kerbe (zweiter Drehriegel an der Raumwand)



- ① Kleiner Block an der Wand des Probenraums
- ② Nadelkapillare in der Kerbe
- ③ Drehriegel an der Wand des Probenraums

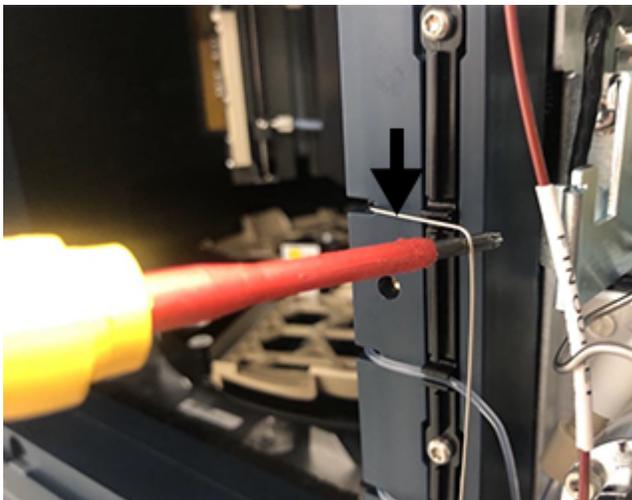
15. Biegen Sie die Nadelkapillare (Pfeil) mit dem T20 TORX Schraubendreher nach rechts um die Frontblende.

Abbildung 8–47: Biegen der Nadelkapillare um die Frontblende des Raums



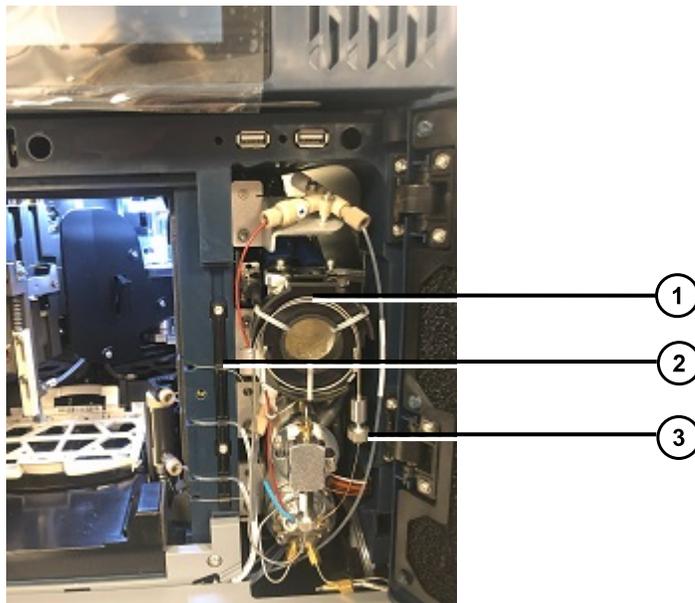
16. Biegen Sie die Nadelkapillare (Pfeil) mit Sie dem T20 TORX Schraubendreher wie gezeigt nach unten.

Abbildung 8–48: Biegen der Nadelkapillare nach unten



17. Schließen Sie die Probenadel mithilfe des werkzeuglosen Fittings an die Erweiterungsschleife an. Befestigen Sie dann die Nadelkapillare in der oberen Klammer.

Abbildung 8–49: Wiederanschließen der Probenadel an die Erweiterungsschleife

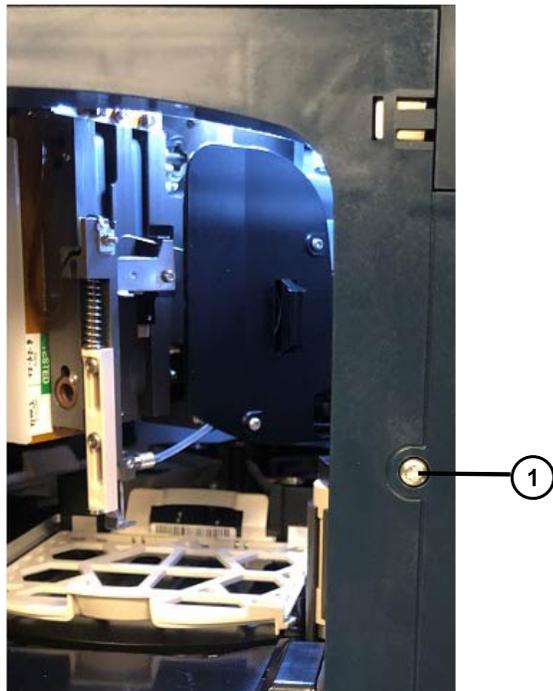


- ① Erweiterungsschleife
- ② Nadelkapillare in der oberen Klammer
- ③ Werkzeugloses Fitting

18. Bringen Sie die Zugangsblende wieder an und richten Sie die Laschen oben an der Zugangsblende mit den Schlitz in der Frontblende aus. Bauen Sie dann die Zugangsblende wieder ein und ziehen Sie anschließend mit dem T20 TORX Schraubendreher die Befestigungsschraube fest, mit der die Blende an der Vorderseite des Systems befestigt ist.

Anforderung: Stellen Sie sicher, dass die Nadelkapillare, wie im vorherigen Schritt angegeben, in der oberen Klammer verlegt ist.

Abbildung 8–50: Schraubbefestigung an der Zugangsblende



① Schraubbefestigung

19. Schließen Sie die Tür des Probenraums und die des Flüssigkeitsraums.

Empfehlung: Waters empfiehlt, die Nadeldichtung jedes Mal auszutauschen, wenn Sie die Nadel ersetzen.

20. Kalibrieren Sie die Nadel:

- a. Tippen Sie auf **MAINTAIN > Calibrate Axes > Calibrate Z-Axis** (WARTUNG, Achsen kalibrieren, Z-Achse kalibrieren) und befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm, bis **Z-Axis Calibration Passed** (Z-Achsenkalibrierung bestanden) angezeigt wird. Tippen Sie auf **DONE** (FERTIG).
- b. Tippen Sie auf **MAINTAIN > Calibrate Axes > Calibrate Zp-Axis** (WARTUNG > Achsen kalibrieren > Zp-Achse kalibrieren) und befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm, bis **Zp-Axis Calibration Passed** (Zp-Achsenkalibrierung bestanden) angezeigt wird. Tippen Sie auf **DONE** (FERTIG).
- c. Tippen Sie auf **MAINTAIN > Calibrate Axes > Calibrate Bθ-Axis** (WARTUNG > Achsen kalibrieren > Bθ-Achse kalibrieren) und befolgen Sie die Anweisungen auf dem Bildschirm, bis **Bθ-Axis Calibration Passed** (Bθ-Achsenkalibrierung bestanden) angezeigt wird. Tippen Sie auf **NEXT > HOME > DONE** (WEITER > START > FERTIG).

8.9 Detektor-Wartungsverfahren

In diesem Abschnitt werden die Wartungsarbeiten für die TUV- und PDA-Detektoren des Alliance iS HPLC Systems beschrieben, die Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters durchführen können.

Die Verfahren umfassen:

- Austauschen des Lecksensors
- Austauschen des Flusszellensensors
- Austauschen der Lampe

8.9.1 Austauschen des Lecksensors des Detektors

Ein Lecksensor in der Ablaufschale überwacht den Detektor ständig auf Undichtigkeiten.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen oder toxischen Verbindungen zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.

Der Lecksensor des Detektors stoppt den Systemfluss, wenn er erkennt, dass sich Flüssigkeit im Behälter angesammelt hat. Wenn der Sensor eine Undichtigkeit erkennt, zeigt der Touchscreen des Systems eine Alarmmeldung an.

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

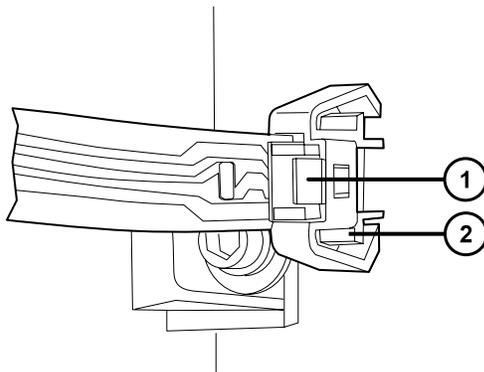
- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Ersatz-Lecksensor

So tauschen Sie den Lecksensor des Detektors aus:

1. Öffnen Sie die Detektortür, indem Sie vorsichtig die rechte Seite zu sich ziehen.
2. Entfernen Sie den alten Lecksensor:
 - a. Drücken Sie die Entriegelungsglasche herunter, um den Stecker des Lecksensors vorne am Gerät zu lösen.

Hinweis: Die folgende Abbildung dient nur zur Veranschaulichung. Ihre Hardware kann sich geringfügig von der abgebildeten Hardware unterscheiden.

Abbildung 8–51: Entfernen des Lecksensors



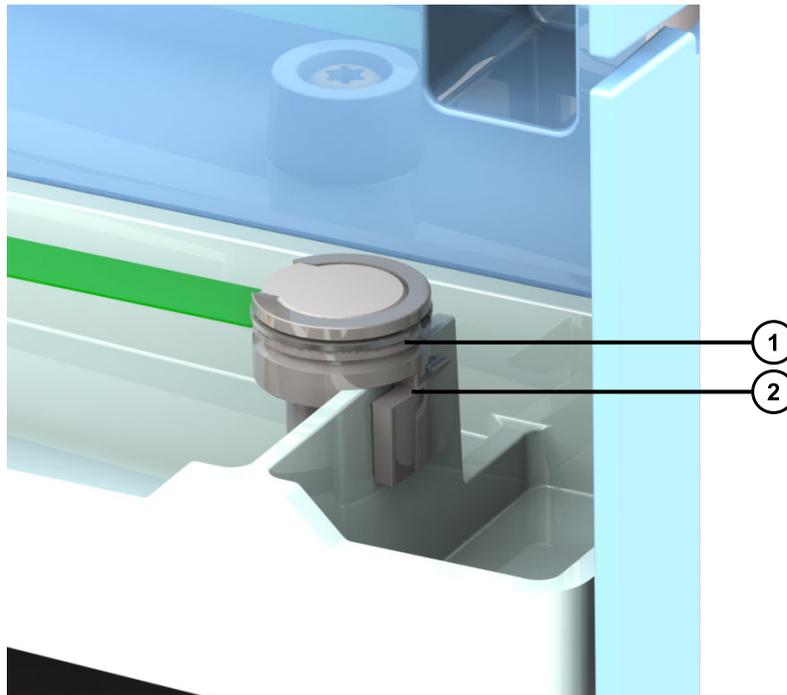
- ① Entriegelungslasche
- ② Stecker des Lecksensors

b. Um den Lecksensor aus dem Reservoir zu entnehmen, fassen Sie ihn an der Riffelung am oberen Ende an und ziehen ihn nach oben (siehe Abbildung Eingebauter Lecksensor, Rückansicht).

3. Bauen Sie den neuen Lecksensor ein:

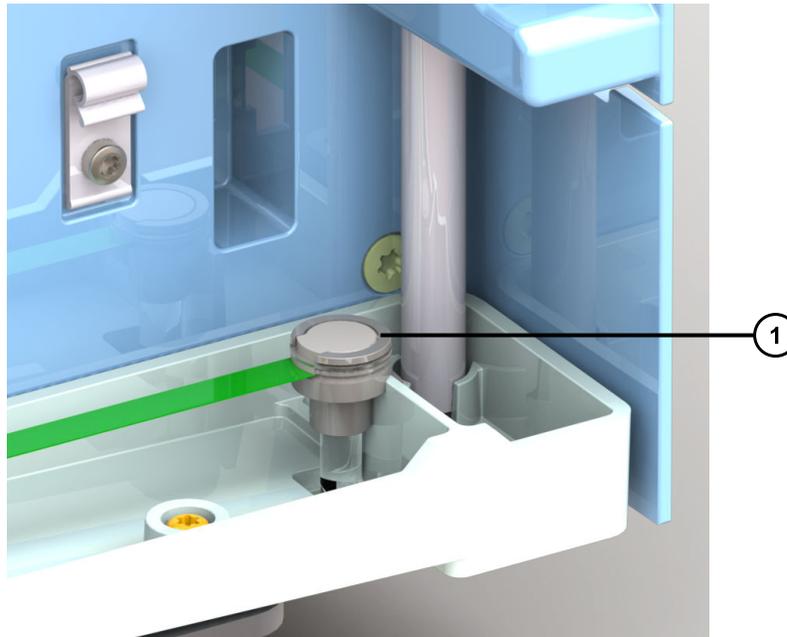
a. Halten Sie den Lecksensor an der Riffelung, richten Sie sein T-Stück auf den seitlichen Schlitz im Reservoir aus und schieben Sie ihn in die vorgesehene Position (siehe Abbildung Eingebauter Lecksensor, Rückansicht).

Abbildung 8–52: Eingebauter Lecksensor, Rückansicht



- ① Riffelung
- ② Eingerastetes T-Stück im Reservoirschlitz

Abbildung 8–53: Eingebauter Lecksensor, Vorderansicht



① Lecksensor

- b. Schließen Sie den Stecker des Lecksensors vorne am Gerät an.
4. Schließen Sie die Detektortür.
5. Tippen Sie in der Ansicht [Commands view \(Seite 57\)](#) (Befehlsansicht) auf dem Touchscreen des Systems auf **Reset** (Zurücksetzen).

8.9.2 Austauschen der Flusszelle des TUV-Detektors

Um Systemfehler zu vermeiden, tauschen Sie die Flusszelle des TUV-Detektors jedes Mal aus, wenn sie verschmutzt, verunreinigt oder verstopft erscheint.

Siehe auch: *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Vermeiden von Kontaminationen in LC-MS-Systemen, 715001307DE).

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- 1/4-Zoll-Flachkopfschraubendreher
- Methanol (HPLC-Qualität)
- Wasser (HPLC-Qualität)
- Ersatz-Flusszelle

So tauschen Sie die Flusszelle des TUV-Detektors aus:

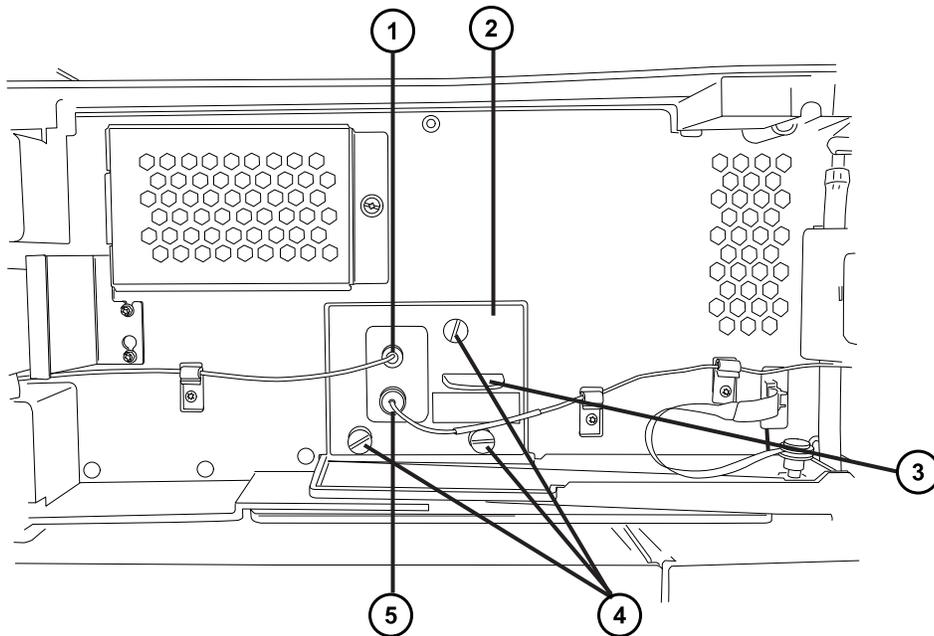


Hinweis:

- Tragen Sie zur Vermeidung einer Kontamination der Flusszelle beim Umgang mit der Pumpe, beim Entfernen oder Austauschen saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe.
- Gehen Sie mit der Flusszelle vorsichtig um, um sie nicht zu beschädigen. Zerlegen Sie die Flusszelle nicht.

1. Öffnen Sie die Tür des TUV-Detektors, indem Sie vorsichtig die rechte Seite zu sich ziehen.
2. Trennen Sie die Einlass- und Auslassleitungen vom TUV-Detektor.

Abbildung 8–54: Lokalisieren der Flusszelle (Ansicht bei geöffneter Tür des TUV-Detektors)



- ① Auslasskapillare
- ② Flusszelleneinheit
- ③ Flusszellengriff
- ④ Rändelschrauben (3)
- ⑤ Einlasskapillare

3. Entfernen Sie die Flusszelle und spülen Sie diese dann vor der Lagerung:

- a. Verwenden Sie einen Schraubendreher, um die drei Rändelschrauben der Flusszelleneinheit auf der Vorderseite zu lösen.
- b. Entnehmen Sie die Flusszelle, indem Sie die Einheit am Griff vorsichtig in Ihre Richtung ziehen.
- c. Waters empfiehlt, die alte Flusszelle vor der Lagerung zu spülen. Wählen Sie ein Lösungsmittel aus, das mit den verwendeten Proben und der mobilen Phase kompatibel ist. Wenn Sie Puffer verwendet haben, spülen Sie die Zelle zunächst mit 10 mL Wasser (HPLC-Qualität) und anschließend mit 10 mL eines Lösungsmittels mit niedriger Oberflächenspannung wie Methanol.

Anforderung: Achten Sie darauf, dass das verwendete Lösungsmittel mit der zuvor verwendeten mobilen Phase mischbar ist.

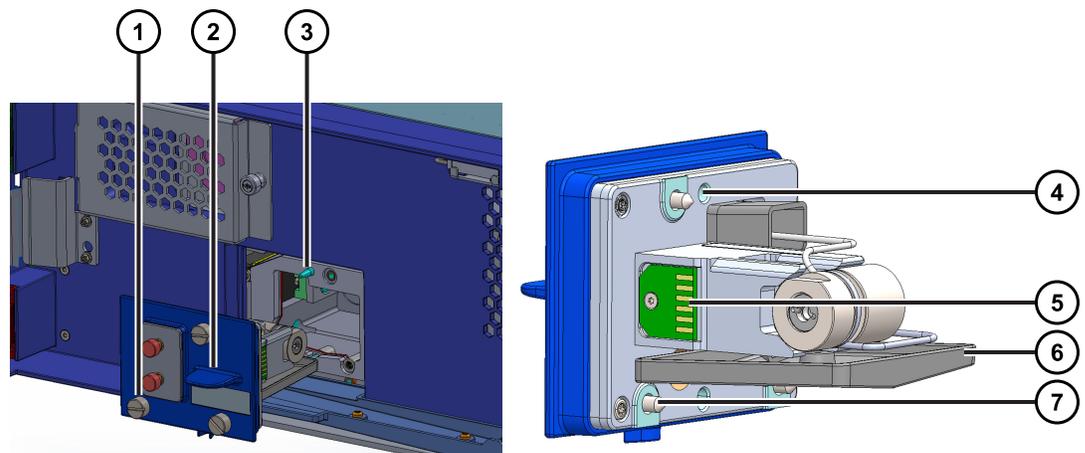
4. Packen Sie die neue Flusszelle aus und überprüfen Sie sie. Achten Sie dabei darauf, dass der Flusszellentyp für Ihre Applikation geeignet ist.

Hinweis: Beim Austausch der Flusszelle müssen Sie die Einlasskapillare der Flusszelle durch die Kapillare ersetzen, die mit der neuen Flusszelle geliefert wurde.

5. Installieren Sie die neue Flusszelle.
 - a. Richten Sie die Flusszelleneinheit an der Öffnung aus und setzen Sie sie dann langsam ein, sodass ihre zwei Ausrichtungsbuchsen (auf der Rückseite des vorderen Teils des Zellenflansches) in die Stifte im Zellenraum greifen.

Tipp: Beim Einsetzen der Zelle hilft die Überlaufvorrichtung dabei, die korrekte Ausrichtung der Stifte des Zellenraums und der Buchsen des Zellenflansches sicherzustellen.

Abbildung 8–55: Einbauen der Flusszelleneinheit des TUV-Detektors



- ① Rändelschraube (3)
- ② Flusszellengriff (die Kennzeichnung darunter unterscheidet sich je nach Zellentyp)
- ③ Raumpassstift (2)

- ④ Zellenflansch-Ausrichtungsbuchse (2)
- ⑤ ID-Chip der Flusszelle
- ⑥ Überlaufvorrichtung
- ⑦ Rändelschraube (3, Rückansicht)

b. Setzen Sie das Einführen der Flusszelle solange fort, bis die drei Rändelschrauben mit den betreffenden Öffnungen im Anschlussstück ausgerichtet sind.

c. Ziehen Sie die Rändelschrauben von Hand an und überprüfen Sie dann mithilfe eines Schraubendrehers, dass die Schrauben fest sitzen.

6. Verbinden Sie die Einlasskapillare mit dem Anschluss der Hauptsäule und dem Einlass der Flusszelle und anschließend die Auslasskapillare mit dem Auslass der Flusszelle.
7. Stellen Sie sicher, dass die Flusszelle mit entgastem, transparentem Lösungsmittel (Acetonitril oder Wasser) gefüllt ist, das keine Luftblasen aufweist.
8. Schalten Sie das System aus und wieder ein.
9. Tippen Sie nach dem Einschalten des System auf dem Touchscreen auf **Maintain** > **Calibrate Detector** > **Verify Calibration** (Wartung > Detektor kalibrieren > Kalibrierung überprüfen).

Hinweis: Wenn die Überprüfung fehlschlägt, führen Sie eine Fehlerbehebung durch und versuchen es erneut. Wenn die Überprüfung weiterhin fehlschlägt, tippen Sie auf **Maintain** > **Calibrate Detector** > **Calibrate Wavelengths**. (Wartung > Detektor kalibrieren > Wellenlängen kalibrieren).

8.9.3 Austauschen der Flusszelle des PDA-Detektors

Um Systemfehler zu vermeiden, tauschen Sie die Flusszelle des PDA-Detektors jedes Mal aus, wenn sie verschmutzt, verunreinigt oder verstopft erscheint.

Siehe auch: *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Vermeiden von Kontaminationen in LC-MS-Systemen, 715001307DE).

Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- 1/4-Zoll-Flachkopfschraubendreher
- Methanol (HPLC-Qualität)
- Wasser (HPLC-Qualität)
- Ersatz-Flusszelle

So tauschen Sie die Flusszelle des PDA-Detektors aus:

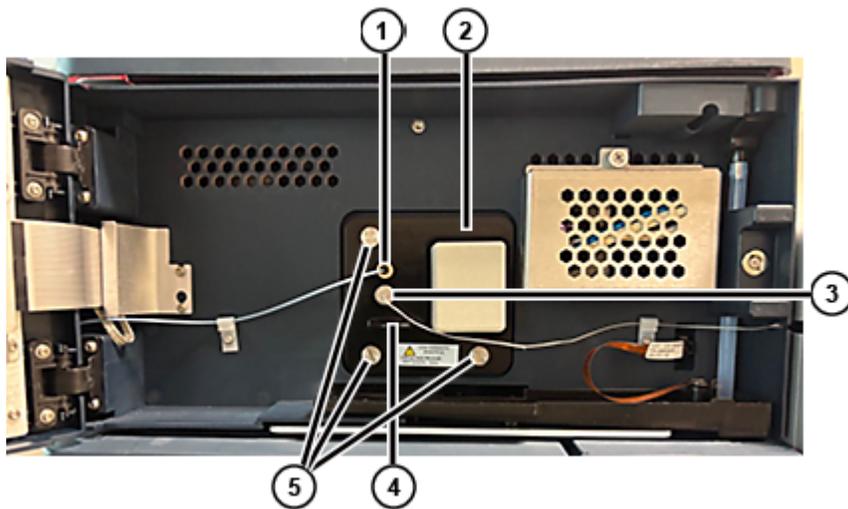


Hinweis:

- Tragen Sie zur Vermeidung einer Kontamination der Flusszelle beim Umgang mit der Pumpe, beim Entfernen oder Austauschen saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe.
- Gehen Sie mit der Flusszelle vorsichtig um, um sie nicht zu beschädigen. Zerlegen Sie die Flusszelle nicht.

1. Öffnen Sie die Tür des PDA-Detektors, indem Sie vorsichtig die rechte Seite zu sich ziehen.
2. Trennen Sie die Einlass- und Auslassleitungen vom PDA-Detektor.

Abbildung 8–56: Lokalisieren der Flusszelle (Ansicht bei geöffneter Tür des PDA-Detektors)



- ① Auslasskapillare
- ② Flusszelleneinheit
- ③ Einlasskapillare
- ④ Flusszellengriff
- ⑤ Rändelschrauben (3)

3. Entfernen Sie die Flusszelle und spülen Sie diese dann vor der Lagerung:

- a. Verwenden Sie einen Schraubendreher, um die drei Rändelschrauben der Flusszelleneinheit auf der Vorderseite zu lösen.
- b. Entnehmen Sie die Flusszelle, indem Sie die Einheit am Griff vorsichtig in Ihre Richtung ziehen.
- c. Waters empfiehlt, die alte Flusszelle vor der Lagerung zu spülen. Wählen Sie ein Lösungsmittel aus, das mit den verwendeten Proben und der mobilen Phase kompatibel ist. Wenn Sie Puffer verwendet haben, spülen Sie die Zelle zunächst mit 10 mL Wasser (HPLC-Qualität) und anschließend mit 10 mL eines Lösungsmittels mit niedriger Oberflächenspannung wie Methanol.

Anforderung: Achten Sie darauf, dass das verwendete Lösungsmittel mit der zuvor verwendeten mobilen Phase mischbar ist.

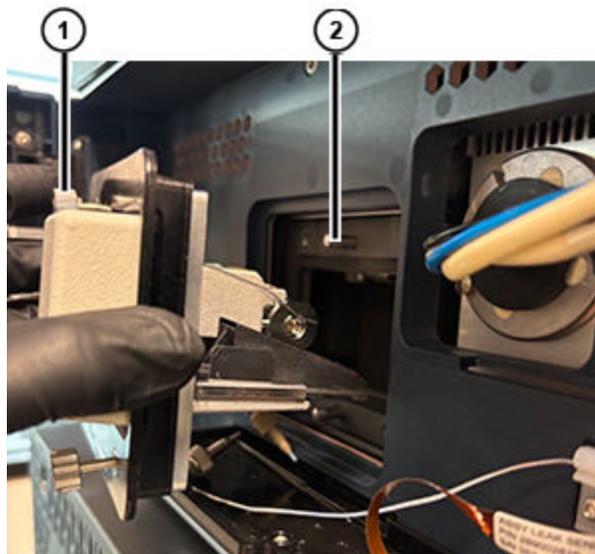
4. Packen Sie die neue Flusszelle aus und überprüfen Sie sie. Achten Sie dabei darauf, dass der Flusszellentyp für Ihre Applikation geeignet ist.

Hinweis: Beim Austausch der Flusszelle müssen Sie die Einlasskapillare der Flusszelle durch die Kapillare ersetzen, die mit der neuen Flusszelle geliefert wurde.

5. Installieren Sie die neue Flusszelle.
 - a. Richten Sie die Flusszelleneinheit an der Öffnung aus und setzen Sie sie dann langsam ein, sodass ihre zwei Ausrichtungsbuchsen (auf der Rückseite des vorderen Teils des Zellenflansches) in die Stifte im Zellenraum greifen.

Tipp: Beim Einsetzen der Zelle hilft die Überlaufvorrichtung dabei, die korrekte Ausrichtung der Stifte des Zellenraums und der Buchsen des Zellenflansches sicherzustellen.

Abbildung 8–57: Einbauen der Flusszelleneinheit des PDA-Detektors

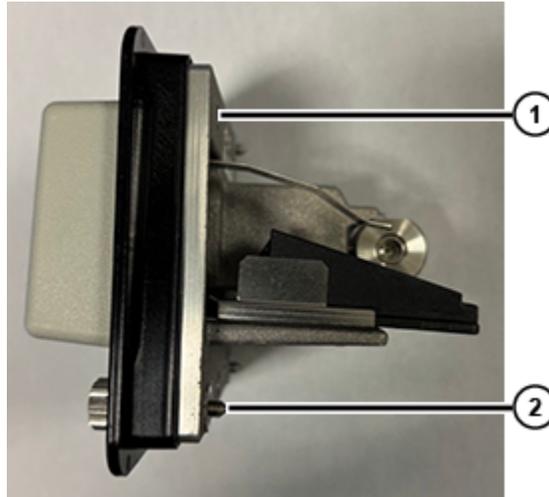


- ① Rändelschraube (3)

② Raumpasstift (2)

- b. Setzen Sie das Einführen der Flusszelle solange fort, bis die drei Rändelschrauben mit den betreffenden Öffnungen im Anschlussstück ausgerichtet sind.

Abbildung 8–58: Ausrichten der Flusszelleneinheit des Detektors



① Zellenflansch-Ausrichtungsbuchse (2)

② Rändelschraube (3)

- c. Ziehen Sie die Rändelschrauben von Hand an und überprüfen Sie dann mithilfe eines Schraubendrehers, dass die Schrauben fest sitzen.
6. Verbinden Sie die Einlasskapillare mit dem Anschluss der Hauptsäule und dem Einlass der Flusszelle und anschließend die Auslasskapillare mit dem Auslass der Flusszelle.
 7. Stellen Sie sicher, dass die Flusszelle mit entgastem, transparentem Lösungsmittel (Acetonitril oder Wasser) gefüllt ist, das keine Luftblasen aufweist.
 8. Schalten Sie das System aus und wieder ein.
 9. Tippen Sie nach dem Einschalten des Systems auf dem Touchscreen auf **Maintain > Verify Calibration** (Wartung > Kalibrierung überprüfen).

Hinweis: Wenn die Überprüfung fehlschlägt, führen Sie eine Fehlerbehebung durch und versuchen es erneut. Wenn die Überprüfung immer noch fehlschlägt, führen Sie eine Erbium-Kalibrierung durch. siehe [Erbium-Kalibrierung \(Seite 43\)](#)

8.9.4 Ersetzen der Lampe des TUV-Detektors

Ersetzen Sie die Lampe des TUV-Detektors jährlich während der vorgeschriebenen vorbeugenden Wartung (PM) oder jedes Mal, wenn sie wiederholt nicht aufleuchtet oder der Detektor nicht kalibriert werden kann. Die Lampe wird bei der Installation automatisch vom

System erkannt und die Seriennummer und das Installationsdatum werden automatisch in der Tabelle Lamp Change Record (Lampenänderungsprotokoll) aufgezeichnet.

Hinweis: Waters garantiert eine Betriebsdauer der Lampe von 2000 Stunden oder einem Jahr nach dem Kauf, wobei das frühere Datum herangezogen wird.



Warnung: Lassen Sie die Lampe zur Vermeidung von Verbrennungen 30 Minuten auskühlen, bevor Sie sie entfernen. Das Lampengehäuse wird während der Inbetriebnahme extrem heiß.



Warnung: Gehen Sie wie folgt vor, um Augenverletzungen durch UV-Strahlung zu vermeiden:

- Schalten Sie den Detektor aus, bevor Sie die Lampe auswechseln.
- Tragen Sie eine Schutzbrille mit UV-Filter.
- Nehmen Sie die Lampe während des Betriebs nicht aus dem Gehäuse.

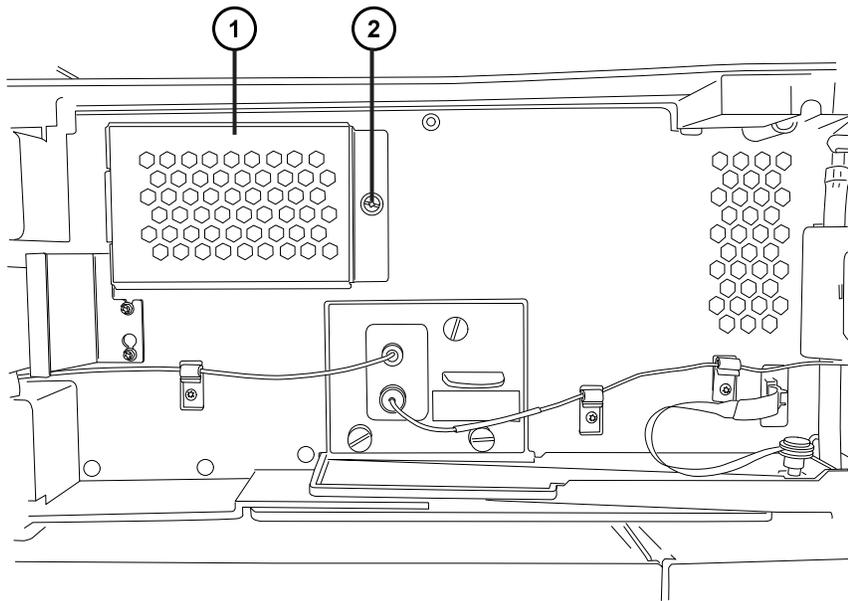
So tauschen Sie die Lampe aus:



Achtung: Achten Sie darauf, die Lampe mindestens 30 Minuten lang abkühlen zu lassen, bevor Sie mit diesem Vorgang beginnen.

1. Schalten Sie das System aus und nehmen Sie dann das Netzkabel ab.
2. Öffnen Sie die Tür des TUV-Detektors.
3. Machen Sie die Abdeckung der Lampeneinheit ausfindig (siehe folgende Abbildung).
4. Entfernen Sie die Abdeckung der Lampeneinheit mit einem Kreuzschlitzschraubendreher, um die Kreuzschlitzschraube zu lösen (siehe folgende Abbildung).
5. Nehmen Sie die Abdeckung der Lampeneinheit ab.

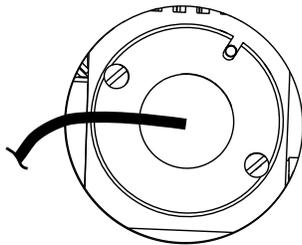
Abbildung 8–59: Abdeckung der Lampeneinheit



- ① Abdeckung der Lampeneinheit
- ② Kreuzschlitzschraube

- 6. Ziehen Sie das Stromkabel der Lampe ab.
- 7. Lösen Sie die beiden Schraubbefestigungen am Lampensockel.

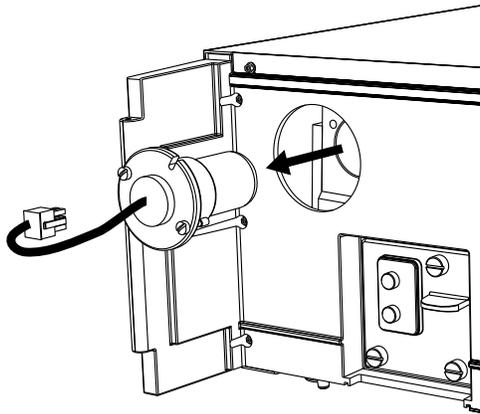
Abbildung 8–60: Sicherungsschrauben am Lampensockel



- 8. Heben Sie die Lampeneinheit aus dem Lampengehäuse.

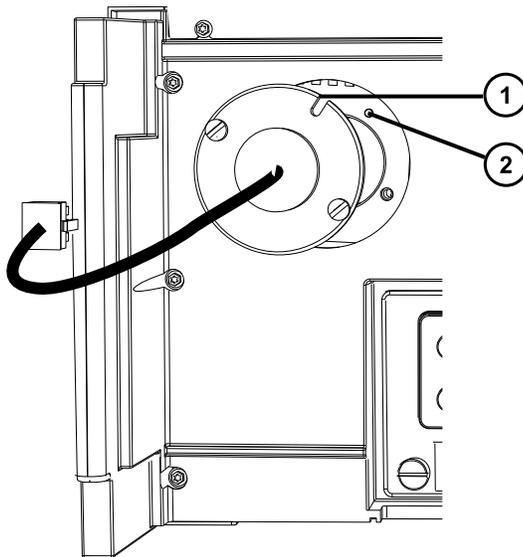
! **Hinweis:** Um ein Zerbrechen des Glases zu vermeiden, gehen Sie beim Entsorgen der Lampe vorsichtig vor, da das Lampengas unter einem leichten Unterdruck steht.

Abbildung 8–61: Entfernen der Lampeneinheit



9. Positionieren Sie die neue Lampe so, dass sich die Aussparung am Lampensockel in der 1-Uhr-Stellung befindet und mit dem Passstift im Lampengehäuse übereinstimmt.

Abbildung 8–62: Ausrichten der Lampe



- ① Aussparung am Lampensockel in 1-Uhr-Position
- ② Passstift am Lampengehäuse

10. Schieben Sie die Lampe vorsichtig nach vorne, bis der untere Teil einrastet.
11. Ziehen Sie die beiden Schraubbefestigungen fest.
12. Schließen Sie den Stromanschluss der Lampe wieder an.
13. Bringen Sie die Abdeckung der Lampeneinheit mit der Kreuzschlitzschraube wieder an.
14. Wenn der TUV-Detektor wieder in Betrieb genommen werden kann, schließen Sie das Netzkabel wieder an und schalten dann das System ein.

8.9.5 Austauschen der Detektorlampe des PDA-Detektors

Ersetzen Sie die Lampe des PDA-Detektors jährlich während der vorgeschriebenen vorbeugenden Wartung (PM) oder jedes Mal, wenn sie wiederholt nicht aufleuchtet oder der Detektor nicht kalibriert werden kann. Die Lampe wird bei der Installation automatisch vom System erkannt und die Seriennummer und das Installationsdatum werden automatisch in der Tabelle Lamp Change Record (Lampenänderungsprotokoll) aufgezeichnet.

Hinweis: Waters garantiert eine Betriebsdauer der Lampe von 2000 Stunden oder einem Jahr nach dem Kauf, wobei das frühere Datum herangezogen wird.



Warnung: Lassen Sie die Lampe zur Vermeidung von Verbrennungen 30 Minuten auskühlen, bevor Sie sie entfernen. Das Lampengehäuse wird während der Inbetriebnahme extrem heiß.



Warnung: Gehen Sie wie folgt vor, um Augenverletzungen durch UV-Strahlung zu vermeiden:

- Schalten Sie den Detektor aus, bevor Sie die Lampe auswechseln.
- Tragen Sie eine Schutzbrille mit UV-Filter.
- Nehmen Sie die Lampe während des Betriebs nicht aus dem Gehäuse.

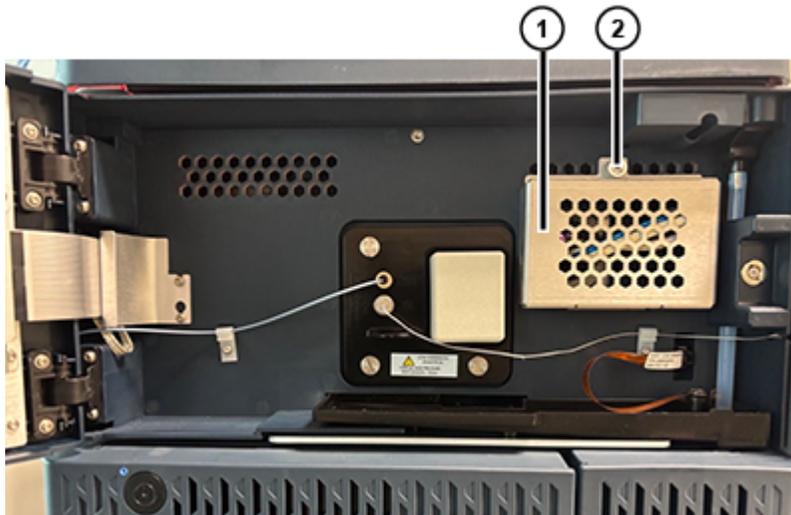
So tauschen Sie die Lampe aus:



Achtung: Achten Sie darauf, die Lampe mindestens 30 Minuten lang abkühlen zu lassen, bevor Sie mit diesem Vorgang beginnen.

1. Schalten Sie das System aus und nehmen Sie dann das Netzkabel ab.
2. Öffnen Sie die Tür des PDA-Detektors.
3. Machen Sie die Abdeckung der Lampeneinheit ausfindig (siehe folgende Abbildung).
4. Entfernen Sie die Abdeckung der Lampeneinheit mit einem Kreuzschlitzschraubendreher, um die Kreuzschlitzschraube zu lösen (siehe folgende Abbildung).
5. Nehmen Sie die Abdeckung der Lampeneinheit ab.

Abbildung 8–63: Abdeckung der Lampeneinheit



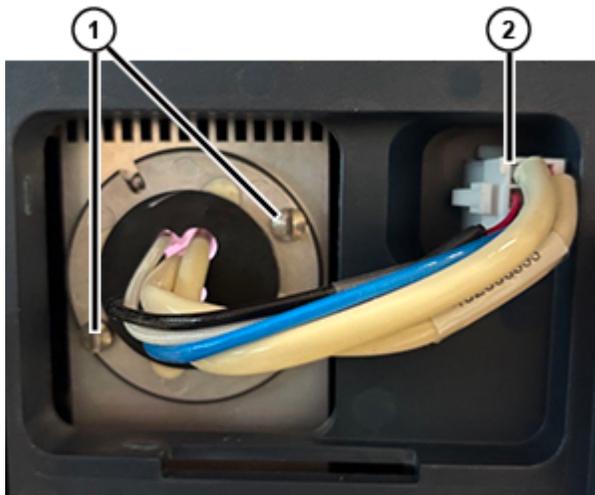
① Abdeckung der Lampeneinheit

② Kreuzschlitzschraube

6. Ziehen Sie das Stromkabel der Lampe ab.

7. Lösen Sie die beiden Schraubbefestigungen am Lampensockel.

Abbildung 8–64: Sicherungsschrauben am Lampensockel



① Sicherungsschrauben

② Lampenkabel

8. Heben Sie die Lampeneinheit aus dem Lampengehäuse.

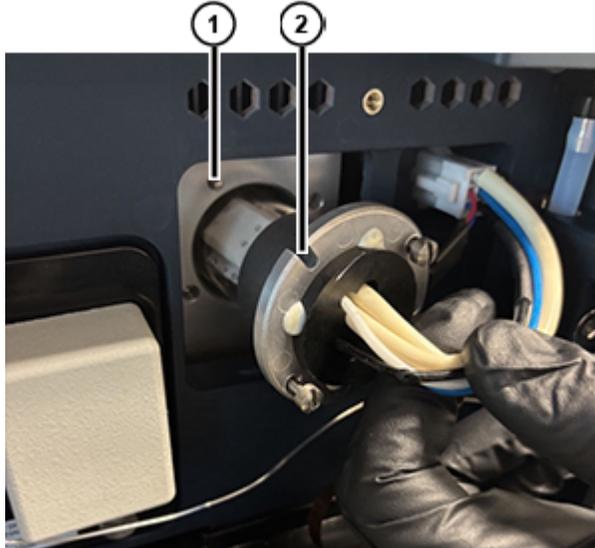
- !** **Hinweis:** Um ein Zerschneiden des Glases zu vermeiden, gehen Sie beim Entsorgen der Lampe vorsichtig vor, da das Lampengas unter einem leichten Unterdruck steht.

Abbildung 8–65: Entfernen der Lampeneinheit



9. Positionieren Sie die neue Lampe so, dass sich die Aussparung am Lampensockel in der 11-Uhr-Stellung befindet und mit dem Passtift im Lampengehäuse übereinstimmt.

Abbildung 8–66: Ausrichten der Lampe



- ① Aussparung am Lampensockel in 11-Uhr-Position
- ② Passtift am Lampengehäuse

10. Schieben Sie die Lampe vorsichtig nach vorne, bis der untere Teil einrastet.
11. Ziehen Sie die beiden Schraubbefestigungen fest.
12. Schließen Sie den Stromanschluss der Lampe wieder an.

13. Bringen Sie die Abdeckung der Lampeneinheit mit der Kreuzschlitzschraube wieder an.
14. Wenn der PDA-Detektor wieder in Betrieb genommen werden kann, schließen Sie das Netzkabel wieder an und schalten dann das System ein.

8.10 Am Säulenofen durchzuführende Wartungsmaßnahmen

In diesem Abschnitt werden die Wartungsverfahren für den Säulenofen des Alliance iS HPLC System beschrieben, die Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters durchführen können.

Die Verfahren umfassen:

- Austauschen der Säule
- Austauschen des Lecksensors der Säule

8.10.1 Wartungsplan für den Säulenofen

Für den Säulenofen gilt ein empfohlener Wartungsplan.

Anwender können die folgenden routinemäßigen Wartungsarbeiten am Säulenofen durchführen.

Wartungsvorgang	Häufigkeit
Austauschen des Lösungsmittelfilters (Seite 110)	Während der routinemäßigen Wartung oder bei Bedarf
Austauschen der Säule (Seite 173)	Während der routinemäßigen Wartung oder bei Bedarf
Austauschen des Lecksensors der Säule (Seite 176)	Während der routinemäßigen Wartung oder bei Bedarf

8.10.2 Austauschen der Säule

Die Säulen, für die Waters eConnect Tags aktiviert sind, verwenden die Near-Field-Kommunikation (NFC)-Technologie. Diese bietet eine automatisierte Lösung zur Identifizierung und Rückverfolgung von HPLC-Säulen und ihrer Verwendungshistorie. Um hochwertige Chromatographiedaten zu gewährleisten, sollten Sie die Säule jährlich oder immer dann ersetzen, wenn Sie Probleme mit der Peakform oder einen Auflösungsverlust bemerken.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen oder toxischen Verbindungen zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.



Warnung: Lassen Sie die Säule vor dem Öffnen der Tür des Säulenraums lange genug abkühlen, um Verbrennungen zu vermeiden. Säule, Kammer, Kapillaren, Fittings und Türauskleidung können heiß sein.

So entfernen Sie die vorhandene Säule:

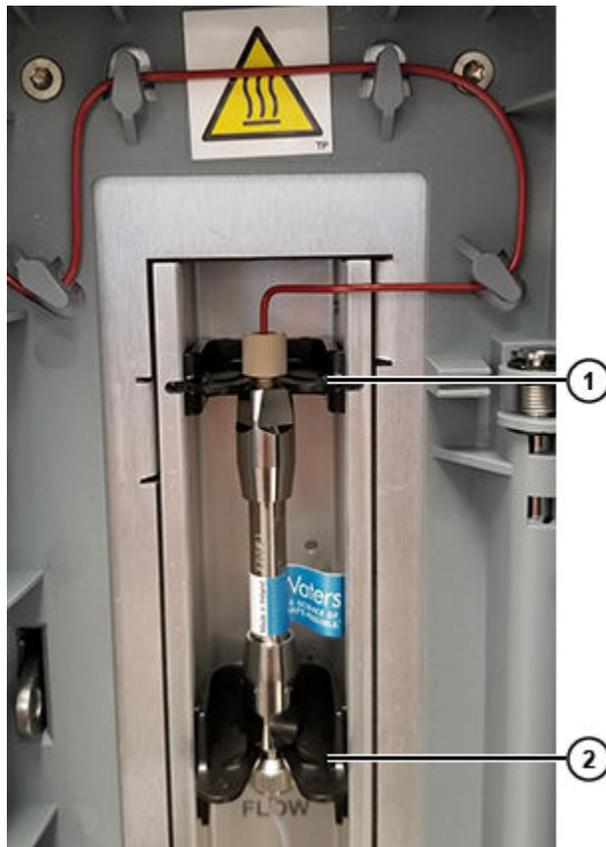
Wenn Sie eine Säule von Waters installieren, ist dafür kein Werkzeug erforderlich. Sie kann einfach mithilfe der Säulenklammern und Fittings ausgetauscht werden.

1. Öffnen Sie die Tür des Säulenraums.

Hinweis: Stellen Sie vor dem Entfernen der Säule sicher, dass die Temperatur des Säulenraums ausreichend niedrig ist.

2. Entfernen Sie die Säule von den beiden schwarzen Klammern, mit denen sie befestigt ist:
 - a. Suchen Sie das Fitting an der Unterseite der Säule und ziehen Sie die Unterseite der Säule aus der schwarzen Klammer.
 - b. Entfernen Sie als Nächstes den oberen Teil der Säule. Halten Sie die Unterseite der Säule in einer Hand, machen Sie das Fitting auf der Oberseite ausfindig und ziehen Sie mit der anderen Hand den oberen Teil der Säule aus der schwarzen Klammer.

Abbildung 8–67: Entfernen der Säule aus den schwarzen Klammern



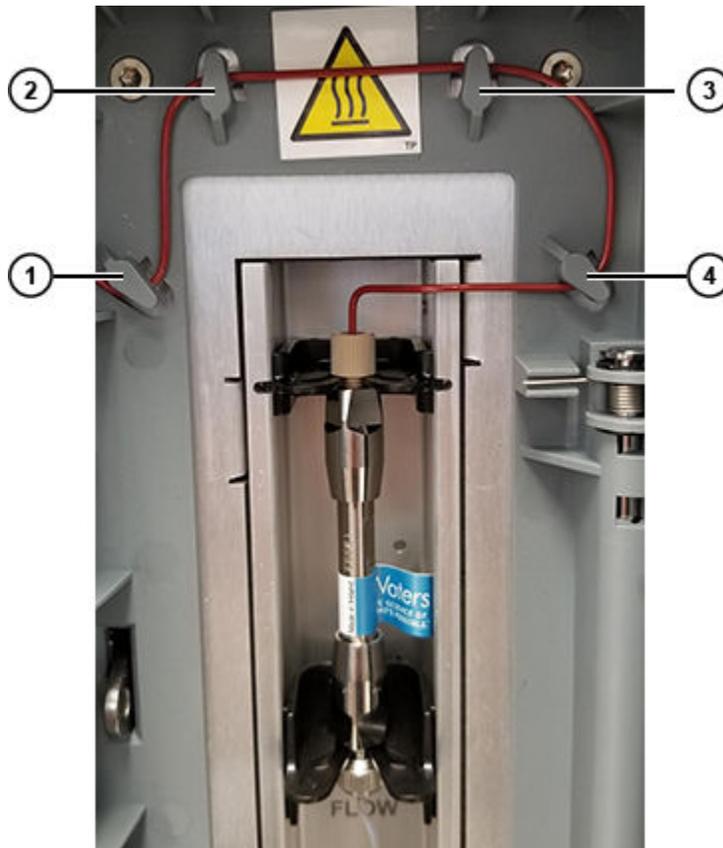
- ① Obere schwarze Klammer

② Untere schwarze Klammer

- c. Machen Sie die Befestigungselemente, mit denen die Schläuche oben am Säulenraum verankert sind, ausfindig. Entfernen Sie dann nur die Schläuche von den Befestigungselementen 2 bis 4.

Tipp: Sie dürfen den Schlauch nicht von Befestigungselement 1 entfernen, da er über dieses Element an einem anderen Modul befestigt ist und angeschlossen bleiben sollte.

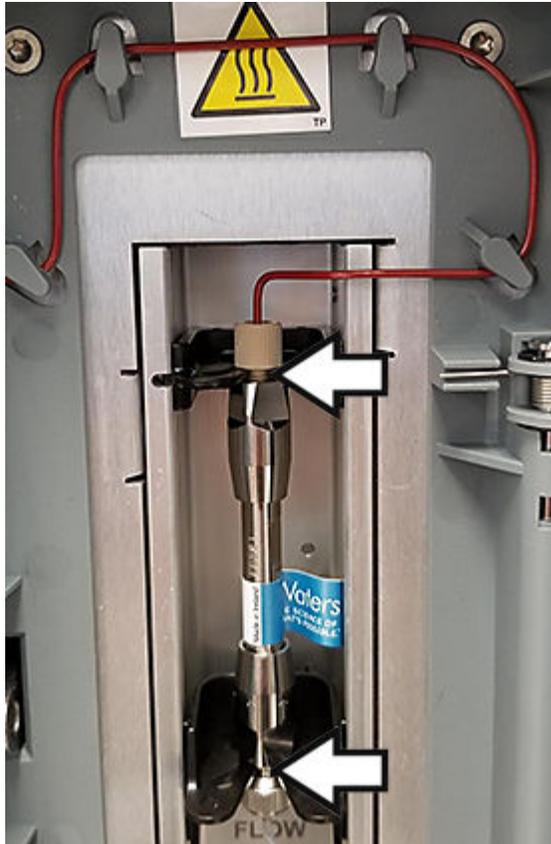
Abbildung 8–68: Vier Befestigungselemente zur Befestigung des Schlauchs



- d. Schrauben Sie das Fitting an der Unterseite der Säule ab und legen Sie es beiseite, um die neue Säule zu installieren.
- e. Schrauben Sie das Fitting von der Oberseite der Säule ab und legen Sie es beiseite, um die neue Säule zu installieren. Halten Sie sich an die verbleibenden Schritte, um die neue Säule zu installieren.
3. Entfernen Sie die Schutzstopfen von der Ober- und Unterseite der neuen Säule und lagern Sie diese für eine zukünftige Verwendung im Versandkarton der Säule.
4. Richten Sie die Säule so aus, dass der Auslass nach oben (siehe Pfeil auf der Säule) und der Einlass nach unten zeigt.

- Schrauben Sie die Fittings für Säuleneinlass und -auslass, die Sie zuvor beiseite gelegt haben, fingerfest auf die Säule.
- Passen Sie bei Bedarf die untere Säulenklammer an die Größe der neuen Säule an.
- Installieren Sie die Schläuche, indem Sie sie in die Befestigungselemente 2 bis 4 oben im Säulenraum anbringen.
- Setzen Sie die Säule in die obere und untere schwarze Klammer ein, um sicherzustellen, dass beide Klammern in das freiliegende Gewinde am Fitting greifen.

Abbildung 8–69: Einsetzen der Ersatzsäule



- Schließen Sie die Tür des Säulenraums.

Hinweis: Vergewissern Sie sich, dass sich die Kapillaren im Inneren des Säulenraums befinden, bevor Sie die Säulenraumdür schließen.

8.10.3 Austauschen des Lecksensors des Säulenofens

Anwender oder Außendienstmitarbeiter von Waters können den Lecksensor des Säulenofens austauschen.



Warnung: Befolgen Sie stets die Richtlinien für die Gute Laborpraxis (GLP), insbesondere beim Arbeiten mit Gefahrstoffen. Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen oder toxischen Verbindungen zu vermeiden, müssen Sie beim Durchführen dieses Verfahrens saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe tragen.



Warnung: Beim Ausführen dieses Verfahrens muss eine Schutzbrille getragen werden, um eine Augenverletzung zu vermeiden.



Anforderung: Tragen Sie bei diesem Vorgang saubere, chemikalienbeständige, nicht gepuderte Handschuhe.

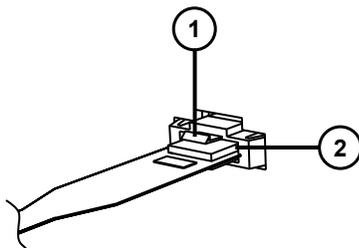
Erforderliche Werkzeuge und Materialien

- Chemikalienbeständige, nicht gepuderte Schutzhandschuhe
- Schutzbrille
- Ersatz-Lecksensor

So tauschen Sie den Lecksensor aus:

1. Öffnen Sie die Säulenraumtür.
2. Drücken Sie die Lasche herunter, um den Stecker des Lecksensors vorne am Gerät zu lösen.

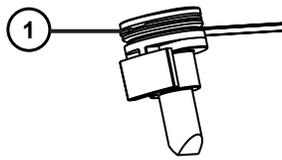
Abbildung 8–70: Stecker des Lecksensors



- ① Lasche
- ② Stecker des Lecksensors

3. Fassen Sie den Lecksensor an der Riffelung an und ziehen Sie ihn nach oben, um ihn aus dem Reservoir zu entnehmen.

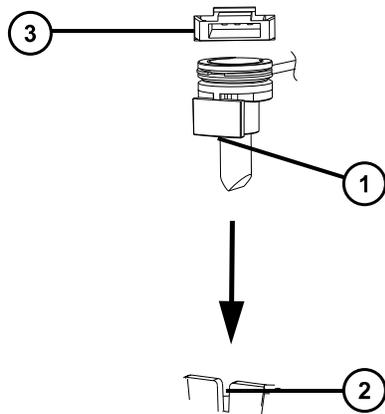
Abbildung 8-71: Riffelungen am Lecksensor



① Riffelung

4. Packen Sie den neuen Lecksensor aus.
5. Richten Sie das T-Stück am Lecksensor auf den seitlichen Schlitz im Reservoir des Lecksensors aus und schieben Sie dann den Lecksensor in die vorgesehene Position.

Abbildung 8-72: Ausrichten des T-Stücks am Schlitz



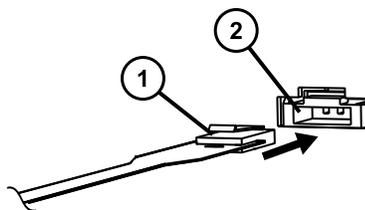
① T-Stück

② Schlitz im Reservoir des Lecksensors

③ Anschluss des Lecksensors an der Vorderseite des Geräts

6. Schließen Sie an der Vorderseite des Geräts den Stecker des Lecksensors an.

Abbildung 8-73: Befestigen des Lecksensors



① Stecker des Lecksensors

② Anschluss des Lecksensors an der Vorderseite des Geräts

7. Schließen Sie die Säulenraumtür.
8. Tippen Sie in der Ansicht [Commands view \(Seite 57\)](#) (Befehlsansicht) auf dem Touchscreen auf **Reset** (Zurücksetzen).
9. Tippen Sie in der Ansicht [System view \(Seite 57\)](#) (Systemansicht) auf dem Touchscreen auf **Leak Sensors** (Lecksensoren) und aktivieren Sie dann den **QSM Leak Sensor** (QSM-Lecksensor).

9 Entsorgungsprotokolle

Die Entsorgung der Systemkomponenten erfolgt entweder durch Mitarbeiter von Waters oder durch den Kunden gemäß den örtlichen Zuständigkeiten.

9.1 Beschreibung der verwendeten Materialien

Detaillierte Beschreibungen der Materialien von Waters finden Sie unter [Sicherheitsdatenblätter \(www.waters.com/SDS\)](http://www.waters.com/SDS) auf waters.com.

9.2 Entsorgung von Systemkomponenten

Die Entsorgung der Systemkomponenten erfolgt entweder durch Mitarbeiter von Waters oder durch den Kunden gemäß den örtlichen Zuständigkeiten.

10 Anmerkungen zu Lösungsmitteln



Warnung: Befolgen Sie stets die Richtlinien für die Gute Laborpraxis (GLP), insbesondere beim Arbeiten mit Gefahrstoffen. Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien.

Überprüfen Sie die folgenden Themen in Bezug auf Lösungsmittel, die beim Betrieb des Alliance iS HPLC System erforderlich sind:

- [Vermeiden von Kontaminationen \(Seite 181\)](#)
- [Lösungsmittelqualität \(Seite 181\)](#)
- [Lösungsmittelvorbereitung \(Seite 183\)](#)
- [Empfehlungen zu Lösungsmitteln \(Seite 183\)](#)
- [Eigenschaften gebräuchlicher Lösungsmittel \(Seite 192\)](#)
- [Mischbarkeit von Lösungsmitteln \(Seite 193\)](#)
- [Stabilisatoren für Lösungsmittel \(Seite 195\)](#)
- [Lösungsmittelviskosität \(Seite 195\)](#)
- [Auswahl der Wellenlänge \(Seite 195\)](#)

10.1 Vermeiden von Kontaminationen

Auf der Website von Waters finden Sie Ressourcen zur Vermeidung von Kontaminationen.

Informationen zur Vermeidung und Beseitigung von Kontaminationen finden Sie unter *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Vermeiden von Kontaminationen in LC-MS-Systemen, 715001307DE) auf der Website von Waters (www.waters.com).

10.2 Lösungsmittelqualität

Verwenden Sie Lösungsmittel in MS-Qualität, um die bestmöglichen Ergebnisse zu erzielen.

Für Lösungsmittel ist mindestens HPLC-Qualität erforderlich. Filtrieren Sie die Lösungsmittel mit einem geeigneten Membranfilter.

Empfehlung: Um sicherzustellen, dass der Filter für die verwendeten Lösungsmittel geeignet ist, befolgen Sie die Empfehlungen des Filterherstellers oder -händlers.

10.2.1 Reine Lösungsmittel

Waters betont, wie wichtig es ist, in Ihrem System immer saubere Lösungsmittel zu verwenden.

Reine Lösungsmittel gewährleisten reproduzierbare Ergebnisse und ermöglichen den Betrieb des Systems mit einem minimalen Wartungsbedarf.

Verschmutzte Lösungsmittel können dagegen Basislinienrauschen am Detektor und Basisliniendrift verursachen und die Filter des Lösungsmittelbehälters, die Einlassfilter und die Kapillaren verstopfen.

10.2.2 Gepufferte Lösungsmittel

Verwenden Sie beim Arbeiten mit einem Puffer hochwertige Reagenzien und filtrieren Sie diese durch einen 0,2-µm-Membranfilter.

Empfehlung: Tauschen Sie mobile Phasen, die zu 100 % aus Wasser bestehen, täglich aus, um ein Mikrobenwachstum zu hemmen.

Stellen Sie den pH-Wert wässriger Puffer ein. Filtrieren Sie die Puffer, um unlösliche Stoffe zu entfernen, und mischen Sie diese anschließend mit geeigneten organischen Additiven. Nach dem Gebrauch eines Puffers sollten Sie dessen Rückstände aus dem System entfernen, indem Sie einen nassen Einspülvorgang mit mindestens fünf Säulenvolumina destilliertem oder entionisiertem Wasser (HPLC-Qualität) durchführen.

! **Achtung:** Wenn Sie das Alliance iS Bio HPLC System über einem pH-Wert von 10 betreiben, sollten Sie sicherstellen, dass Sie das optionale Kit für hohe pH-Werte verwenden. Wenden Sie sich für weitere Unterstützung an Waters.

Soll das System länger als einen Tag außer Betrieb bleiben, spülen Sie die Pumpe mit einem Methanol (MeOH)-Wasser-Gemisch von 20:80 (v/v %) durch, um das Wachstum von Mikroorganismen zu verhindern.

Siehe auch: Informationen zur Vermeidung von Kontaminationen finden Sie unter *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Vermeiden von Kontaminationen in LC-MS-Systemen, 715001307DE) auf der Waters Website (www.waters.com).

10.2.3 Wasser

Verwenden Sie nur Wasser, das in einem Wasserreinigungssystem hoher Qualität gereinigt wurde.

! **Hinweis:** Die Verwendung von 100-prozentigem Wasser kann zu Mikrobenwachstum führen. Waters empfiehlt, Lösungen mit 100-prozentigem Wasser täglich auszutauschen. Der Zusatz eines organischen Lösungsmittels in geringer Menge (~10 %) verhindert das Mikrobenwachstum.

Wenn das Wasserreinigungssystem kein gefiltertes Wasser liefert, filtrieren Sie es durch einen 0,2-µm-Membranfilter.

10.3 Lösungsmittelvorbereitung

Durch die ordnungsgemäße Vorbereitung der Lösungsmittel - vor allem durch Filtration - können Sie viele Probleme in Verbindung mit der Pumpleistung vermeiden.

Empfehlung: Bewahren Sie mobile Phasen in Gefäßen aus Borosilikatglas vom Typ 1, Klasse A², oder vom Typ 3.3³ auf. Verwenden Sie stets hochwertige Gefäße aus Braunglas, um ein Mikrobenwachstum zu hemmen. Decken Sie die Gefäße mit Aluminiumfolie oder Deckeln von Waters ab.

10.4 Empfehlungen zu Lösungsmitteln

Lesen Sie wichtige Informationen zu empfohlenen und nicht empfohlenen Lösungsmitteln für Ihr System.

Wenden Sie sich an Waters ([Kontakt zu Waters \(Seite 15\)](#)), um zu erfahren, ob Sie Lösungsmittel verwenden können, die nicht in den folgenden Abschnitten behandelt werden, ohne die Leistung einer Komponente oder des Systems zu beeinträchtigen.

- [Allgemeine Richtlinien zu Lösungsmitteln \(Seite 183\)](#)
- [Richtlinien für Waschlösungsmittel \(Seite 190\)](#)

10.4.1 Allgemeine Richtlinien zu Lösungsmitteln

Beachten Sie stets die allgemeinen Empfehlungen von Waters in Bezug auf Lösungsmittel.

- Verwenden Sie zur Hemmung des Mikrobenwachstums hochwertige, braun getönte Glasgeräte.
- Filtrieren Sie die Lösungsmittel durch einen 0,2-µm-Filter oder verwenden Sie vorfiltrierte Lösungsmittel. Kleine Partikel können die Kapillaren eines Systems dauerhaft verstopfen. Die Filtration von Lösungsmitteln verbessert zudem die Leistung von Rückschlagventilen.

10.4.1.1 Empfohlene Lösungsmittel

Ziehen Sie diese Liste mit Lösungsmitteln zurate, die Waters zur Verwendung mit dem System empfiehlt.

Waters empfiehlt die folgenden Lösungsmittel zur Verwendung mit dem System:

- Acetonitril (ACN)
- Isopropanol (IPA)
- Methanol (MeOH)

Hinweis: Titan korrodiert in wasserfreiem Methanol, was durch Zusatz einer geringen Menge von Wasser (annähernd 3 %) vermieden werden kann. Wenn der Ammoniakgehalt > 10 % liegt, kann eine leichte Korrosion auftreten.

- Wasser

10.4.1.2 Zu vermeidende Lösungsmittel

Ziehen Sie diese Liste mit Lösungsmitteln zurate, um die Verwendung in Ihrem System zu vermeiden.

Vermeiden Sie die folgenden Stoffe:

- Lösungsmittel, die Halogene enthalten:
 - Brom
 - Chlor
 - Fluor
 - Iod
-  **Warnung:** Verunreinigungen durch Peroxide in THF können zu heftigen spontanen Explosionen führen, wenn das THF vollständig oder teilweise verdunstet.

Peroxidbildende Verbindungen, wie z. B. UV-beständige Ether, nicht stabilisiertes THF, Dioxan und Diisopropylether (Wenn Sie Verbindungen verwenden müssen, die Peroxide bilden, müssen Sie diese durch trockenes Aluminiumoxid filtrieren, um die gebildeten Peroxide zu adsorbieren. Lassen Sie diese Verbindungen auf keinen Fall länger als 24 Stunden im System.)

- Lösungen mit hohen Konzentrationen (mehr als 0,1 Gew.-%) an Komplexbildnern wie EDTA.
-  **Hinweis:** Der pH-Standardbetriebsbereich für Ihr System liegt zwischen 1,0 und 13,0. Ein längerer Betrieb des Systems unter pH 1,0 oder über pH 13,0 kann zu erhöhtem Verschleiß der Systemkomponenten führen, die nicht im vorbeugenden Wartungskit enthalten sind, und erfordert häufigere, routinemäßige, vorbeugende Wartung.

Starke Säuren und starke Basen

- Verwenden Sie starke Säuren, sofern sie nicht als Reinigungsmittel verwendet werden, nur in schwacher Konzentration. Vermeiden Sie es, Säuren mit einem pH-Wert von weniger als 1,0 als mobile Phasen zu verwenden.
- Verwenden Sie starke Basen nur in schwacher Konzentration. Die Verwendung von Basen als mobile Phasen vermeiden, wenn deren pH-Wert über 10,0 liegt (oder über pH 12,0, wenn Sie das Kapillarenkit für hohe pH-Werte verwenden.)
- Wenn Sie das Alliance iS Bio HPLC System über einem pH-Wert von 10 betreiben, sollten Sie sicherstellen, dass Sie das optionale Kit für hohe pH-Werte verwenden. Wenden Sie sich für weitere Unterstützung an Waters.

10.4.1.2.1 Materialbeschränkungen für starke Säuren und Basen

Starke Säuren und Basen können sich negativ auf bestimmte Arten von Leitungen, Fittings und Materialien von Komponenten auswirken.

- Polyetheretherketon (PEEK) kann in starken Mineralsäuren wie Salpeter- und Schwefelsäure Schaden nehmen, insbesondere bei Vorhandensein von Halogenen und halogenhaltigen Chemikalien.
- Silika-Kapillaren und ihre Polyamidbeschichtungen beginnen, sich bei einem pH-Wert von 8 und höher abzubauen.
- Edelstahl (SST) kann von bestimmten Säuren unter einem pH-Wert von 2,3 angegriffen werden, insbesondere bei Vorhandensein von Halogenen und halogenhaltigen Chemikalien und starken Mineralsäuren wie Salpeter- und Schwefelsäure. SST kann bei Verwendung mit organischen Säuren in organischen Lösungsmitteln Schaden nehmen.
- Quarzflusszellen haben bei Vorhandensein eines pH-Werts über 12 eine verringerte Lebensdauer.
- In der Nadeldichtung verwendetes Polyamid ist in einem pH-Bereich zwischen 1 und 10 und in den meisten organischen Lösungsmitteln stabil. Es wird bei Vorhandensein konzentrierter Mineralsäuren wie Schwefelsäure und bei Vorhandensein von Eisessig abgebaut. Es wird außerdem bei erhöhten basischen Bedingungen abgebaut, insbesondere bei Vorhandensein von Ammoniak oder Ammoniaksalzen oder Azetaten.
- Um eine optimale Leistung zu erhalten, wird empfohlen, alle relevanten Komponenten regelmäßig zu überprüfen und gegebenenfalls auszutauschen. Wenn Sie das Alliance iS Bio HPLC System über einem pH-Wert von 10 betreiben, sollten Sie zudem sicherstellen, dass Sie das optionale Kit für hohe pH-Werte verwenden. Wenden Sie sich für weitere Unterstützung an Waters.

10.4.1.3 Empfehlungen für Lösungsmittel auf Systemebene

Befolgen Sie bei der Auswahl der Lösungsmittel diese Empfehlungen auf Systemebene von Waters.



Warnung: Um eine Personenkontamination mit biologisch gefährlichen, toxischen oder ätzenden Materialien zu vermeiden, müssen Sie über die Gefahren in Verbindung mit der Handhabung dieser Materialien informiert sein.

Richtlinien zur bestimmungsgemäßen Verwendung und Handhabung dieser Materialien finden Sie in der letzten Ausgabe der Veröffentlichung des National Research Councils *Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Management of Chemical Hazards* (Angemessene Praktiken im Labor: Umgang mit Chemikalien und ihr Management).

Ziehen Sie die Sicherheitsdatenblätter der verwendeten Lösungsmittel zurate, um Verletzungen beim Arbeiten mit Gefahrstoffen zu vermeiden. Wenden Sie sich zusätzlich an den Sicherheitsbeauftragten Ihrer Einrichtung bezüglich der Protokolle zur Handhabung dieser Materialien und befolgen Sie die Gute Laborpraxis.

Um die empfohlenen Reinigungs- und Spülverfahren für das System zu erfahren, wenden Sie sich an Waters.

Siehe auch: Anweisungen zur Reinigung finden Sie im Dokument *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Vermeiden von Kontaminationen in LC-MS-Systemen, 715001307DE) auf der Website von Waters (www.waters.com).

Waters gibt die folgenden allgemeinen Empfehlungen für Ihr System:

-  **Warnung:** Verunreinigungen durch Peroxide in THF können zu heftigen spontanen Explosionen führen, wenn das THF vollständig oder teilweise verdunstet.

Wichtig: Wenn Sie eines der folgenden Lösungsmittel verwenden, müssen Sie ein Hexan/THF-Kompatibilitätskit installieren (siehe [Waters Hexan/THF-Kompatibilitätskit \(Seite 188\)](#)). Bei Verwendung von Hexan oder THF sollte die Verwendung von PEEK-Komponenten auf ein Minimum reduziert werden, indem die PEEK-Kapillaren durch SST- oder MP35N-Kapillaren ersetzt werden.

Sie können die folgenden Lösungsmittel als mobile Phase in Ihrem System verwenden:

- Aceton
- Ethylacetat
- Hexan
- THF

Hinweis: Im Vergleich zu Geräten, die mit typischen Lösungsmitteln für Umkehrphasen betrieben werden, können die Lösungsmittel in der obigen Liste, wie viele, nicht wässrige Lösungsmittel, die Lebensdauer des Systems und der Komponenten verkürzen.

- Bei Verwendung von nicht stabilisiertem THF muss das Lösungsmittel frisch zubereitet werden. Bereits geöffnete Flaschen enthalten Peroxidverunreinigungen, die zu einer Drift der Detektorbasislinie führen.

Wichtig: Methansulfonsäure wird nicht zur Verwendung in diesem System empfohlen.

- Sie können die folgenden Lösungsmittel in schwachen Verdünnungen (weniger als 10 Vol.-%) als Lösungsmittel zur Verdünnung von Proben verwenden:
 - Chloroform
 - Halogenierte Lösungsmittel
 - Methylenchlorid
 - Toluol
- Da sie als Nährboden für Mikrobenkolonien dienen, dürfen wässrige Lösungsmittel nicht in einem abgeschalteten System verbleiben. Mikroben können die Filter und Kapillaren des Systems verstopfen. Setzen Sie mindestens 10 % eines organischen Lösungsmittels wie z. B. ACN oder MeOH zu, um die Vermehrung der Mikroben zu verhindern.

Hinweis: Titan korrodiert in wasserfreiem Methanol, was durch Zusatz einer geringen Menge von Wasser (annähernd 3 %) vermieden werden kann. Wenn der Ammoniakgehalt > 10 % liegt, kann eine leichte Korrosion auftreten. Alternativ können Sie bei der Verwendung eines Alliance iS Bio HPLC System die Titan-Filter entfernen (das System verliert seine erste Schutzbarriere gegen Partikel) oder sie durch Edelstahl-Filter ersetzen, wenn Ihre Analyse nicht durch Biokompatibilitätsaspekte beeinflusst wird.

- Um festzustellen, ob eine bestimmte Methode für die Verwendung mit den Komponenten Ihres Systems geeignet ist, wenden Sie sich an Ihren Kundendienstvertreter von Waters oder den technischen Kundendienst vor Ort.

10.4.1.3.1 Empfehlungen zu Lösungsmitteln für das integrierte Modul des Flüssigkeitssystems (IFM)

Um die Gesamtleistung zu optimieren, ohne den Sample Manager und die Pumpenhardware zu beeinträchtigen, sollten Sie bestimmte Empfehlungen zu Lösungsmitteln befolgen.

Die Einheit des integrierten Moduls des Flüssigkeitssystems (IFM) bezieht sich auf den Bereich im Gehäuse des Alliance iS Systems, in dem sich der Sample Manager und die Pumpe befinden.

Detaillierte Empfehlungen zu den Komponenten des IFM finden Sie unter:

- [Lösungsmittlempfehlungen für den Sample Manager \(Seite 187\)](#)
- [Empfehlungen zu Lösungsmitteln für die Pumpe \(Seite 187\)](#)

10.4.1.3.2 Lösungsmittlempfehlungen für den Sample Manager

Befolgen Sie diese spezifischen Lösungsmittlempfehlungen für den Sample Manager.

- Verwenden Sie als Waschflüssigkeiten für die Nadel keine Puffer. Sie können Säuren oder Basen verwenden.
- Es werden typische organische Lösungsmittel zur Verdünnung von Proben wie z. B. DMF und DMSO empfohlen.

10.4.1.3.3 Empfehlungen zu Lösungsmitteln für die Pumpe

Befolgen Sie diese spezifischen Lösungsmittlempfehlungen für die Pumpe.

- **!** **Hinweis:** Um eine Beschädigung und Verstopfung von Komponenten im Wasch- und Spülflussweg zu vermeiden, empfiehlt Waters, keine schwerflüchtigen Puffer oder Additive als Waschlösungsmittel zu verwenden.

IPA oder organische Lösungsmittel sind wirksame Lösungsmittel für die Kolbenhinterspülung bei Normalphasentrennungen, bei denen mobile Phasen mit intermediärer Polarität (wie z. B. Hexan oder THF) zum Einsatz kommen. Wenn Sie schwerflüchtige Puffer und Salze verwenden, verringern Sie das Intervall des Lösungsmittels für die Kolbenhinterspülung, (siehe [Empfehlungen zu Waschlösungsmitteln \(Seite 191\)](#) für weitere Informationen zur Verwendung schwerflüchtiger Pufferlösungen).

- Die Kolbenhinterspülung darf nie trocken laufen, besonders bei Trennungen, bei denen eine polare mobile Phase verwendet wird.

- Vergewissern Sie sich, dass die mobile Phase in allen im System verwendeten Lösungsmitteln komplett löslich und mit diesen kompatibel ist (siehe [Richtlinien für Waschlösungsmittel \(Seite 190\)](#)).
- Verwenden Sie für RP-Methoden zur Kolbenhinterspülung wässrige Lösungsmittel mit geringem organischen Anteil (zum Beispiel MeOH/Wasser im Verhältnis 1:9).

10.4.1.3.4 Empfehlungen zu Lösungsmitteln für den Detektor

Befolgen Sie diese spezifischen Lösungsmittlempfehlungen für den Detektor.

Soll eine Flusszelle bei Temperaturen unter 5 C transportiert werden, füllen Sie diese mit Alkohol.

10.4.1.4 Andere Lösungsmittel

Diese Liste enthält Lösungsmittel, die Sie in Ihrem System verwenden können, nachdem Sie das Waters Kompatibilitätskit installiert haben.

Hinweis: Ohne das entsprechende Kompatibilitätskit können diese Lösungsmittel die Lebensdauer der Geräte verkürzen. Wenn Sie regelmäßig Lösungsmittel von dieser Liste verwenden, empfiehlt Waters die Installation des für Ihr System geeigneten Hexan/Tetrahydrofuran(THF)-Kompatibilitätskits von Waters.

Siehe: [Waters Hexan/THF-Kompatibilitätskits \(Seite 188\)](#)

- Aceton
- Ethylacetat
- Hexan
- THF

Siehe auch: [Empfehlungen für Lösungsmittel auf Systemebene \(Seite 185\)](#)

Beachten Sie beim Wechseln von Lösungsmitteln deren Polarität. Wenn Sie zwischen polaren und unpolaren Lösungsmitteln wechseln, spülen Sie das System mit mischbaren und kompatiblen Lösungsmitteln wie IPA.

10.4.1.4.1 Waters Hexan/THF-Kompatibilitätskits

In den entsprechenden Systemen kann ein Waters Hexan/THF-Kompatibilitätskit installiert werden.

Die Hexan/THF-Kompatibilitätskits von Waters sind für Anwender gedacht, die ihr System mit bestimmten Lösungsmitteln (siehe [Andere Lösungsmittel \(Seite 188\)](#)) oder Kombinationen dieser Lösungsmittel in hohen Konzentrationen und hohem Druck betreiben müssen.

Hinweis: Die Ersatzteilnummer des Hexan/THF-Kompatibilitätskits für Ihr System erhalten Sie von Waters (siehe [Kontakt mit Waters \(Seite 15\)](#)).

10.4.1.5 Additive/Modifikatoren

Beachten Sie diese Liste mit Additiven und Modifikatoren sowie deren spezifischen Mengen für die Verwendung in Ihrem System.

- Essigsäure, $\leq 0,3$ Vol.-%
- Ammoniumacetat, ≤ 50 mM
- Ammoniumbicarbonat, ≤ 10 mM
- Ammoniumhydroxid ≤ 50 mM
- Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA), $\leq 0,1$ Gew.-%
- Ameisensäure $\leq 0,2$ Vol.-%
-  **Warnung:** Verwenden Sie kein Hexafluoroisopropanol (HFIP) in den Spüllösungsmitteln, um eine Beschädigung der Systemkomponenten und einen Kontakt mit ätzenden Substanzen von gegenüber HFIP empfindlichen Komponenten zu verhindern.

HFIP für Oligonukleotid-Applikationen, wässrige Lösungen von 1 % bis 4 %

- Heptafluorbuttersäure $\leq 0,1$ Vol.-%
- Phosphatpuffer, ≤ 10 mM
- Triethylamin (TEA), $\leq 0,1$ Vol- %
- Trifluoressigsäure (TFA), $\leq 0,1$ Vol- %

10.4.1.6 Lösungsmittel zur Verdünnung der Proben

Beachten Sie diese Liste mit Lösungsmitteln für die Probenverdünnung, die Sie mit Ihrem System verwenden können.

- ACN
- ACN/Wasser-Gemische
- Chloroform
- Dimethylsulfoxid (DMSO)
- Dimethylformamid (DMF)
- IPA
- Isooctan
- MeOH
- MeOH/Wasser-Gemische
- Methylenchlorid
- Wasser

10.4.1.7 Reinigungsmittel

Sie können diese Reinigungsmittel im System verwenden.

Hinweis: Reinigungsmittel erfordern eine kurze Kontaktzeit (weniger als 30 Minuten) zum Spülen der Geräte.

- Ameisensäure ($\leq 30\%$)
- Phosphorsäure ($\leq 30\%$)
- Natriumhydroxid ($\leq 1\text{ M}$)

Siehe auch: Anweisungen zur Reinigung finden Sie im Dokument *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Vermeiden von Kontaminationen in LC-MS-Systemen, 715001307DE) auf der Website von Waters (www.waters.com).

10.4.2 Richtlinien für Waschlösungsmittel

Befolgen Sie diese Richtlinien für Waschlösungsmittel, um die Gefahr einer Verschleppung zu verringern.

Waschlösungsmittel reinigen die Probennadel zwischen Injektionen und entfernen Spuren der vorherigen Probe. In der Regel sind sie stärker als die isokratische mobile Phase einer Applikation und oft so stark wie – oder sogar stärker als – die endgültige mobile Phase für eine Gradiententrennung. Da sie nicht auf die Säule injiziert werden, erfordert die Bestimmung des geeigneten Waschlösungsmittels für alle praktischen Zwecke keine chromatographischen Hinweise.

Beachten Sie bei der Auswahl von Spüllösungsmitteln die folgenden Empfehlungen, um optimale Ergebnisse zu erhalten. Ansonsten besteht die Gefahr von Verschleppungen. Dies bedeutet jedoch nicht, dass andere Lösungsmittelkombinationen nicht verwendet werden dürfen. In diesem Fall muss damit gerechnet werden, dass die Geräteleistung nicht optimal ist und Änderungen der Injektionsparameter vorgenommen werden müssen.

! **Hinweis:** Um eine Beschädigung und Verstopfung von Komponenten im Wasch- und Spülflussweg zu vermeiden, empfiehlt Waters, keine schwerflüchtigen Puffer oder Additive als Waschlösungsmittel zu verwenden.

Siehe auch: [Empfehlung zu Waschlösungsmitteln \(Seite 191\)](#) für weitere Informationen zur Empfehlung von Waters in Bezug auf schwerflüchtige Pufferlösungen.

- **Wichtig:** Waschlösungsmittel müssen sowohl mit der mobilen Phase der Applikation als auch mit den Komponenten der Probe kompatibel und mischbar sein. Sie müssen außerdem in der mobilen Phase und in der Probe vollständig löslich sein und dürfen keine Ausfällungen verursachen.

Verwenden Sie die Waschlösungsmittel je nach chemischer Zusammensetzung der Probe und der mobilen Phase Ihrer Applikation.

- Das Waschlösungsmittel müssen stark genug sein, um die Probe leicht aufzulösen und anschließend in Lösung zu halten.
- Für gepufferte wässrige Umkehrphasen-Chromatographie wird in der Regel ein Waschlösungsmittel mit einer hohen Konzentration an organischem Lösungsmittel verwendet, z. B. 80 bis 100 % ACN oder MeOH, der Rest ist Wasser.

Hinweis: Titan korrodiert in wasserfreiem Methanol, was durch Zusatz einer geringen Menge von Wasser (annähernd 3 %) vermieden werden kann. Wenn der Ammoniakgehalt > 10 % liegt, kann eine leichte Korrosion auftreten. Alternativ können Sie bei der Verwendung eines Alliance iS Bio HPLC System die Titan-Filter entfernen (das System verliert seine erste Schutzbarriere gegen Partikel) oder sie durch Edelstahl-Filter ersetzen, wenn Ihre Analyse nicht durch Biokompatibilitätsaspekte beeinflusst wird.

10.4.2.1 Empfehlungen zu Waschlösungsmitteln

Um den Systemzustand und die Gesamtleistung aufrechtzuerhalten, befolgen Sie diese Empfehlung zu Waschlösungsmitteln.

Die Verwendung schwerflüchtiger (festes Salz) Pufferlösungen in Waschlösungsmitteln ist nur in begrenzten Konzentrationen gestattet. Im Allgemeinen wird dies jedoch nicht empfohlen.

Feste Pufferlösungen auf Salzbasis können austrocknen und einen Salzurückstand hinterlassen, welcher die Oberflächen der Dichtungen zerkratzen, die Kapillare verstopfen und die Waschpumpe beschädigen kann. Manche Applikationen regeln den pH-Wert, um die Löslichkeit der Probe zu unterstützen, wodurch eine bessere Peakform und schmalere Peaks bei der Elution erreicht werden. Eine bessere Löslichkeit der Probe in der mobilen Phase führt außerdem dazu, dass die Probenkomponenten weniger an den Oberflächen haften, wie beispielsweise an der stationären Phase oder der Nadel. Berücksichtigen Sie dies bei der Auswahl der Zusammensetzung des Waschlösungsmittels, wenn die pH-Kontrolle für die Trennleistung wichtig ist. Wenn beispielsweise eine Säure (geringer pH-Wert) benötigt wird, um die Proben während der Trennung in Lösung zu halten, ist sie vermutlich eine wichtige Komponente des Waschlösungsmittels, um die an der Nadeloberfläche haftenden Proben zu lösen und die Spülstation zu reinigen.

! **Achtung:** Wenn Sie das Alliance iS Bio HPLC System über einem pH-Wert von 10 betreiben, sollten Sie sicherstellen, dass Sie das optionale Kit für hohe pH-Werte verwenden. Wenden Sie sich für weitere Unterstützung an Waters.

10.4.2.2 Optionale Verwendungen für Waschlösungsmittel

Sie haben die Möglichkeit, Waschlösungsmittel für diese zusätzlichen Zwecke zu verwenden.

- Standardmäßig spült das System das Äußere der Probenadel nach einer Injektion. Sie können jedoch auch Waschlösungsmittel in einem optionalen Verfahren verwenden, das das Äußere der Nadel vor oder nach einer Injektion reinigt.

Siehe auch: Spülsystem (Seite 51) für eine weitere Beschreibung des standardmäßigen Vorgangs der Nadelreinigung.

- Um einen ordnungsgemäßen Fluss durch den Abfallschlauch und den ordnungsgemäßen Betrieb des Waschsystems sicherzustellen, können Sie das Waschsystem mit Waschlösungsmitteln einspülen.

10.5 Eigenschaften gebräuchlicher Lösungsmittel

In der folgenden Tabelle sind die Eigenschaften einiger gebräuchlicher chromatographischer Lösungsmittel aufgeführt.

Tabelle 10–1: Eigenschaften der wichtigsten Lösungsmittel

Lösungsmittel	Dampfdruck mm Hg (Torr)	Siedepunkt (°C)	Flammpunkt (°C)
ACN	88,8 bei 25 °C	81,6	6
Aceton	184,5 bei 20 °C	56,29	-20
<i>n</i> -Butylacetat	7,8 bei 20 °C	126,11	22
<i>n</i> -Butylalkohol	4,4 bei 20 °C	117,5	37
<i>n</i> -Butylchlorid	80,1 bei 20 °C	78,44	-9
Chlorbenzol	8,8 bei 20 °C	131,69	28
Chloroform	158,4 bei 20 °C	61,15	k. A.
Cyclohexan	77,5 bei 20 °C	80,72	-20
Cyclopentan	400 bei 20 °C	49,26	-7
Dimethylacetamid (DMA)	1,3 bei 25 °C	166,1	70
DMF	2,7 bei 20 °C	153,0	58
DMSO	0,6 bei 25 °C	189,0	88
<i>o</i> -Dichlorbenzol	1,2 bei 20 °C	180,48	66
Dichlormethan	350 bei 20 °C	39,75	k. A.
1,4-Dioxan	29 bei 20 °C	101,32	12
Ethylacetat	73 bei 20 °C	77,11	-4
Ethylalkohol	43,9 bei 20 °C	78,32	15
Ethylether	442 bei 20 °C	34,55	-45
Ethylendichlorid	83,35 bei 20 °C	83,48	13
Heptan	35,5 bei 20 °C	98,43	-4
Hexan	124 bei 20 °C	68,7	-22
IPA	32,4 bei 20 °C	82,26	12
Isooctan	41 bei 20 °C	99,24	-12
Isobutylalkohol	8,8 bei 20 °C	107,7	28
Isopropylmyristat	< 1 bei 20 °C	182,6	164
MeOH	97 bei 20 °C	64,7	11
Methyl <i>t</i> -butylether	240 bei 20 °C	55,2	-28

Tabelle 10–1: Eigenschaften der wichtigsten Lösungsmittel (Fortsetzung)

Lösungsmittel	Dampfdruck mm Hg (Torr)	Siedepunkt (°C)	Flammpunkt (°C)
Methylethylketon	74 bei 20 °C	79,64	-9
Methylisobutylketon	16 bei 20 °C	117,4	18
<i>N</i> -Methylpyrrolidon	0,33 bei 25 °C	202,0	86
Pentan	420 bei 20 °C	36,07	-49
<i>n</i> -Propylalkohol	15 bei 20 °C	97,2	23
Propylencarbonat	k. A.	241,7	135
Pyridin	18 bei 25 °C	115,25	20
TEA	57 bei 25 °C	89,5	-9
TFA	97,5 bei 20 °C	71,8	-3
THF	142 bei 20 °C	66,0	-14
Toluol	28,5 bei 20 °C	110,62	4
1,2,4-Trichlorbenzol	1 bei 20 °C	213,5	106
Wasser	17,54 bei 20 °C	100,0	k. A.
<i>o</i> -Xylol	6 bei 20 °C	144,41	17

10.6 Mischbarkeit von Lösungsmitteln

Beachten Sie vor dem Wechseln von Lösungsmitteln die nachfolgende Tabelle mit Angaben zur Mischbarkeit von Lösungsmitteln.

Beachten Sie folgende Auswirkungen und Hinweise:

- Die Mischbarkeit der Lösungsmittel ist temperaturabhängig. Wenn Sie eine Applikation mit hoher Temperatur durchführen, beachten Sie die Auswirkung der höheren Temperatur auf die Löslichkeit der Lösungsmittel.
- In Wasser gelöste Puffer können ausfallen, wenn sie mit organischen Lösungsmitteln gemischt werden.
- Wechsel, die zwei mischbare Lösungsmittel betreffen, können direkt durchgeführt werden. Für den Austausch zweier nicht völlig mischbarer Lösungsmittel (z. B. Chloroform mit Wasser) ist ein intermediäres Lösungsmittel (wie z. B. *n*-Propanol) erforderlich.
- Wenn Sie von einem starken Puffer zu einem organischen Lösungsmittel wechseln, spülen Sie den Puffer mit destilliertem Wasser aus dem System, bevor Sie das organische Lösungsmittel hinzufügen.

Hinweis: Die λ -Grenzwellenlänge ist die Wellenlänge, bei der die Absorption des Lösungsmittels 1 AU entspricht.

Tabelle 10–2: Mischbarkeit von Lösungsmitteln

Lösungs- mittel	Polaritätsindex	Viskosität cP, 20 °C (bei 1 atm)	Siedepunkt °C (bei 1 atm)	Mischbar- keitszahl (M)	λ -Grenzwellenlänge (nm)
ACN	6,2	0,37	81,6	11, 17	190
Essigsäure	6,2	1,26	117,9	14	k. A.
Aceton	5,4	0,32	56,3	15, 17	330
Benzylalkohol	5,5	5,80	205,5	13	k. A.
DMF	6,4	0,90	153,0	12	k. A.
DMSO	6,5	2,24	189,0	9	k. A.
Ethanol	5,2	1,20	78,3	14	210
<i>n</i> -Hexan	0,0	0,313	68,7	29	k. A.
MeOH	6,6	0,60	64,7	12	210
Methoxyethanol	5,7	1,72	124,6	13	k. A.
1-Propanol	4,3	2,30	97,2	15	210
2-Propanol	4,3	2,35	117,7	15	k. A.
THF	4,2	0,55	66,0	17	220
Triethylamin	1,8	0,38	89,5	26	k. A.
Wasser	9,0	1,00	100,0	k. A.	k. A.

10.6.1 Verwenden der Mischbarkeitszahlen

Verwenden Sie Mischbarkeitszahlen, um die Mischbarkeit einer Flüssigkeit mit einem Standard-Lösungsmittel vorauszubestimmen.

Um die Mischbarkeit von zwei Flüssigkeiten vorherzusagen, subtrahieren Sie die kleinere M-Zahl von der größeren M-Zahl:

- Wenn die Differenz der beiden Zahlen 15 oder weniger beträgt, sind die beiden Lösungsmittel in jedem Verhältnis bei 15 °C mischbar.
- Eine Differenz von 16 weist auf eine kritische Lösungstemperatur von 25 °C bis 75 °C hin, wobei die optimale Temperatur 50 °C beträgt.
- Wenn die Differenz 17 oder mehr beträgt, dann sind die Lösungen nicht mischbar oder die kritische Lösungstemperatur liegt über 75 °C.

Einige Lösungsmittel sind mit Lösungsmitteln am Anfang und am Ende der lipophilen Skala nicht mischbar. Diese Lösungen erhalten eine doppelte M-Zahl:

- Die erste Zahl ist immer niedriger als 16 und zeigt den Grad der Mischbarkeit mit hoch lipophilen Lösungsmitteln an.
- Die zweite Zahl bezieht sich auf das entgegengesetzte Ende der Skala. Eine große Differenz zwischen diesen beiden Zahlen weist auf einen begrenzten Mischbarkeitsbereich hin.

Zum Beispiel sind einige Fluorkohlenwasserstoffe nicht mischbar mit allen Standardlösungsmitteln und haben M-Nummern von 0 und 32. Zwei Flüssigkeiten mit zweifachen M-Zahlen sind normalerweise miteinander mischbar.

Eine Flüssigkeit wird mit M-Zahlen klassifiziert, indem die Mischbarkeit mit einer Reihe an Standardlösungen getestet wird. Ein Korrekturterm von 15 Einheiten wird dann entweder zum Grenzwert der Mischbarkeit addiert oder davon subtrahiert.

10.7 Stabilisatoren für Lösungsmittel

Es werden Stabilisatoren für Lösungsmittel hinzugefügt, um den Zerfall zu verlangsamen oder zu stoppen.



Warnung: Manche Lösungsmittel zerfallen oder werden im Laufe der Zeit instabil. Hoch instabile Lösungsmittel stellen eine potentielle Explosionsgefahr dar.



Hinweis: Lösungsmittel, die Stabilisatoren enthalten, wie z. B. THF mit Butylhydroxytoluol (BHT), sollten niemals in den Flüssigkeitswegen des Systems verbleiben und dort austrocknen. Ein Flüssigkeitsweg mit eingetrockneten Lösungsmittelresten, einschließlich der Detektorflussszelle, würde mit Rückständen des Stabilisators verunreinigt werden, und eine gründliche Reinigung wäre erforderlich, um den ursprünglichen Reinheitszustand wiederherzustellen.

10.8 Lösungsmittelviskosität

Bei der Gradientenchromatographie können die auftretenden Viskositätsänderungen bei der Mischung der Lösungsmittel in verschiedenen Verhältnissen jedoch zu Druckänderungen während des Laufs führen.

Auch wenn die Viskosität bei Verwendung eines einzigen Lösungsmittels oder bei niedrigem Druck im Allgemeinen keine Rolle spielt, sollten Sie den Druck während des Laufs überwachen, wenn Sie nicht wissen, in welchem Umfang Druckänderungen die Analyse beeinflussen.

10.9 Auswahl der Wellenlänge

In diesen Tabellen finden Sie Grenzwellenlängen für gebräuchliche Lösungsmittel und gemischte mobile Phasen.

- Grenzwellenlängen für gebräuchliche Lösungsmittel (Seite 196)
- Grenzwellenlängen gemischter mobiler Phasen (Seite 196)

10.9.1 Grenzwellenlängen für gebräuchliche Lösungsmittel

In dieser Tabelle finden Sie die Grenzwellenlängen für gebräuchliche Lösungsmittel.

Hinweise:

- Die λ -/UV-Grenzwellenlänge ist die Wellenlänge, bei der die Absorption des Lösungsmittels 1 AU entspricht.
- Der Betrieb bei einer Wellenlänge nahe am oder unter dem Grenzwert erhöht das Rauschen aufgrund der Absorption des Lösungsmittels.

Tabelle 10–3: Grenzwellenlängen für gebräuchliche Lösungsmittel

Lösungsmittel	λ -Grenzwellenlänge (nm)
ACN	190
Aceton	330
Diethylamin	275
Ethanol	210
IPA	205
Isopropylether	220
MeOH	205
<i>n</i> -Propanol	210
THF	230

10.9.2 Grenzwellenlängen gemischter mobiler Phasen

Diese Tabelle können Sie für die ungefähren Grenzwellenlängen für Lösungsmittel, Puffer, Detergenzien und mobile Phasen verwenden.

Aufgeführt sind die gebräuchlichsten Konzentrationen der Lösungsmittel. Wenn Sie eine andere Konzentration verwenden möchten, können Sie den ungefähren Absorptionswert anhand des Beer'schen Gesetzes ermitteln, da die Absorption proportional zur Konzentration ist.

Hinweise:

- Die λ -/UV-Grenzwellenlänge ist die Wellenlänge, bei der die Absorption des Lösungsmittels 1 AU entspricht.
- Der Betrieb bei einer Wellenlänge nahe am oder unter dem Grenzwert erhöht das Rauschen aufgrund der Absorption des Lösungsmittels.

Tabelle 10–4: Grenzwellenlängen verschiedener mobiler Phasen

Mobile Phase	λ-Grenzwellenlänge (nm)
Essigsäure, 1 %	230
Ammoniumacetat, 10 mM	205
Ammoniumbicarbonat, 10 mM	190
3-[(3-Cholamidopropyl)-dimethylammonio]-1-propansulfonat) (CHAPS) 0,1 %	215
Diammoniumphosphat, 50 mM	205
Dinatrium-EDTA, 1 mM	190
4-(2-Hydroxyethyl)-1-piperazin-ethansulfonsäure (HEPES), 10 mM, pH 7,6	225
Salzsäure, 0,1 %	190
2-(N-Morpholino)-ethansulfonsäure (MES), 10 mM, pH 6,0	215
4-Octylphenolpolyethoxylat (Triton X-100), 0,1 %	240
Polyoxyethylen (35) Laurylether (Brij 35), 0,1 %	190
Kaliumphosphat, zweibasisch, 10 mM	190
Kaliumphosphat, einbasisch, 10 mM	190
Natriumacetat, 10 mM	205
Natriumchlorid, 1 M	207
Natriumcitrat, 10 mM	225
Natriumdodecylsulfat, 0,1 %	190
Natriumformiat, 10 mM	200
Triethylamin, 1 %	235
Trifluoressigsäure, 0,1 %	190
Tris(hydroxymethyl)-aminomethan-hydrochlorid (Tris HCl), 20 mM, pH 7,0	202
Tris HCl, 20 mM, pH 8,0	212
Waters PIC Reagenz A, 1 Vial/Liter	200
Waters PIC Reagenz B-6, 1 Vial/Liter	225
Waters PIC Reagenz B-6, low UV, 1 Vial/Liter	190
Waters PIC Reagenz D-4, 1 Vial/Liter	190

10.9.2.1 Absorption der mobilen Phase

In dieser Tabelle finden Sie die Absorptionswerte bei verschiedenen Wellenlängen für die gängigen mobilen Phasen.

Wählen Sie die mobile Phase sorgfältig aus, um das Basislinienrauschen zu reduzieren.

Die für Ihre Applikation optimale mobile Phase sollte bei den ausgewählten Detektionswellenlängen keine Absorption zeigen. Damit stellen Sie sicher, dass die Absorption vollständig auf die Probe zurückgeführt werden kann. Eine Absorption der mobilen Phase reduziert außerdem den linearen dynamischen Bereich des Detektors um genau die Absorption, die über die Autozero-Funktion bei der Durchführung des automatischen Nullabgleichs korrigiert wird. Die Absorption der mobilen Phase wird von der Wellenlänge, dem pH-Wert und der Konzentration der mobilen Phase beeinflusst. In der nachstehenden Tabelle sind Beispiele für mehrere mobile Phasen aufgeführt, bei denen die Absorption auf einer 10-mm-Pfadlänge basiert.

Hinweis: Beim Arbeiten mit Normalphasen-Lösungsmitteln installieren Sie das für Ihr System geeignete Waters Hexan/THF-Umwandlungskit (siehe [Waters Hexan/THF-Kompatibilitätskits \(Seite 188\)](#)).

! **Achtung:** Wenn Sie das Alliance iS Bio HPLC System über einem pH-Wert von 10 betreiben, sollten Sie sicherstellen, dass Sie das optionale Kit für hohe pH-Werte verwenden. Wenden Sie sich für weitere Unterstützung an Waters.

Tabelle 10–5: Gegen Luft oder Wasser gemessene Absorption der mobilen Phase

Mobile Phase	Absorption (AU) bei einer bestimmten Wellenlänge (nm)									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
Lösungsmittel										
ACN	0,05	0,03	0,02	0,01	0,01	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.
IPA	1,80	0,68	0,34	0,24	0,19	0,08	0,04	0,03	0,02	0,02
MeOH (entgast)	1,91	0,76	0,35	0,21	0,15	0,06	0,02	< 0,01	k. A.	k. A.
MeOH (nicht entgast)	2,06	1,00	0,53	0,37	0,24	0,11	0,05	0,02	< 0,01	k. A.
Nicht stabilisiertes THF (frisch)	2,44	2,57	2,31	1,80	1,54	0,94	0,42	0,21	0,09	0,05
Nicht stabilisiertes THF (alt)	> 2,5	> 2,5	> 2,5	> 2,5	> 2,5	> 2,5	> 2,5	> 2,5	2,5	1,45
Säuren und Basen										
Essigsäure, 1 %	2,61	2,63	2,61	2,43	2,17	0,87	0,14	0,01	< 0,01	k. A.

Tabelle 10–5: Gegen Luft oder Wasser gemessene Absorption der mobilen Phase (Fortsetzung)

Mobile Phase	Absorption (AU) bei einer bestimmten Wellenlänge (nm)									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
Diammoniumphosphat, 50 mM	1,85	0,67	0,15	0,02	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.
Dinatrium-EDTA, 1 mM	0,11	0,07	0,06	0,04	0,03	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02
Salzsäure, 0,1 %	0,11	0,02	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.				
Phosphorsäure, 0,1 %	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.						
Triethylamin, 1 %	2,33	2,42	2,50	2,45	2,37	1,96	0,50	0,12	0,04	< 0,01
Trifluoressigsäure, 0,1 %	1,20	0,78	0,54	0,34	0,22	0,06	< 0,02	< 0,01	k. A.	k. A.
Puffer und Salze										
Ammoniumacetat, 10 mM	1,88	0,94	0,53	0,29	0,15	0,02	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.
Ammoniumbicarbonat, 10 mM	0,41	0,10	0,01	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.
HEPES, 10 mM, pH 7,6	2,45	2,50	2,37	2,08	1,50	0,29	0,03	< 0,01	k. A.	k. A.
MES, 10 mM, pH 6,0	2,42	2,38	1,89	0,90	0,45	0,06	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.
Kaliumphosphat, zweibasisch, (K ₂ HPO ₄), 10 mM	0,53	0,16	0,05	0,01	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.
Kaliumphosphat, einbasisch (KH ₂ PO ₄), 10 mM	0,03	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.					
Natriumacetat, 10 mM	1,85	0,96	0,52	0,30	0,15	0,03	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.
Natriumchlorid, 1 M	2,00	1,67	0,40	0,10	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.
Natriumcitrat, 10 mM	2,48	2,84	2,31	2,02	1,49	0,54	0,12	0,03	0,02	0,01
Natriumformiat, 10 mM	1,00	0,73	0,53	0,33	0,20	0,03	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.
Natriumphosphat, 100 mM, pH 6,8	1,99	0,75	0,19	0,06	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01	< 0,01
Tris HCl, 20 mM, pH 7,0	1,40	0,77	0,28	0,10	0,04	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.
Tris HCl, 20 mM, pH 8,0	1,80	1,90	1,11	0,43	0,13	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.
Tenside										

Tabelle 10–5: Gegen Luft oder Wasser gemessene Absorption der mobilen Phase (Fortsetzung)

Mobile Phase	Absorption (AU) bei einer bestimmten Wellenlänge (nm)									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
Brij 35, 1 %	0,06	0,03	0,02	0,02	0,02	0,01	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.
CHAPS, 0,1 %	2,40	2,32	1,48	0,80	0,40	0,08	0,04	0,02	0,02	0,01
Polyoxyethylensorbitanmonolaurat (Tween 20), 0,1 %	0,21	0,14	0,11	0,10	0,09	0,06	0,05	0,04	0,04	0,03
Natriumdodecylsulfat (SDS), 0,1 %	0,02	0,01	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.
Triton X-100, 0,1 %	2,48	2,50	2,43	2,42	2,37	2,37	0,50	0,25	0,67	1,42
Waters PIC-Reagenzien										
PIC A, 1 Vial/L	0,67	0,29	0,13	0,05	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	< 0,01
PIC B6, 1 Vial/Liter	2,46	2,50	2,42	2,25	1,83	0,63	0,07	< 0,01	k. A.	k. A.
PIC B6, low UV, 1 Vial/L	0,01	< 0,01	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.	k. A.
PIC D4, 1 Vial/L	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01

11 Technische Daten

Alle technischen Daten Ihres Systems (Betriebsdaten) und seiner Module (Leistungsdaten) finden Sie unter *Alliance iS HPLC System Specification Sheet* (Technisches Datenblatt für das Alliance iS HPLC System, 720007867EN) oder unter *Alliance iS Bio HPLC System Specification Sheet* (Alliance iS Bio HPLC System Technisches Datenblatt, 720008262EN) auf der Website von Waters (www.waters.com). Die Reproduzierbarkeit der Spezifikationen hängt von den Bedingungen in den einzelnen Laboren ab.

Weitere Informationen zu den technischen Daten Ihres Systems finden Sie unter *Alliance iS HPLC Systems Site Preparation Guide* (Alliance iS HPLC Systems Anforderungen an den Aufstellort, 715008415DE) und auf der Website von Waters oder wenden Sie sich direkt an Waters (siehe [Kontakt mit Waters \(Seite 15\)](#)).