



Seplatec SFC-660

Bedienungsanleitung



Impressum

Produktidentifikation:
Bedienungsanleitung (Original) Sepiatec SFC-660
11594459

Publikationsdatum: 01.2023

Version A

BÜCHI Labortechnik AG
Meierseggstrasse 40
Postfach
CH-9230 Flawil 1

E-Mail: quality@buchi.com

BÜCHI behält sich das Recht vor, diese Anleitung auf Grund künftiger Erfahrungen nach Bedarf zu ändern. Dies gilt insbesondere für Aufbau, Abbildungen und technische Details.

Diese Bedienungsanleitung ist urheberrechtlich geschützt. Darin enthaltene Informationen dürfen nicht reproduziert, vertrieben oder für Wettbewerbszwecke verwendet oder Drittparteien zur Verfügung gestellt werden. Es ist ebenfalls untersagt, mit Hilfe dieser Anleitung irgendeine Komponente ohne vorherige schriftliche Zustimmung herzustellen.

Inhaltsverzeichnis

1	Zu diesem Dokument	6
1.1	Auszeichnungen und Symbole	6
1.2	Warenzeichen.....	6
1.3	Verbundene Geräte	6
2	Sicherheit	7
2.1	Vorgesehene Verwendung	7
2.2	Nicht bestimmungsgemässe Verwendung	7
2.3	Personalqualifikation	7
2.4	Persönliche Schutzausrüstung	8
2.5	Warnhinweise in diesem Dokument	8
2.6	Warnsymbole.....	8
2.7	Restrisiken	9
2.7.1	Störungen im Betrieb	9
2.7.2	Heisse Oberflächen	9
2.7.3	Gefährliche Dämpfe.....	9
2.7.4	Gefährliche Partikel	9
2.7.5	Glasbruch	9
2.7.6	Störung eines angeschlossenen Geräts (Option).....	10
2.7.7	Malware-Infektion aufgrund von Verbindungen mit anderen Geräten oder einem Netzwerk.....	10
2.8	Modifikationen	10
2.9	Warnschilder.....	10
3	Produktbeschreibung	13
3.1	Funktionsbeschreibung	13
3.1.1	Einspritzverfahren.....	15
3.2	Aufbau	16
3.2.1	Frontansicht.....	16
3.2.2	Elektrische und elektronische Anschlüsse	18
3.2.3	CO ₂ - und Kühlmittelanschlüsse	20
3.2.4	Abluftanschlüsse	20
3.3	Lieferumfang.....	21
3.4	Technische Daten.....	21
3.4.1	Sepiatec SFC-660	21
3.4.2	Umgebungsbedingungen	22
3.4.3	Lösungsmittel	22
3.4.4	Detektoren	23
3.4.5	Pumpen	23
3.4.6	Umlaufkühler	24
4	Transport und Lagerung.....	25
4.1	Transport	25
4.2	Lagerung	25
4.3	Instrument heben.....	25

5	Inbetriebnahme	26
5.1	Standort	26
5.2	Vor der Installation	28
5.3	Elektrische Verbindungen herstellen	28
6	Software	29
6.1	Einleitung	29
6.1.1	Starten der Software	29
6.1.2	Eingaben von Werten	29
6.1.3	Beenden der Software	30
6.2	Layout	30
6.3	Registerkarte MANUAL	32
6.3.1	Spülen der Röhren und Spritze	33
6.3.2	Starten der Pumpe	33
6.3.3	Festlegen des Detektorsignals auf null	34
6.3.4	Ändern des CO ₂ -Recyclingmoduls	34
6.4	Registerkarte PARAMETER	35
6.4.1	Einstellen neuer Methoden	36
6.4.2	Einstellen des Gradientenmodus	37
6.4.3	Laden gespeicherter Methoden	38
6.4.4	Bearbeiten gespeicherter Methoden	38
6.5	Registerkarte COLLECTION	39
6.5.1	Einstellen der Spitzenkontrolle	43
6.5.2	Einstellen der Stapelinspritzung	43
6.6	Registerkarte SYSTEM	44
6.6.1	Kontrolle des Gegendrucks	45
6.6.2	Steuerung des CO ₂ -Ventils	45
6.6.3	Steuerung der Spülpumpe	46
6.7	Registerkarte RUN METHOD	47
6.7.1	Vor dem Starten eines Laufs	48
6.8	Änderungen während eines Laufs	49
6.8.1	Ändern der Anz. an Einspritzungen	49
6.8.2	Ändern von Einspritz- und Laufzeitparametern	50
6.8.3	Ändern des Fraktionsparameters	51
6.9	CO ₂ -Recyclingmodul	52
7	Bedienung	56
7.1	Systemstart	56
7.2	Positionieren der Probe	56
7.3	CO ₂ -Abluftsteuerung (Auffangflasche)	57
7.4	Positionieren der Fraktionierungsflaschen	57
7.5	Methodenauswahl	58
7.6	Starten eines Laufs	58
7.7	Beenden eines Laufs	59
7.8	Herunterfahren des Systems	60
7.9	Verwenden des Notausschalters	60
7.10	Überwachen der Systemfunktionalität	60

8	Reinigung und Wartung	61
8.1	Reinigen der UV-Detektor-Durchflusszelle.....	61
8.2	Entfernen der UV-Detektor-Durchflusszelle	61
8.3	Gegendruckregelventil.....	62
8.4	Fraktionierungsventil	62
8.5	Gas-Flüssigkeits-Trenner (GLS).....	62
9	Hilfe bei Störungen	64
9.1	Fehlersuche und -behebung.....	64
10	Ausserbetriebnahme und Entsorgung	66
10.1	Stilllegung	66
10.2	Entsorgung	66
10.3	Rücksendung des Instrument.....	66
11	Anhang	67
11.1	Ersatzteile und Zubehör	67

1 Zu diesem Dokument

Diese Bedienungsanleitung gilt für alle Varianten des Geräts.

Lesen Sie diese Bedienungsanleitung, bevor Sie das Gerät bedienen, und befolgen Sie die Anweisungen für einen sicheren und problemlosen Betrieb.

Bewahren Sie diese Bedienungsanleitung für die spätere Nutzung auf und geben Sie es nachfolgenden Nutzern oder Besitzern weiter.

BÜCHI Labortechnik AG übernimmt keine Haftung für Schäden, Fehler und

Störungen, die aufgrund der Missachtung dieser Bedienungsanleitung auftreten.

Wenn Sie nach dem Lesen dieser Bedienungsanleitung Fragen haben, kontaktieren Sie bitte:

► BÜCHI Labortechnik AG Kundendienst.

<https://www.buchi.com/contact>

1.1 Auszeichnungen und Symbole



HINWEIS

Dieses Symbol weist auf nützliche und wichtige Informationen hin.

☑ Dieses Zeichen weist auf eine Voraussetzung hin, die vor dem Ausführen der nachfolgenden Handlungsanweisung erfüllt sein muss.

► Dieses Zeichen markiert eine Handlungsanweisung, die vom Benutzer ausgeführt werden muss.

⇒ Dieses Zeichen markiert das Ergebnis einer richtig ausgeführten Handlungsanweisung.

Auszeichnung	Erklärung
<i>Fenster</i>	Software Fenster sind so ausgezeichnet.
<i>Registerkarten</i>	Registerkarten sind so ausgezeichnet.
<i>Dialoge</i>	Dialoge sind so ausgezeichnet.
<i>[Schaltflächen]</i>	Schaltflächen sind so markiert.
<i>[Feldnamen]</i>	Feldnamen sind so markiert.
<i>[Menüs / Menüpunkte]</i>	Menüs oder Menüpunkte sind so markiert.
Statusanzeigen	Statusanzeigen sind so markiert.
Meldungen	Meldungen sind so markiert.

1.2 Warenzeichen

In diesem Dokument verwendete Produktnamen und eingetragene oder nicht eingetragene Marken werden lediglich zu Informationszwecken verwendet und verbleiben in jedem Fall Eigentum der jeweiligen Besitzer.

1.3 Verbundene Geräte

Neben dieser Bedienungsanleitung bitte die Anweisungen und Spezifikationen in der Dokumentation für die verbundenen Geräte befolgen.

2 Sicherheit

2.1 Vorgesehene Verwendung

Das Gerät wurde für die superkritische Flüssigkeitschromatographie entwickelt. Das Gerät kann in Laboratorien für folgende Aufgaben verwendet werden:

- Aufreinigung
- Trennung einer oder mehrerer Verbindungen aus einer Mischung

2.2 Nicht bestimmungsgemässe Verwendung

Als «nicht bestimmungsgemässe Verwendung» gilt jede Verwendung, die nicht den Ausführungen unter Kapitel 2.1 "Vorgesehene Verwendung", Seite 7 entspricht sowie jegliche Anwendung, die nicht den technischen Spezifikationen entspricht (siehe Technische Daten). Insbesondere die folgenden Anwendungen sind nicht zulässig:

- Die Verwendung des Geräts in Bereichen, die explosionsgeschützte Apparaturen erfordern.
- Verwendung des Geräts mit Lösungsmitteln, die Peroxide enthalten.

2.3 Personalqualifikation

Nicht qualifizierte Personen sind nicht in der Lage, Risiken zu erkennen und sind daher grösseren Gefahren ausgesetzt.

Das Gerät darf nur von entsprechend qualifiziertem Laborpersonal bedient werden. Diese Bedienungsanleitung richtet sich an folgende Zielgruppen:

Benutzer

Benutzer sind Personen, die die folgenden Kriterien erfüllen:

- Sie wurden in der Anwendung des Geräts unterwiesen.
- Sie kennen den Inhalt dieser Bedienungsanleitung und die geltenden Sicherheitsvorschriften und wenden diese an.
- Sie sind aufgrund ihrer Ausbildung oder Berufserfahrung in der Lage, die mit der Verwendung des Geräts verbundenen Risiken zu beurteilen.

Bediener

Der Bediener (im Allgemeinen der Laborleiter) ist für die folgenden Aspekte verantwortlich:

- Das Gerät muss ordnungsgemäss installiert, in Betrieb genommen, betrieben und gewartet werden.
- Mit der Durchführung der in dieser Bedienungsanleitung beschriebenen Arbeiten darf nur entsprechend qualifiziertes Personal beauftragt werden.
- Das Personal muss die vor Ort geltenden Anforderungen und Vorschriften für sicheres und gefahrenbewusstes Arbeiten einhalten.
- Sicherheitsrelevante Vorfälle, die bei der Verwendung des Geräts auftreten, sollten dem Hersteller gemeldet werden (quality@buchi.com).

BÜCHI-Servicetechniker

Von BÜCHI autorisierte Servicetechniker haben spezielle Schulungen absolviert und sind von der BÜCHI Labortechnik AG autorisiert, spezielle Wartungs- und Reparaturmassnahmen durchzuführen.

2.4 Persönliche Schutzausrüstung

Je nach Anwendung können Gefahren durch Hitze und aggressive Chemikalien entstehen.

- ▶ Immer entsprechende Schutzausrüstung wie Schutzbrille, Schutzkleidung und Handschuhe tragen.
- ▶ Sicherstellen, dass die Schutzausrüstung den Anforderungen der Sicherheitsdatenblätter aller verwendeten Chemikalien entspricht.

2.5 Warnhinweise in diesem Dokument

Warnhinweise warnen Sie vor Gefahren, die beim Umgang mit dem Gerät auftreten können. Es gibt vier Gefahrenstufen, die jeweils durch das verwendete Signalwort gekennzeichnet sind.

Signalwort	Bedeutung
GEFAHR	Verweist auf eine gefährliche Situation, die zu schweren Verletzungen oder zum Tod führt, wenn sie nicht vermieden wird.
WARNUNG	Verweist auf eine gefährliche Situation, die möglicherweise zu schweren Verletzungen oder zum Tod führt, wenn sie nicht vermieden wird.
VORSICHT	Verweist auf eine gefährliche Situation, die zu leichten oder mittelschweren Verletzungen führen kann, wenn sie nicht vermieden wird.
HINWEIS	Verweist auf eine gefährliche Situation, die zu möglichen Sachschäden führen kann.

2.6 Warnsymbole

Die folgenden Warnsymbole erscheinen in dieser Bedienungsanleitung oder am Gerät.

Symbol	Bedeutung
	Allgemeine Warnung
	Geräteschäden
	Warnung vor elektrischer Spannung
	Heisse Oberfläche

2.7 Restrisiken

Das Gerät wurde nach dem neuesten Stand der Technik entwickelt und hergestellt. Dennoch können bei unsachgemässer Handhabung des Gerätes Gefahren für Personen, Sachen oder die Umwelt entstehen.

Entsprechende Warnmeldungen in dieser Bedienungsanleitung dienen dazu, den Benutzer auf diese Restgefahren hinweisen.

2.7.1 Störungen im Betrieb

Bei beschädigten Geräten können scharfe Kanten, Glassplitter, bewegliche Teile oder frei liegende elektrische Leiter Verletzungen verursachen.

- ▶ Geräte regelmässig auf sichtbare Beschädigungen untersuchen.
- ▶ Im Störfall das Gerät sofort ausschalten, das Stromkabel abziehen und den Bediener verständigen.
- ▶ Beschädigte Geräte nicht mehr verwenden.

2.7.2 Heisse Oberflächen

Der Bereich des Säulenofens und die Heizelemente des Geräts können heiss werden. Bei Kontakt mit ihnen kann es zu Hautverbrennungen kommen.

- ▶ Heisse Oberflächen nicht berühren bzw. geeignete Schutzhandschuhe tragen.

2.7.3 Gefährliche Dämpfe

Bei der Verwendung des Geräts können gefährliche Dämpfe entstehen, die lebensgefährliche toxische Wirkungen haben können.

- ▶ Die bei der Verarbeitung entstehenden Dämpfe nicht einatmen.
- ▶ Sicherstellen, dass die Dämpfe durch einen geeigneten Abzug abgeführt werden.
- ▶ Das Gerät nur in gut belüfteten Bereichen verwenden.
- ▶ Bei Dampfaustritt aus Verbindungsstellen die betreffenden Ferrulen an den Anschlussbeschlägen überprüfen und bei Bedarf ersetzen.
- ▶ Keine unbekanntes Flüssigkeiten verarbeiten.
- ▶ Die Sicherheitsdatenblätter aller verwendeten Substanzen beachten.

2.7.4 Gefährliche Partikel

Bei der Verwendung des Geräts können gefährliche Partikel entstehen, die lebensgefährliche toxische Wirkungen haben können.

- ▶ Die bei der Verarbeitung entstehenden Partikel nicht einatmen.
- ▶ Sicherstellen, dass die Partikel durch einen geeigneten Abzug abgeführt werden.
- ▶ Das Gerät nur in gut belüfteten Bereichen verwenden.
- ▶ Bei Partikelaustritt aus Verbindungsstellen die betreffenden Ferrulen an den Anschlussbeschlägen überprüfen und bei Bedarf ersetzen.
- ▶ Keine unbekanntes Flüssigkeiten oder Lösungsmittelmischungen verarbeiten.
- ▶ Die Sicherheitsdatenblätter aller verwendeten Substanzen beachten.

2.7.5 Glasbruch

Durch Glasbruch kann es zu schweren Schnittverletzungen kommen.

Beschädigte Glaskomponenten können implodieren, wenn sie hohem Druck ausgesetzt werden.

Geringe Beschädigungen der Kugelschliffe beeinträchtigen die Dichtungswirkung und können daher die Leistung vermindern.

- ▶ Die Kolben und sonstigen Glaskomponenten behutsam handhaben und nicht fallen lassen.
- ▶ Glaskomponenten vor jedem Gebrauch stets auf Beschädigungen sichtprüfen.
- ▶ Beschädigte Glaskomponenten nicht mehr verwenden.
- ▶ Beim Entsorgen von zerbrochenem Glas stets Schutzhandschuhe tragen.

2.7.6 Störung eines angeschlossenen Geräts (Option)

Eine Störung eines angeschlossenen Geräts kann zu Vergiftungen führen oder tödlich sein.

- ▶ Stellen Sie sicher, dass das angeschlossene Gerät gemäss der Benutzerdokumentation vorbereitet und gewartet wird.

2.7.7 Malware-Infektion aufgrund von Verbindungen mit anderen Geräten oder einem Netzwerk

Verbindungen mit anderen Geräten oder einem Netzwerk können eine Malware-Infektion des Geräts verursachen.

- ▶ Installieren Sie auf dem Gerät eine Antivirus-Software und Firewall, bevor Sie es mit anderen Geräten oder dem Netzwerk verbinden.

2.8 Modifikationen

Unbefugte Änderungen können die Sicherheit beeinträchtigen und zu Unfällen führen.

- ▶ Nur Originalzubehör, Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien von BÜCHI verwenden.
- ▶ Technische Änderungen nur mit vorheriger schriftlicher Genehmigung von BÜCHI durchführen.
- ▶ Änderungen nur von BÜCHI-Servicetechnikern durchführen lassen.

BÜCHI übernimmt keine Haftung für Schäden, Störungen und Fehlfunktionen, die durch nicht genehmigte Änderungen entstehen.

2.9 Warnschilder



 **GEFAHR**

Gefahr eines elektrischen Schlages

Lebensgefahr durch Stromschlag

- ▶ Das Gehäuse darf keinesfalls entfernt werden.
 - ▶ Das Gerät darf keinesfalls ohne Gehäuse oder ohne die integrierten Pumpen betrieben werden.
 - ▶ Es dürfen ausschliesslich die mit dem Gerät gelieferten Elektroverbindungen bzw. Kabel verwendet werden.
-

**GEFAHR****Gefahr von Erfrierungen**

Druckbeaufschlagte Gase können beim Druckausgleich niedrige Temperaturen erzeugen.

- ▶ Es ist stets geeignete persönliche Schutzausrüstung zu tragen, z. B. Schutzbrillen, Schutzbekleidung und Schutzhandschuhe.

**GEFAHR****Heisse Oberfläche**

Der Säulenofen kann Temperaturen von bis zu 70 °C erreichen. Auch nach dem Ausschalten kann aufgrund der intern gespeicherten Energie noch eine Zeitlang weiter aufgeheizt werden.

- ▶ Tür vorsichtig öffnen, damit heisse Luft abziehen kann.
- ▶ Säulen nur wechseln, wenn sie vollständig abgekühlt sind.
- ▶ Es ist stets geeignete persönliche Schutzausrüstung zu tragen, z. B. Schutzbrillen, Schutzbekleidung und Schutzhandschuhe.
- ▶ Belüftungsschlitze und Ofenheizung dürfen nicht abgedeckt werden.

**WARNUNG****Druckgas**

Das laufende Gerät steht unter Druck. Eine Entlüftung von Druckgasen und Lösungsmitteln ist möglich. Bei CO₂ droht in hohen Konzentrationen Erstickungsgefahr.

- ▶ Am Standort müssen Gasdetektoren installiert sein.
- ▶ Es ist für ausreichende Belüftung zu sorgen.

**VORSICHT****Gefahr durch herunterfallende Objekte oder Materialien**

Personenschäden oder Sachschäden

- ▶ Auf dem Gerät dürfen keinerlei Lösungsmittelflaschen oder andere Gegenstände abgestellt werden.

**HINWEIS**

Die Pumpen schalten sich automatisch ab, wenn sie 400 bar erreichen.

Die Detektor-Durchflusszelle ist stabil bis zu einem Druck von 300 bar. Um Schäden an der Durchflusszelle zu verhindern, ist der Gegendruckregler so programmiert, dass er bei 300 bar abschaltet.

**HINWEIS**

Das System kann auch nach dem Abschalten noch druckbeaufschlagt sein.

Mit dem Austreten von Druckgasen und Lösungsmitteln ist zu rechnen.

3 Produktbeschreibung

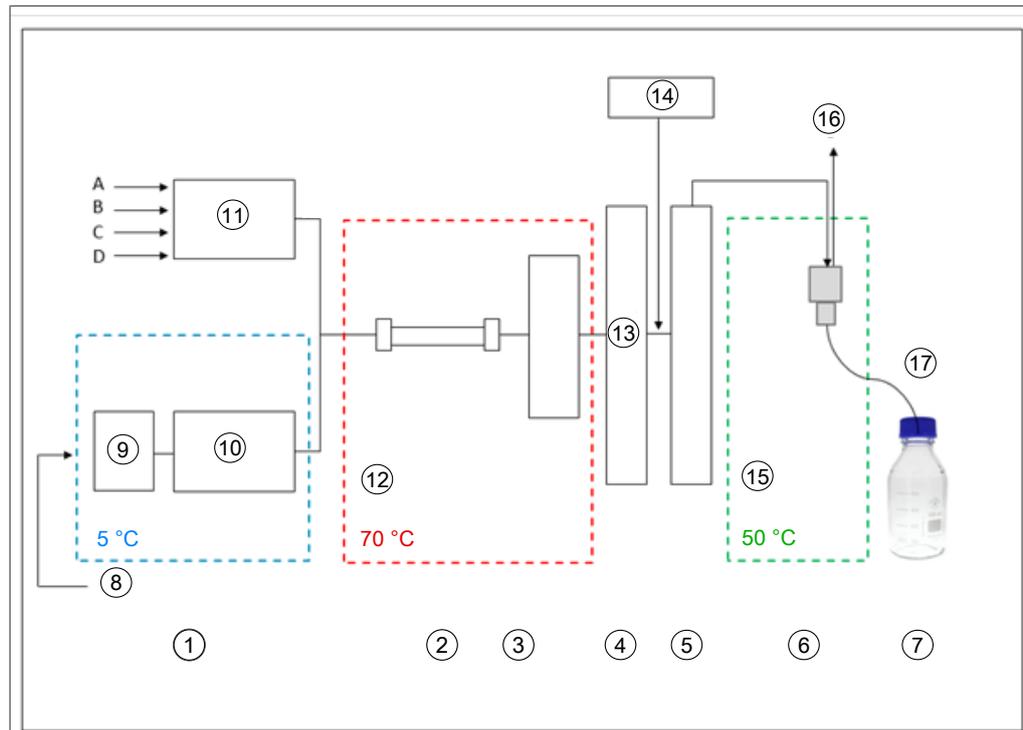
3.1 Funktionsbeschreibung

Das Gerät ist für präparative Trennungen in kleinen Säulen durch superkritische Flüssigkeitschromatographie (SFC) gedacht.

- Durch superkritische Flüssigkeitschromatographie lassen sich Proben in Grammgröße trennen.
- Die integrierten Gas-Flüssigkeits-Trenner (GLS) ermöglichen eine schnelle und effiziente Entfernung von CO₂ aus getrennten Komponenten.

Möglichkeiten mit dem Gerät:

- Eine Mischung aus superkritischem CO₂ und einem Lösungsmittel. Auswahl aus vier unterschiedlichen Lösungsmitteln mit dem optionalen Lösungsmittelauswahlventil.
- Einspritzen von Flüssig- oder Feststoffproben
- Trennung in einer Säule
- Detektion der Komponenten mittels UV-, ELSD- oder MS-Detektor.
- Auffangen der gewünschten Fraktionen



- | | |
|--|---|
| 1 Pumpen | 2 Säulenofen |
| 3 Detektor, Durchflusszelle | 4 Gegendruckregler |
| 5 Nachheizung | 6 Gas-Flüssigkeits-Trenner |
| 7 Fraktionen (8 Stck.) | 8 Flüssig-CO ₂ 60 – 75 bar |
| 9 Vorkühlung | 10 CO ₂ -Pumpe |
| 11 Modifizier-Pumpe | 12 Superkritisches CO ₂ 80 – 250 bar |
| 13 BPR-Druckventil 80 – 250 bar | 14 Zusatzpumpe |
| 15 Niederdruck | 16 CO ₂ -Ablass |
| 17 Fraktionsauffang ohne Druckbeaufschlagung | |

Die mobile Phase der superkritischen Flüssigkeitschromatographie besteht aus einer superkritischen Flüssigkeit und einem flüssigen Lösungsmittel. Diese Flüssigkeit ist ein kondensiertes Gas oberhalb der kritischen Werte für Temperatur und Druck. Ihre Eigenschaften sind die von Gas und Flüssigkeit. Hauptsächlich wird Kohlenstoffdioxid (CO₂) verwendet.

Das CO₂ wird in abgekühltem Zustand durch eine Pumpe gefördert. Die Flüssigkeit wird im Säulenofen über die superkritische Temperatur hinaus erhitzt und mit dem Modifizier vermischt. Der Gegendruckregler hält den Druck hoch, damit die mobile Phase oberhalb des kritischen Punktes von CO₂ bleibt. Daraufhin wird die Probe durch die superkritische Flüssigkeit über die Trennsäule befördert. Ein Modifizier kann hinzugefügt werden, um die Eluierung organischer Substanzen zu verbessern. Nach der Detektion wird das CO₂ von den eluierten Substanzen getrennt. Die Stellung des Detektions- und Fraktionsventils bestimmen, in welchen GLS der Strom läuft. Der GLS trennt den Grossteil des CO₂ und entfernt es über einen Abluftauslass, der in das Belüftungssystem führt.

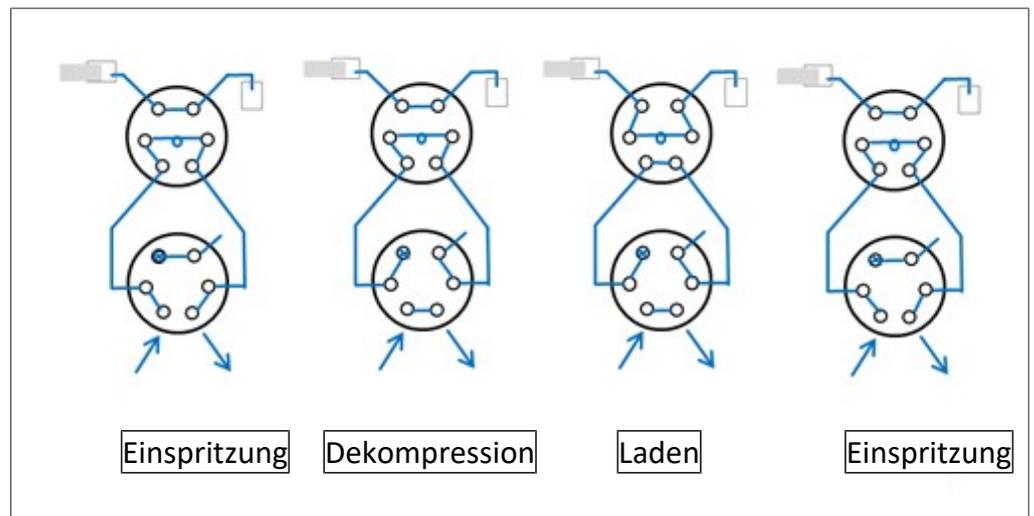
Die aufgefangenen Fraktionen enthalten die gelösten Substanzen im Modifier und eine geringe Restmenge an CO₂ sowie optional organische Substanzen aus der Zusatzpumpe. Die Fraktionen sind in hochkonzentrierter Form zur weiteren Analyse verfügbar.

**HINWEIS**

Wird das Gerät mit dem CO₂-Recyclingmodul betrieben, erfolgt das Auffangen von Fraktionen unter Druck.

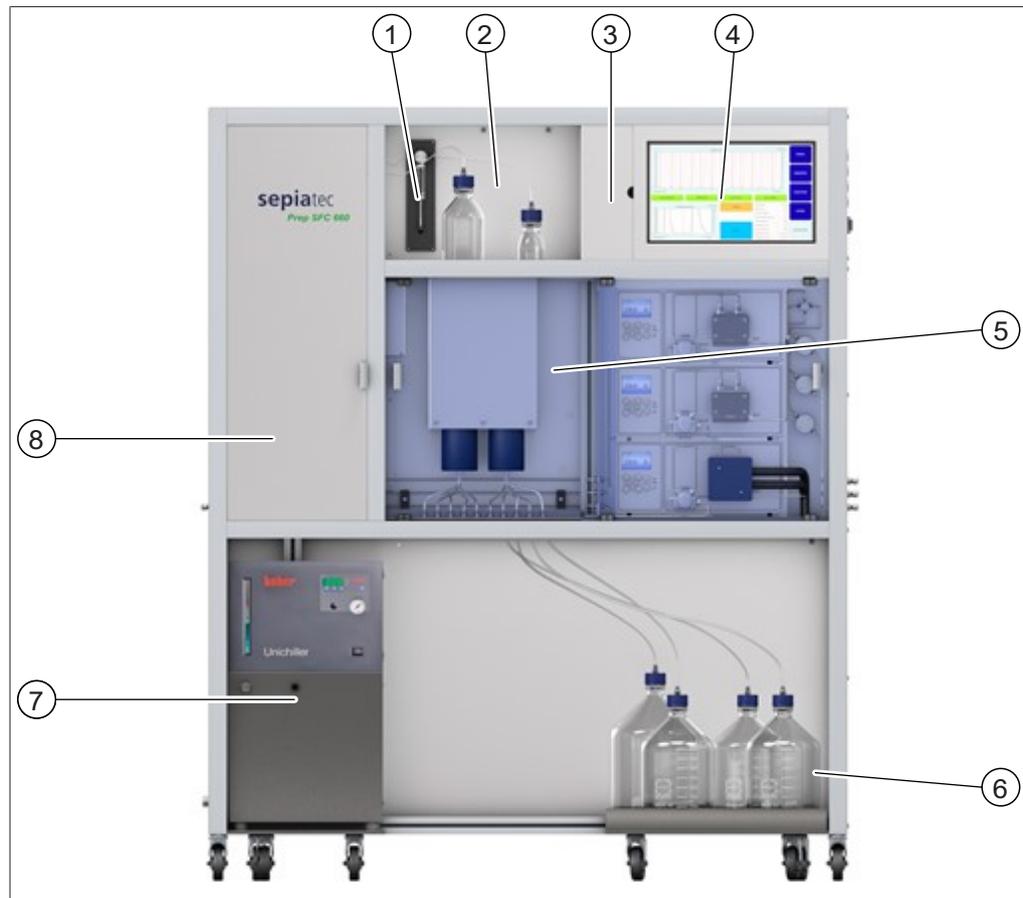
3.1.1 Einspritzverfahren

Der Druck in der Probenschleife kann vor dem Laden kontrolliert in eine Abfallflasche abgelassen werden, sodass der Druckimpuls in die Aufnahme flasche vermieden wird.



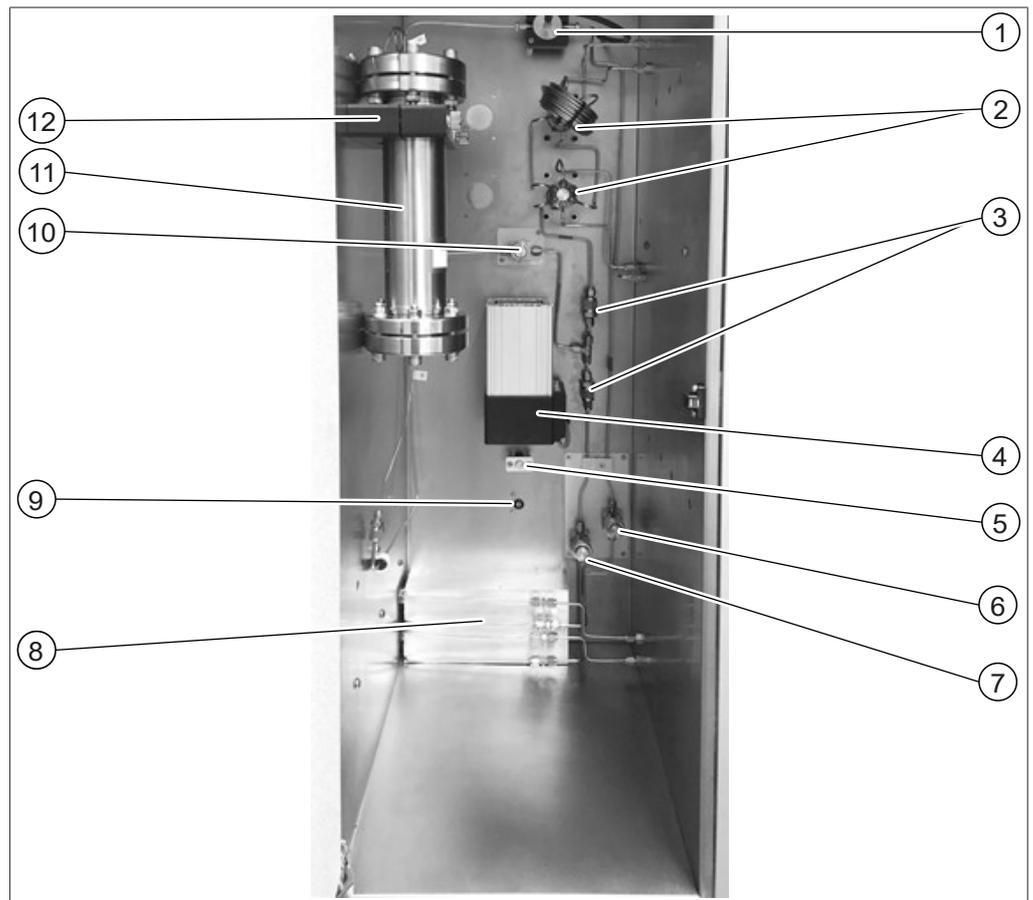
3.2 Aufbau

3.2.1 Frontansicht



- | | | | |
|---|---------------------------------------|---|-------------------|
| 1 | Einspritzspritze | 2 | Detektorklappe |
| 3 | Abdeckung des Bedienfelds | 4 | Touchscreen |
| 5 | CO ₂ - und Modifier-Pumpen | 6 | Fraktionsflaschen |
| 7 | Umlaufkühler | 8 | Säulenofen |

Säulenofen



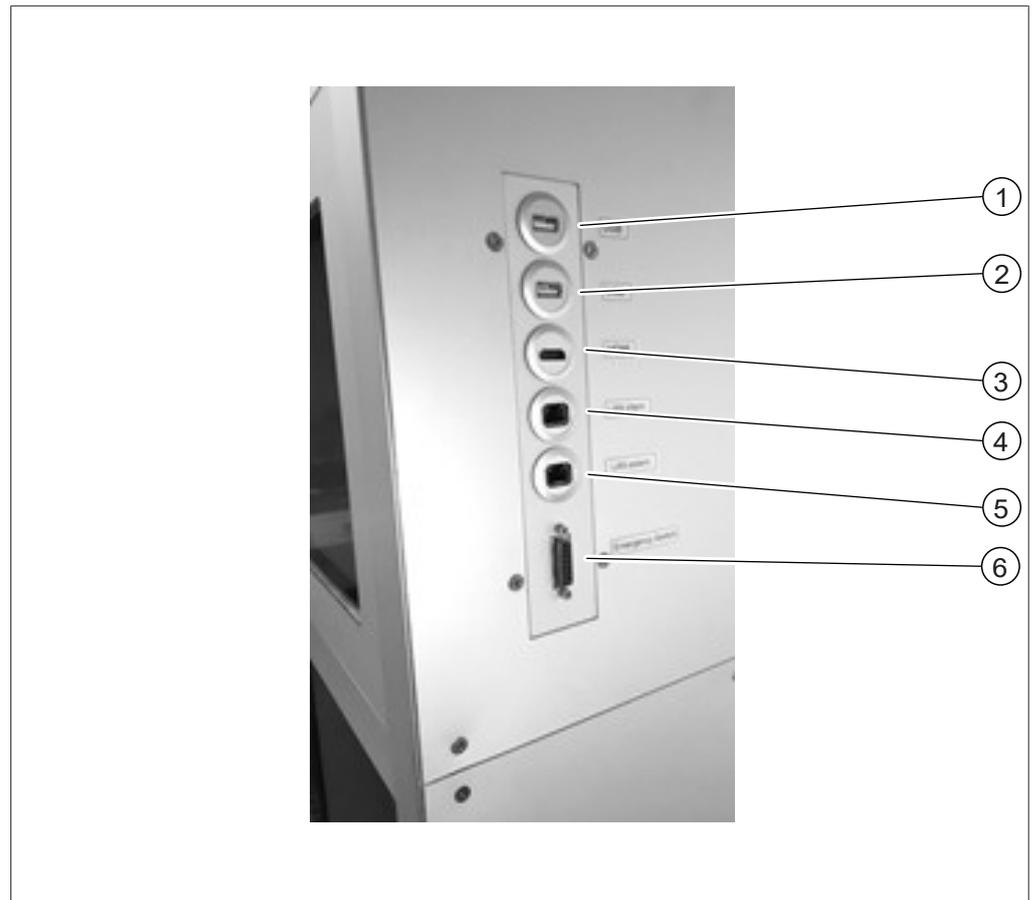
- | | | | |
|----|---|----|-----------------|
| 1 | Durchflusszelle mit
Lichtwellenleiterkabel | 2 | Einspritzventil |
| 3 | Rückschlagventile | 4 | Heizlüfter |
| 5 | Temperatursensor | 6 | Modifier-Filter |
| 7 | CO ₂ -Filter | 8 | Heizmodul |
| 9 | Leckagesensor | 10 | Mixstromfilter |
| 11 | Trennsäule | 12 | Säulenhalter |

3.2.2 Elektrische und elektronische Anschlüsse



- 1 Sicherungen
- 3 Hauptschalter

- 2 FI-Schutzschalter



1 USB-Anschluss

2 USB-Anschluss

3 HDMI-Anschluss

4 Interner LAN-Anschluss

5 Externer LAN-Anschluss

6 Notausschalter-Anschluss

3.2.3 CO₂- und Kühlmittelanschlüsse



1 Anschluss für CO₂-Zufuhr

2 Anschlüsse für Modifizier-Zufuhr

3 Belüftungsöffnungen

4 Anschluss für Stromversorgung

3.2.4 Abluftanschlüsse

An diesem Gerät gibt es drei Abluftanschlüsse:

- Links befindet sich die Abluft des Fraktionierungsabteils.
- Rechts befindet sich der Auslass des CO₂-Sicherheitsventils.
- Auf der Rückseite befindet sich der GLS CO₂-Auslass.

3.3 Lieferumfang



HINWEIS

Der Lieferumfang hängt von der Zusammensetzung des Kaufauftrags ab.

Das Zubehör wird gemäss Kaufauftrag, Bestellbestätigung und Lieferschein geliefert.

3.4 Technische Daten

3.4.1 Sepiatec SFC-660

Abmessungen (B × T × H)	1'500 mm × 680 mm × 1'780 mm
Gewicht	320 kg
Anschlussspannung	Europa: 230 ±10 % V~ Asien: 220 ±10 % V~ USA: 120 ±10 % V~
Frequenz	50/60 Hz
Leistungsaufnahme	max. 7'500 W
Sicherung	15 A
Überspannungskategorie	II
IP-Code	IP 20
Verschmutzungsgrad	2
Mindestabstand an allen Seiten	200 mm
Steuerung	15.6"-Touchscreen, Format 16:9
System	Integriertes Windows 10
Steuersoftware	Steuersoftware für präparative SFC
Betriebstemperaturbereich	15 – 25 °C
Betriebsdruck	max. 300 bar
Einspritzventil	Elektrisch betätigtes 6-fach/2-Wege-Ventil
Säulenauswahlventil	2 elektrisch betätigte 11-fach/10-Wege-Ventile (optional)
Gegendruckregelventil	Elektromagnetisches Rückschlagventil
Fraktionierungsventil	Elektrisch betätigtes 11-fach/10-Wege-Ventil
Röhren	Edelstahl-Kapillarröhren Aussendurchmesser: 1/16" Innendurchmesser: 1.0 mm Aussendurchmesser: 1/8" Innendurchmesser: 1/16" Aussendurchmesser: 1/8" Innendurchmesser: 2.1 mm Aussendurchmesser: 1/4" Innendurchmesser: 4.6 mm

Pumpenkopf-Temperatursteuerung	Umlaufkühler
Methodenentwicklung	An analytischen Säulen (Innendurchmesser: 4 – 4.6 mm)
Säulenabmessungen	Innendurchmesser: 4 – 16 mm
Säulenlänge	max. 250 mm
Säulenofentemperatur	Umgebung bis 70 °C
Standard-Säulenkapazität	2
Max. Säulenkapazität	8 (optional)
Fraktionsauffanganzahl	1 – 8 Stck.
Volumina	unbegrenzt
Druckloses Auffangen	Standard
Spritzengrösse	5.0 mL Sonstige Volumina auf Anfrage
Schleife	2.5 mL
Stapeleinspritzung	Standard
Zertifizierung	CSA/CE

3.4.2 Umgebungsbedingungen

Nur in Innenräumen benutzen.

Max. Höhe über dem Meeresspiegel	2'000 m
Umgebungs- und Lagertemperatur	15 – 25 °C
Maximale relative Luftfeuchtigkeit	45 – 75 % (nicht kondensierend)

3.4.3 Lösungsmittel



HINWEIS

Auf die Schalen unterhalb der Apparatur dürfen nur Lösungsmittelbehälter gestellt werden. Zufuhrleitungen aus Lösungsmittelschränken oder zentrale Zufuhrleitungen sind fest zu verlegen, um Stolpergefahr zu vermeiden.



HINWEIS

Bereits geringe Konzentrationen von stark sauren oder stark basischen Zusätzen können empfindliche stationäre Phasen unwiderruflich beschädigen, weshalb die Kompatibilität mit dem Säulenhersteller geklärt werden muss.

Das Lösungsmittel kann über Behälter bereitgestellt werden, die auf der Schale unter der Einheit stehen. Die Zufuhr aus Behältern in Lösungsmittelschränken oder über Zufuhrleitungen ist möglich. In passiven Systemen muss darauf geachtet werden, dass der Höhenunterschied zwischen Pumpenkopf und einem niedrigeren Ansaugpunkt für das Lösungsmittel weniger als etwa 1 m beträgt, damit zuverlässig angesaugt wird.

Liegt der Ansaugpunkt im Verhältnis zum Pumpenkopf erhöht, oder erfolgt die Zufuhr aktiv über eine Druckleitung, muss der maximale Einlassdruck der Pumpe beachtet werden (siehe technische Spezifikationen der Pumpe).

Überprüfen, ob die folgenden Lösungsmittel für die gewünschte Betriebsdauer ausreichend nachgefüllt wurden:

- Modifier
- Lösungsmittel zum Spülen der Pumpen

Verwendungszweck	Lösungsmittel
Modifier	<ul style="list-style-type: none"> • Methanol • Ethanol • 2-Propanol • Acetonitril
Spülen der Pumpen	<ul style="list-style-type: none"> • Ameisensäure • Essigsäure • Trifluorsäureessig (TFA) • Ammoniaklösung (wässrig/alkoholisch) • Diethylamin • Wasser
	<ul style="list-style-type: none"> • Methanol • Ethanol • 2-Propanol

Stark saure oder basische Zusätze sollten eine Massekonzentration von 0.5 % im Modifier nicht überschreiten. Bei Wasser kann eine Konzentration von 5 – 10 % im Modifier für besonders polare Proben hilfreich sein.

CO ₂	Flüssig
Organische Modifier-Lösungsmittel	4 Stck. Nur mit optionalem Lösungsmittelauswahlventil.

3.4.4 Detektoren

Wellenlängenbereich	190 – 720 nm
Lichtquelle	Deuteriumleuchte, Wolframleuchte
Linearität	> 2.0 AU
Wellenlängengenauigkeit	0.5 nm
Anzahl Dioden	256
Durchflussszelle (Standard)	3 mm / 2 µL / 300 bar (Lichtpfad/ Volumen/max. Druck)
Durchflussszelle (optional)	10 mm / 10 µL / 300 bar
Durchflussszelle (optional)	0.5 mm / 3 µL / 300 bar

3.4.5 Pumpen

Anzahl Pumpen	3
---------------	---

Pumpenköpfe	Modifier-Pumpe: 150 mL Modifier/Zusatzpumpe: 250 mL CO ₂ -Pumpe: 500 mL
Durchflussratenbereich	0.1 – 150 mL/Min.
Genauigkeit der Flussrate	±2 % bei 2 – 50 % des Durchflussbereichs mit Methanol (Wasser 80/20 v/v)
Druck	max. 400 bar
Reproduzierbarkeit	0.1 %
Betriebstemperatur	5 – 50 °C

3.4.6 Umlaufkühler

Abmessungen (B × T × H)	420 mm × 490 mm × 580 mm
Gewicht	60 kg
Betriebstemperaturbereich	–20 – 40 °C Präp-SFC 660-System: 0 – 5 °C
Kühlmaschine	Luftgekühlt, FCKW- und H-FCKW-frei
Temperaturstabilität bei –10 °C	0.5 K
Kreislaufpumpentyp	Tauchpumpe
Max. Leistung Kreislaufpumpe	29 L/Min.
Mindest-Umgebungstemperatur	5 °C
Maximale Umgebungstemperatur	40 °C
Stromversorgung	Die Stromversorgung erfolgt über das Gerät. Weitere Einzelheiten zur Stromversorgung siehe Bedienungsanleitung des Herstellers.

4 Transport und Lagerung

4.1 Transport



ACHTUNG

Bruchgefahr durch falschen Transport

- ▶ Sicherstellen, dass das Gerät vollständig demontiert wurde.
- ▶ Alle Gerätekomponenten ordnungsgemäss verpacken, um Bruch zu vermeiden. Möglichst die Originalverpackung verwenden.
- ▶ Abrupte Bewegungen beim Transit vermeiden.

-
- ▶ Nach dem Transport das Gerät und sämtliche Glaskomponenten auf Schäden überprüfen.
 - ▶ Schäden beim Transit sollten dem Spediteur gemeldet werden.
 - ▶ Verpackung für spätere Transporte aufbewahren.

4.2 Lagerung

- ▶ Sicherstellen, dass die Umgebungsbedingungen eingehalten werden (siehe Kapitel 3.4 "Technische Daten", Seite 21).
- ▶ Gerät nach Möglichkeit in der Originalverpackung lagern.
- ▶ Nach der Lagerung das Gerät, alle Glasteile sowie Dichtungen und Schläuche auf Beschädigungen prüfen und gegebenenfalls austauschen.

4.3 Instrument heben



⚠ WARNUNG

Gefahren aufgrund falschen Transports

Die möglichen Folgen sind Quetschverletzungen, Schnittwunden und Geräteschäden.

- ▶ Das Gerät sollte von zwei Personen gleichzeitig transportiert werden.
- ▶ Heben Sie das Gerät an den markierten Positionen an.

-
- ▶ Zum Anheben des Geräts sind zwei Personen erforderlich, die es an den markierten Positionen unten am Gerät anheben.

5 Inbetriebnahme

5.1 Standort

**HINWEIS**

Bitte die Lieferung nur auspacken, wenn dies ausdrücklich vereinbart wurde.

**HINWEIS**

Sicherstellen, dass im Notfall jederzeit die Stromzufuhr unterbrochen werden kann.

Ein BÜCHI-Servicetechniker oder ein befugter Vertreter packt die Sendung aus und prüft sie sorgfältig, um sicherzustellen, dass alle Module und Zubehörteile in ordnungsgemäsem Zustand sind. Dies muss vor dem Aufstellen erfolgen.

Der Aufstellungsort muss die folgenden Voraussetzungen erfüllen:

- Stabiler, ebener Untergrund.
- Die maximalen Produktabmessungen und das Gewicht sind zu berücksichtigen. Siehe Kapitel 3.4 "Technische Daten", Seite 21.
- Der Freiraum muss auf allen Seiten des Geräts mindestens 200 mm betragen.
- Setzen Sie das Gerät keinen äusseren thermischen Belastungen aus, wie z. B. direkter Sonneneinstrahlung.
- Setzen Sie das Gerät keinen erhöhten elektromagnetischen Emissionen aus. Elektromagnetische Felder im Frequenzbereich von 200 bis 300 MHz können Fehlfunktionen des Geräts verursachen.
- Sicherstellen, dass der Aufstellort den in den Sicherheitsdatenblättern aufgeführten Anforderungen für alle verwendeten Lösungsmittel und Proben entspricht.
- Empfohlen wird die Aufstellung des Geräts in einem Rauchabzug, der Lösungsmitteldämpfe und Gase direkt aus der Umgebung abzieht (Mindest-Luftaustausch bei 200 m³/Stunde).
- Das Gerät ist für den Aufbau auf festen und lasttragenden Oberflächen konzipiert. Das Gerät kann über die Verbindungsdüse an der linken Seite an ein Belüftungssystem angeschlossen werden.
- Der Innendurchmesser der Abluftleitung für CO₂-Abgase muss bei mindestens 10 mm liegen.
- Das Gerät muss mit mindestens 200 mm Abstand zu Wänden oder anderen Geräten aufgestellt werden. Der Abstand an der Rückseite sollte bei mindestens 100 mm liegen. Dadurch wird für angemessene Belüftung und ungehinderten Zugang zu Hauptschalter und Sicherungen gesorgt.
- Es ist ein externer Umlaufkühler bereitzustellen, der den CO₂-Pumpenkopf konstant und unabhängig von der Umgebungstemperatur bei einer Temperatur von etwa 10 °C hält. Erforderliche Kühlkapazität (Ethanol) 0.26 kW, Anschluss: G1/4-Zoll oder G1/8-Zoll.
- Die Stromzufuhrleitung muss frei von elektromagnetischen Störungen (EMS) und geerdet sein. Das Gerät sollte nicht an ein Stromversorgungssystem angeschlossen werden, das für plötzliche Schwankungen im Verbrauch anfällig ist. Falls erhebliche Spannungsschwankungen auftreten, kann unter Umständen ein Konstantspannungswandler erforderlich sein.
- Flüssig-CO₂-Zufuhr, Druck 55 – 75 bar.
- 1/8-Zoll-Anschluss (Swagelok)
- Ein CO₂-Alarm sollte am Standort eingerichtet werden, damit vor hoher Konzentration von CO₂ in der Luft gewarnt werden kann.
- Ein Notausschalter muss innerhalb der Reichweite des Benutzers und ausserhalb des Abzugs angebracht werden. Damit werden die Pumpen, Heizelemente und die CO₂-Zufuhr bei Gefahr abgeschaltet.
- Für den Betrieb eines Massespektrometers muss Stickstoff am Arbeitsplatz verfügbar sein (Laborversorgung, Stickstoffgenerator oder -zylinder).

- Der Pumpenkopf der Präp-SFC 660 CO₂-Pumpe muss mit einem luftgekühlten Umlaufkühler auf konstant 5 °C unabhängig von der Umgebungstemperatur gekühlt werden.

5.2 Vor der Installation



ACHTUNG

Beschädigung des Geräts wegen vorzeitigem Einschalten.

Ein vorzeitiges Einschalten des Geräts nach dem Transport kann Schäden verursachen.

- ▶ Akklimatisieren Sie das Gerät nach einem Transport.

5.3 Elektrische Verbindungen herstellen



ACHTUNG

Gefahr von Geräteschäden durch ungeeignete Stromversorgungskabel.

Ungeeignete Stromversorgungskabel können eine schlechte Leistung des Geräts oder einen Geräteschaden verursachen.

- ▶ Verwenden Sie ausschliesslich von BÜCHI gelieferte Stromversorgungskabel.

Voraussetzung:

- Die Elektroinstallation entspricht den Angaben auf dem Typenschild.
- Die Elektroinstallation ist mit einer ordnungsgemässen Erdung versehen.
- Die Elektroinstallation ist mit passenden Sicherungen und elektrischen Schutzvorrichtungen ausgestattet.
- Der Aufstellort entspricht den Spezifikationen der technischen Daten. Siehe Kapitel 3.4 "Technische Daten", Seite 21.
- ▶ Den Netzstecker in eine eigene Netzsteckdose stecken.

6 Software

6.1 Einleitung

Das Gerät wird über die Steuersoftware für präparative SFC kontrolliert. Die Software wird über den integrierten Touchscreen bedient. Alle für einen ordnungsgemässen Trennlauf erforderlichen Informationen (Trennparameter, Systemeinstellungen, Fraktionierungsbedingungen) werden mittels dieser Software ausgewählt.

Alle Parameter werden durch Berühren der jeweiligen Anzeigefelder eingegeben. Dadurch wird ein Dialogfeld zum Eingeben und Bearbeiten von Daten geöffnet. Zum Bestätigen der Daten auf die Schaltfläche **[OK]** tippen. Das Dialogfeld wird automatisch geschlossen, und die Daten sind im Anzeigefeld sichtbar.

Alle Anzeigefelder werden in dieser Bedienungsanleitung abgebildet. Je nach Konfiguration werden Anzeigefelder ausgegraut dargestellt. Solche ausgegrauten Anzeigefelder sind inaktiv oder nicht enthalten.

6.1.1 Starten der Software

Voraussetzung:

Gerät ist eingeschaltet.

► Auf das Symbol **[Prep SFC]** auf dem Touchscreen tippen, um die Software zu starten.

⇒ Startfenster wird geöffnet.



► Auf die Schaltfläche **[VERIFY]** tippen.

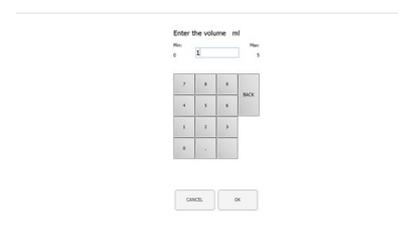
⇒ Das System überprüft, ob alle funktionalen Elemente ordnungsgemäss reagieren.

6.1.2 Eingaben von Werten

Zahlen eingeben

► Auf ein Eingabefeld tippen.

⇒ Das Display zeigt ein Dialogfeld mit einem Eingabefeld für Zahlen.



► Den Wert eingeben.

- ▶ Zum Bestätigen auf die Schaltfläche **[OK]** tippen.
 - ⇒ Der Wert wird gespeichert.
 - ⇒ Das Dialogfeld wird geschlossen.
- ▶ Auf die Schaltfläche **[CANCEL]** tippen, um das Dialogfeld zu verlassen, ohne die Werte zu ändern.
 - ⇒ Das Dialogfeld wird geschlossen.

Namen eingeben

- ▶ Auf ein Eingabefeld tippen.
 - ⇒ Das Display zeigt ein Dialogfeld mit einem Eingabefeld für Buchstaben und Zahlen.
- ▶ Den Wert eingeben.
- ▶ Zum Bestätigen auf die Schaltfläche **[OK]** tippen.
 - ⇒ Der Wert wird gespeichert.
 - ⇒ Das Dialogfeld wird geschlossen.

6.1.3 Beenden der Software

Voraussetzung:

- Lauf ist abgeschlossen.
- Pumpen sind abgeschaltet.
- ▶ Auf die Schaltfläche **[EXIT]** tippen, um die Software zu beenden.
 - ⇒ Steuersoftware für präparative SFC wird geschlossen.



6.2 Layout



Nr.	Name	Beschreibung
1	Anzeige <i>Chromatogram</i>	Zum Anzeigen der Messwerte.
2	Registerkarte <i>MANUAL</i>	Zum manuellen Starten und Stoppen eines Laufs. Siehe Registerkarte <i>MANUAL</i> .
3	Registerkarte <i>PARAMETER</i>	Zum Festlegen, Laden und Bearbeiten des Parameters. Siehe Registerkarte <i>PARAMETER</i> .
4	Registerkarte <i>COLLECTION</i>	Zum Konfigurieren von Fraktionierungsbedingungen, der Anzahl der aufzufangenden Spitzen und der Fraktionierungsmethode. Siehe Registerkarte <i>COLLECTION</i> .
5	Registerkarte <i>SYSTEM</i>	Zum Konfigurieren von Systemeinstellungen. Die Systemparameter werden in diesem Fenster festgelegt. Sie sind unabhängig von der geladenen Methode und können für jeden Lauf einzeln angepasst werden. Siehe Registerkarte <i>SYSTEM</i> .
6	Registerkarte <i>RUN METHOD</i>	Zum Starten einer geladenen Methode und zur Anzeige online. Mit diesem Fenster wird der aktuelle Lauf gestartet, der online überwacht werden kann. Siehe Registerkarte <i>RUN METHOD</i> .
7	Schaltfläche [<i>VERIFY</i>]	Zum Überprüfen, ob alle funktionalen Elemente ordnungsgemäss reagieren.
8	Schaltfläche [<i>EXIT</i>]	Zum Beenden der Steuersoftware.
9	Schaltfläche [<i>SERVICE</i>]	Zum Öffnen der Serviceeinstellungen des Systems.
10	Schaltfläche [<i>Windows</i>]	Zum Beenden der Steuersoftware. Öffnet den <i>Windows</i> -Startbildschirm.

6.3 Registerkarte MANUAL



Nr.	Name	Beschreibung
1	Registerkarte <i>MANUAL</i>	Zum manuellen Starten und Stoppen eines Laufs.
2	Schaltfläche [<i>FILL SYRINGE</i>]	Zum Spülen der Röhren zur Spritze.
3	Schaltfläche [<i>SERVICE</i>]	Zum Öffnen der Serviceeinstellungen des Systems. Parameter, Sensorsignale und Ventilstellungen des Recyclingmoduls werden angezeigt.
4	Schaltfläche [<i>AUTO ZERO</i>]	Zum Festlegen des Detektorsignals auf null.
5	Schaltfläche [<i>START PUMP</i>]	Zum Starten der Pumpe.
	Schaltfläche [<i>STOP PUMP</i>]	Zum Stoppen der Pumpe.
6	Schaltfläche [<i>INJECTION</i>]	Zum Starten der Einspritzung nach dem Starten der Pumpe.
	Schaltfläche [<i>END INJECTION</i>]	Zum Beenden der Einspritzung.
7	CO ₂ -VENTIL (grau)	Ventil geschlossen
	CO ₂ -VENTIL (grün)	Ventil offen
	CO ₂ -VENTIL (rot)	Der CO ₂ -Einlassdruck ist zu hoch; das System kann nicht gestartet werden.
	CO ₂ -VENTIL (gelb/orange blinkend)	Der CO ₂ -Einlassdruck ist zu gering. Die Pumpen können für eine Spülung manuell gestartet werden. Das Starten eines automatisierten Laufs ist nicht möglich.
8	Schaltfläche [<i>LAMP ON</i>]	Siehe Registerkarte RUN METHOD.
9	Schaltfläche [<i>TEMPERATURE</i>]	
10	Schaltfläche [<i>BACK PRESSURE</i>]	

6.3.1 Spülen der Röhren und Spritze

Navigationspfad:

→ *MANUAL*

- ▶ Auf die Schaltfläche *[FILL SYRINGE]* tippen, um die Röhren bis zur Spritze zu spülen.
 - ⇒ Das Display zeigt ein Dialogfeld mit einem Eingabefeld für Zahlen.
- ▶ Den Wert eingeben.
- ▶ Zum Bestätigen auf die Schaltfläche *[OK]* tippen.
 - ⇒ Der Wert wird gespeichert.
 - ⇒ Das Dialogfeld wird geschlossen.



6.3.2 Starten der Pumpe



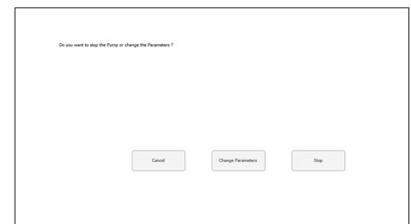
HINWEIS

Vor oder während eines isokratischen Methodenlaufs nach dem Starten des manuellen Modus. Durch Antippen der Schaltfläche *[STOP PUMP]* wird ein neues Fenster geöffnet, in dem es möglich ist, die Parameter zu ändern oder die Pumpe zu stoppen.

Navigationspfad:

→ *MANUAL*

- ▶ Auf die Schaltfläche *[START PUMP]* tippen.
 - ⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet.



- ▶ Auf die Schaltfläche **[CHANGE PARAMETERS]** tippen.

⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet, um den Durchfluss und den Prozentanteil des Modifiers zu ändern.



- ▶ Den Wert eingeben.
- ▶ Zum Bestätigen auf die Schaltfläche **[OK]** tippen.

⇒ Der Wert wird gespeichert.

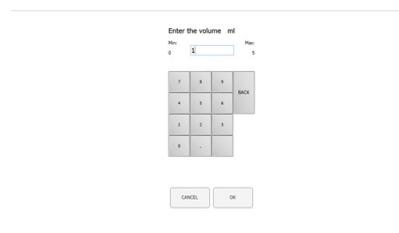
⇒ Das Dialogfeld wird geschlossen.

- ▶ Auf die Schaltfläche **[INJECTION]** tippen.

- ▶ Den Wert eingeben.
- ▶ Zum Bestätigen auf die Schaltfläche **[OK]** tippen.

⇒ Der Wert wird gespeichert.

⇒ Das Dialogfeld wird geschlossen.



- ▶ Auf die Schaltfläche **[END INJECTION]** tippen, um die Einspritzung zu stoppen.

- ▶ Auf die Schaltfläche **[STOP PUMP]** tippen, um die Pumpe zu stoppen.

ACHTUNG! Ein automatischer Lauf kann gestartet werden, während die Pumpe noch läuft, aber die Einspritzung muss abgeschlossen sein.

Das Chromatogramm kann dann im Menü **COLLECTION** aufgerufen werden. Die Fraktionierungsparameter können für automatisierte weitere Trennungen angepasst werden.

6.3.3 Festlegen des Detektorsignals auf null

Navigationspfad:

→ **MANUAL** → **[SERVICE]**

- ▶ Auf die Schaltfläche **[AUTO ZERO]** tippen.
- ⇒ Das Detektorsignal wird auf null gesetzt.

6.3.4 Ändern des CO₂-Recyclingmoduls

Navigationspfad:

→ **MANUAL** → **[SERVICE]**



HINWEIS

Aktiviere Schaltflächen sind grün.

- ▶ Auf die Schaltfläche [SERVICE] tippen.
 - ⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet. Parameter, Sensorsignale und Ventilstellungen des Recyclingmoduls werden angezeigt.

- ▶ Parametertabelle ansehen.
- ▶ Zum Aktivieren oder Deaktivieren auf die Schaltfläche tippen.



- ▶ Auf die Schaltfläche [BACK TO MAIN VIEW] tippen, um das Service-Ansichtsfenster zu schliessen.
 - ⇒ Das Fenster wird automatisch geschlossen.

6.4 Registerkarte PARAMETER

Das Parametermenü hat zwei isokratische Modi, je nach Konfiguration:

- UV-Detektor
- DAD-Detektor (optional)



Nr.	Name	Beschreibung
1	Registerkarte <i>PARAMETER</i>	Zum Festlegen, Laden und Bearbeiten des Parameters.
2	Equilibration	Säulenäquibrierungszeit in Minuten.
3	Run Time	Laufzeit für die Trennung in Minuten.
4	Flow	Durchflussrate in mL/min.
5	Modifier	Modifier-Konzentration in Prozent.
6	Add-On Flow	Durchflussrate in mL/Min. für die Zusatzpumpe.

Nr.	Name	Beschreibung
7	Use Add-On	Bestimmt, ob die dritte Pumpe als Zusatzpumpe (Ein) verwendet wird, oder ob sie zusammen mit der Modifier-Pumpe arbeitet (Aus).
8	Use GLS tandem mode	Kombiniert zwei GLS für höhere Durchflussraten.
9	Wavelength	Wellenlänge, bei der die Detektion stattfindet, in nm.
10	ELSD Gain	Wert der ELSD-Verstärkung.
11	Injection	Einspritzvolumen in mL.
12	No. of Injections	Anzahl der Einspritzungen, die nacheinander ausgeführt werden.
13	Modifier	Auswahl des Pumpeneinlasses an der Modifier-Pumpe.

6.4.1 Einstellen neuer Methoden

Navigationpfad:

→ *PARAMETER*

▶ Auf die Schaltfläche *[METHOD NAME]* tippen.

⇒ Das Display zeigt ein Dialogfeld mit einem Eingabefeld für Buchstaben und Zahlen.

▶ Den Wert eingeben.

▶ Zum Bestätigen auf die Schaltfläche *[OK]* tippen.

⇒ Der Wert wird gespeichert.

⇒ Das Dialogfeld wird geschlossen.

▶ Auf die Schaltfläche *COLUMN [...]* tippen, um eine Säulenzuweisung zu beginnen.

⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet, in dem eine Säule aus einer Liste ausgewählt oder eine neue hinzugefügt werden kann.

▶ Auf die entsprechende Schaltfläche *[A], [B], [C], [D]* tippen, um die Lösungsmittelverbindung auszuwählen.

▶ Auf die Schaltfläche *MODIFIER [...]* tippen, um die Lösungsmittelzuweisung einzugeben.

⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet, in dem ein Lösungsmittel aus einer Liste ausgewählt oder ein neues hinzugefügt werden kann.

▶ Die Parameter auf der linken Seite des Fensters einstellen.

Optionaler Detektor

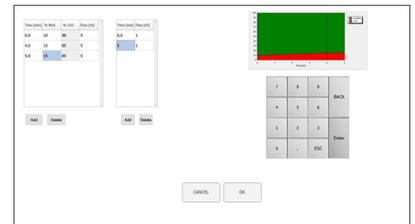
- ▶ Auf die Schaltfläche WAVELENGTH [...] tippen, um die Wellenlängenzahl einzustellen.

6.4.2 Einstellen des Gradientenmodus

Navigationspfad:

→ *PARAMETER*

- ▶ Auf die Schaltfläche [GRADIENT] tippen.
 - ⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet, in dem die Gradiententabelle angezeigt wird.
- ▶ In einen Bereich der Gradiententabelle tippen.
 - ⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet, in dem die Gradiententabelle bearbeitet werden kann.
- ▶ Auf ein Feld mit blauem oder weissem Hintergrund im Bereich Steuerung tippen, um Zeit, Modifier und Durchflusswerte einzugeben.

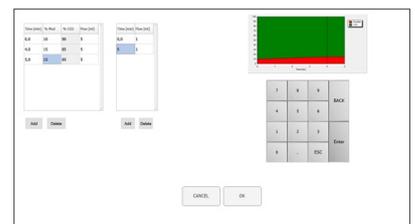


- ▶ Den Wert eingeben.
- ▶ Zum Bestätigen auf die Schaltfläche [OK] tippen.
 - ⇒ Der Wert wird gespeichert.
 - ⇒ Das Dialogfeld wird geschlossen.

ACHTUNG! Das notwendige CO₂-Volumen wird automatisch berechnet.

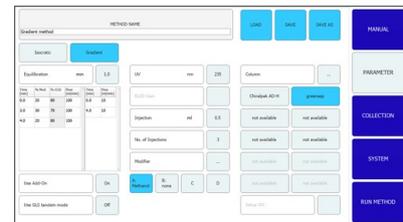
- ▶ Auf die Schaltfläche [ADD] tippen, um unten in der Tabelle eine Zeile hinzuzufügen.
- ▶ Eine Zeile auswählen und auf die Schaltfläche [DELETE] tippen, um die Zeile zu entfernen.

ACHTUNG! Der Kurs des Gradienten wird oben links im Gradientenfenster angezeigt.



- ▶ Zum Bestätigen und Zurückkehren in das Parametermenü auf die Schaltfläche [OK] tippen.
 - ▶ Zum Verwerfen der Änderungen und Zurückkehren in das Parametermenü auf die Schaltfläche [CANCEL] tippen.
- ⇒ Der programmierte Gradient wird angezeigt.

ACHTUNG! Im isokratischen Modus und im Gradientenmodus werden die Werte für Äquilibrierungszeit, Wellenlänge und Einspritzvolumen sowie Modifier-Einlass in diesem Fenster bestimmt.



- ▶ Auf die Schaltfläche [SAVE AS] tippen, um den Parameter unter einem anderen Namen zu speichern.
- ⇒ Das Display zeigt ein Dialogfeld mit einem Eingabefeld für Buchstaben und Zahlen.
- ▶ Auf die Schaltfläche [SAVE] tippen, um den Parameter in den Methoden einzustellen.

ACHTUNG! Die Anzahl der in Sequenz auszuführenden Einspritzungen wird nicht in der Methode gespeichert und muss erneut angegeben werden, wenn die Methode wieder geladen oder das System gestartet wird.

6.4.3 Laden gespeicherter Methoden

Navigationspfad:

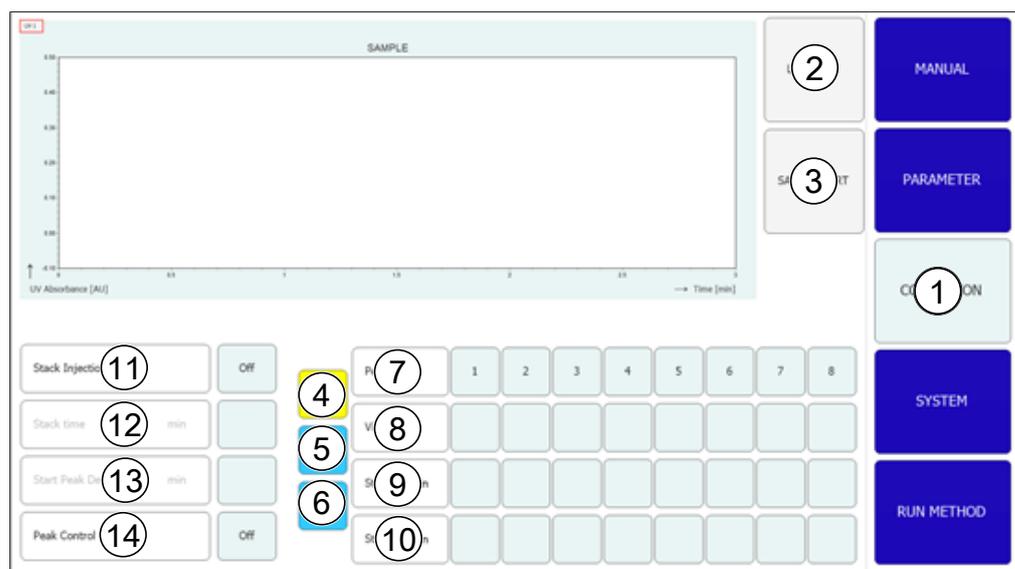
→ *PARAMETER*

- ▶ Auf die Schaltfläche [Load] tippen, um gespeicherte Methoden zu öffnen.
- ⇒ Eine Liste aller Methoden wird angezeigt.
- ▶ Die benötigte Methode auswählen.
 - ▶ Auf die Schaltfläche [Load] tippen, um die ausgewählte Methode zu öffnen.

6.4.4 Bearbeiten gespeicherter Methoden

Eine Methode, die gespeichert und geöffnet wurde, kann wie in Kapitel 6.4.1 "Einstellen neuer Methoden", Seite 36 beschrieben verarbeitet werden. Diese Methode muss erneut gespeichert werden, bevor sie gestartet wird.

6.5 Registerkarte COLLECTION



Nr.	Name	Beschreibung
1	Registerkarte <i>COLLECTION</i>	Zum Konfigurieren von Fraktionierungsbedingungen, der Anzahl der aufzufangenden Spitzen und der Fraktionierungsmethode.
2	Schaltfläche [<i>Load Run</i>]	Zum Öffnen abgeschlossener Läufe.
3	Schaltfläche [<i>Save Report</i>]	Bediener kann damit einen Bericht als PDF speichern.
4	Schaltfläche [<i>TIME</i>]	Auswahl der zeitbasierten Fraktionierung.
5	Schaltfläche [<i>PEAK</i>]	Auswahl der spitzenbasierten Fraktionierung.
6	Schaltfläche [<i>T/P</i>]	Einschalten der kombinierten Fraktionierung. In diesem Modus werden die Spitzen innerhalb der programmierten Intervalle gesucht.
7	Peak No.	Anzahl der aufzufangenden Spitzen.
8	Vial	Fraktionierungsflasche, in der die Fraktion aufgefangen wird.
9	Start min Start AU	Start der Fraktionierung. Dieser Wert ist der Schwellenwert für den Start des Auffangens.
10	Stop min Stop AU	Ende der Fraktionierung. Ende der Spitzendetektion.
11	Stack injection	Zum Starten und Stoppen der Stapeleinspritzung.
12	Stack time	Der Zeitraum zwischen zwei aufeinander folgenden Einspritzungen.

Nr.	Name	Beschreibung
13	Start peak detect time	Zum Starten des Detektionsmodus und Steuern der Spitzen.
14	Peak control	Zum Festlegen von Parametern für mehrfache Einspritzungen.
	Trace	Optionale Detektoren Bestimmt, welche UV-Wellenlänge für die Spitzendetektion verwendet wird. Anhand dieses Wertes wird bestimmt, welche Chromatogrammlinie im Überblicksdiagramm des Menüs RUN angezeigt wird.
	V	Zwischenbereich zwischen den Spitzen, das Tal.

**HINWEIS**

Bis zu acht Fraktionen können insgesamt aufgefangen werden. Alle Teile des Laufs, die nicht aufgefangen werden, werden im Abfallbehälter gesammelt.

Spitzenkontrollfenster

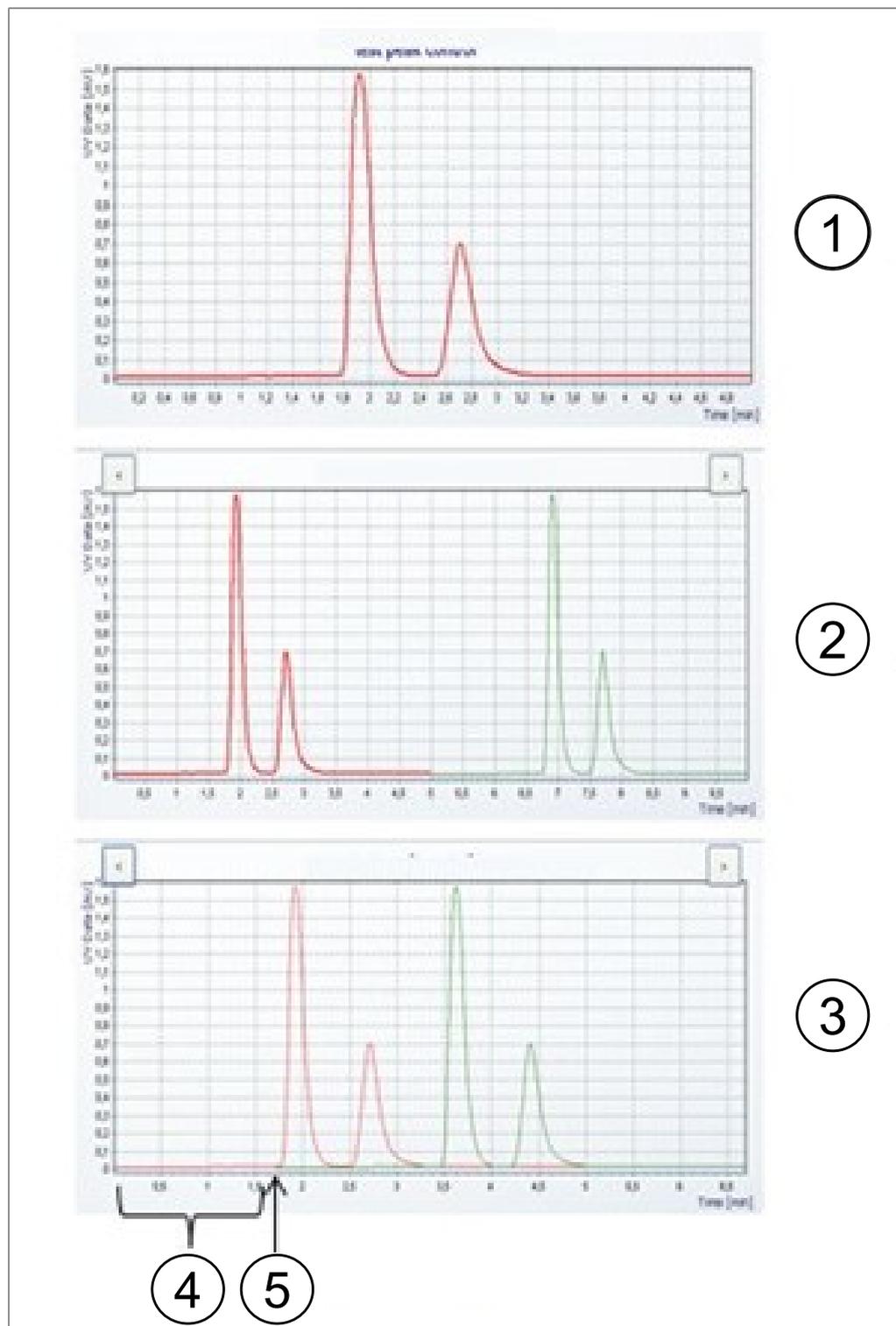
The screenshot shows a 'Spitzenkontrollfenster' (Peak Control window) with the following settings:

Use Peak Control	1	On
Controlled Peak	2	0
Automatic Shift	3	Off
Max. Shift	4	600
Min. Height	5	0

At the bottom of the window are two buttons: CANCEL and OK.

Nr.	Name	Beschreibung
1	Use Peak Control	Ein- und Ausschalten der Spitzenkontrolle.
2	Controlled Peak	Nummer der kontrollierten Spitze.
3	Automatic Shift ON	Das Auffangfenster wird automatisch korrigiert.
	Automatic Shift OFF	Es wird nur beobachtet, ob die Spitzenverschiebung kleiner als die maximale Verschiebung ist.
4	Max. Shift	Die maximale Verschiebungsdifferenz wird in Sekunden angegeben. Die maximal zulässige Verschiebung von der Haltezeit, die während der ersten Einspritzung beobachtet wird.
5	Min. Height	Die Mindesthöhe wird in Prozent angegeben. Mindesthöhe der kontrollierten Spitze mit der ersten Einspritzspitze vergleichen. Ist die Spitze geringer, wird der Lauf automatisch gestoppt. Die Mindesthöhe wird in Prozent angegeben. Ist die Spitze geringer, wird der Lauf automatisch gestoppt.

Einspritzdiagramm



Nr.	Name	Beschreibung
1	Erste Einspritzung	Chromatogramm der ersten Einspritzung.
2	Mehrere Einspritzungen	Chromatogramm für mehrere Einspritzungen.
3	Stapeleinspritzungen	Chromatogramm der Stapeleinspritzung.
4	Stapelzeit	Der Zeitraum zwischen zwei aufeinander folgenden Einspritzungen.

Nr.	Name	Beschreibung
5	Start der zweiten Einspritzung	Zeit, zu der die zweite Einspritzung stattfindet.

6.5.1 Einstellen der Spitzenkontrolle

Bei Verwendung eines Fraktionierungsmodus mit Spitzendetektion wird am Ende jeder Einspritzung die programmierte Anzahl an Spitzen mit der tatsächlich detektierten verglichen. Der Lauf stoppt automatisch, wenn die Spitzendetektion nicht erfolgreich ist.

Die Anzahl der aufzufangenden Spitzen wird durch Antippen der entsprechenden Spitzenzahl bestimmt. Der Bediener kann Start- und Stoppzeit der Fraktionierung angeben sowie die Probenflasche, in der die Fraktionen für die ausgewählte Zahl aufgefangen werden. Die Startzeit der folgenden Spitze muss grösser sein als die Stoppzeit der vorangehenden. Die Stoppzeit der letzten Fraktion muss niedriger sein als die Gesamtlaufzeit der Trennung. Auf die Schaltfläche *[Peak No.]* tippen, wenn keine Spitzen aufgefangen werden sollen. Dadurch werden die Eingabefelder deaktiviert.

Die Spitzenkontrollfunktion ermöglicht es dem System, automatisch zu erkennen, wenn eine Spitze ausserhalb des Auffangbereiches liegt, und entweder den Lauf zu stoppen oder das Auffangfenster entsprechend zu korrigieren.

Wird ein Modus mit Spitzendetektion verwendet, muss die Anzahl detektierte Spitzen gleich der Anzahl programmierter Spitzen sein. Andernfalls wird der Lauf gestoppt. Dieser Test wird auch dann ausgeführt, wenn die Spitzenkontrolle ausgeschaltet ist.

Navigationspfad:

→ *COLLECTION* → *[Peak control]*

- ▶ Auf die Schaltfläche *[OFF]* tippen, um die Spitzenkontrolle zu deaktivieren.
- ▶ Auf die Schaltfläche *[ON]* tippen, um die Spitzenkontrolle zu aktivieren.
- ⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet, um die Kontrollbedingungen festzulegen.
- ▶ Die Kontrollbedingungen festlegen.

Use Peak Control	On
Controlled Peak	0
Automatic Shift	Off
Max. Shift	sec 600
Min. Height	% 0
<input type="button" value="CANCEL"/> <input type="button" value="OK"/>	

- ▶ Zum Bestätigen auf die Schaltfläche *[OK]* tippen.

6.5.2 Einstellen der Stapeleinspritzung

Die Stapeleinspritzung im isokratischen Modus ermöglicht die zeitsparende Fraktionierung grosser Proben. Die Probenportionen werden nach der Eluierung einer Spitze eingespritzt.

Navigationpfad:

→ *COLLECTION*

- ▶ Auf die Schaltfläche [*Stack injection*] tippen, um die Stapeleinspritzoption auszuwählen.

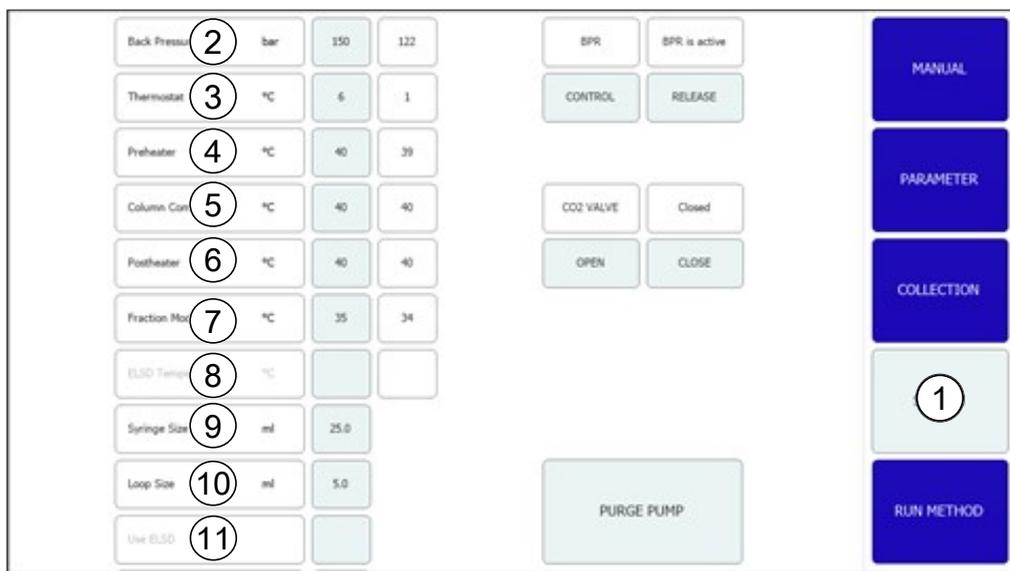


- ▶ Auf die Schaltfläche [*Stack time*] tippen, um die Stapelzeit einzugeben.

- ⇒ Die Stapelzeit bestimmt, wann die nächste Einspritzung erfolgt. Diese Zeit muss kürzer als die Laufzeit, aber lange genug dauern, dass alle Fraktionierungen inbegriffen sind.



6.6 Registerkarte SYSTEM



Nr.	Name	Beschreibung
1	Registerkarte <i>SYSTEM</i>	Zum Konfigurieren von Systemeinstellungen. Die Systemparameter werden in diesem Fenster festgelegt. Sie sind unabhängig von der geladenen Methode und können für jeden Lauf einzeln angepasst werden.
2	Back Pressure	Gibt den Gegendruck im System in bar an.

Nr.	Name	Beschreibung
3	Thermostat	Temperatur im Wärmetauscher in °C.
4	Preheater	Temperatur in der Vorheizung in °C.
5	Column Compartment	Temperatur im Säulenofen in °C.
6	Postheater	Temperatur in der Nachheizung in °C.
7	Fraction Module	Temperatur im Fraktionsmodul in °C.
8	ELSD Temperature	Temperatur der ELSD in °C.
9	Syringe Size	Spritzenvolumen in mL oder µL.
10	Loop Size	Einspritzschleifenvolumen in mL.
11	Use ELSD	Dient zum Ein- oder Ausschalten der ELSD.

6.6.1 Kontrolle des Gegendrucks

Die Schaltfläche zur Steuerung des Gegendruckreglers befindet sich oben rechts. Das weiße Feld zeigt den Status des Gegendruckreglers an.

Navigationspfad:

→ *SYSTEM*

Voraussetzung:

Gerät läuft. Angezeigter BPR-Status: BPR is active.

▶ Auf die Schaltfläche *[RELEASE]* tippen.

⇒ Das Ventil wird geöffnet und entlässt den Druck im System. BPR-Status ändert sich in «BPR is open».



Voraussetzung:

Angezeigter BPR-Status: BPR is open.

▶ Auf die Schaltfläche *[CONTROL]* tippen.

⇒ Das Ventil wird geschlossen und die Gegendruckregelung wird aktiviert. BPR-Status ändert sich in «BPR is active».



6.6.2 Steuerung des CO₂-Ventils

Die Schaltfläche zur Steuerung des CO₂-Ventils befindet sich in der Mitte. Das weiße Feld zeigt den Status des CO₂-Ventils an.

Navigationspfad:

→ *SYSTEM*

Voraussetzung:

Angezeigter Status des CO₂-VENTILS: Closed.

▶ Auf die Schaltfläche *[OPEN]* tippen.

⇒ Das Ventil öffnet sich. Status des CO₂-VENTILS ändert sich in «Open».



Voraussetzung:

- Angezeigter Status des CO₂-VENTILS: Open.
- ▶ Auf die Schaltfläche *[CLOSE]* tippen.
- ⇒ Das Ventil schliesst. Status des CO₂-VENTILS ändert sich in «Closed».



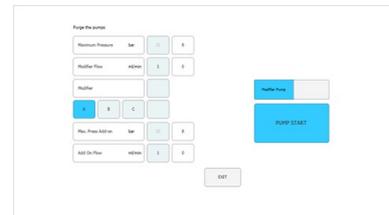
6.6.3 Steuerung der Spülpumpe

Navigationspfad:

→ *SYSTEM* → *[Purge Pump]*

Voraussetzung:

- Gerät läuft.
- Angezeigter Status des CO₂-VENTILS: Closed.
- ▶ Auf die Schaltfläche *[Purge Modifier Pump]* oder *[Purge Add-on Pump]* tippen.
- ⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet, um die Modifier-Pumpe festzulegen.



- ▶ Auf die Schaltfläche *[Open]* tippen, um das Spülventil von den Pumpen freizugeben.

ACHTUNG! Die Spül-Zusatzpumpe hat nur einen Einlass. Der Modifier-Einlass kann nicht ausgewählt werden.

ACHTUNG! Ist der Druck an der Pumpe höher als der maximale Druck für die Spülpumpe, wird nicht mit dem Spülen begonnen.

- ▶ Modifier-Einlass und Durchflussrate auswählen.
- ▶ Auf die Schaltfläche *[Pump Start]* tippen, um den Prozess zu starten.
- ▶ Auf die Schaltfläche *[Pump Stop]* tippen, um das Spülventil zu schliessen und das Spülen zu beenden.

6.7 Registerkarte RUN METHOD



Nr.	Name	Beschreibung
1	Chromatogramm	Das aktuelle Chromatogramm wird im oberen Teil des Fensters angezeigt.
2	Titelleiste	Methodenname und Probenname werden in der Titelleiste angezeigt. Die Einspritzanzahl ist in der Titelleiste zu sehen.
3	Prozessübersichtsdiagramm	Im Prozessübersichtsdiagramm unten links werden Chromatogramme bei mehreren Einspritzungen überlagert angezeigt. Bei Stapelinspritzung werden die aufgefangenen Fraktionen überlagert angezeigt.
4	Parameterstatus	Der Status einzelner Systemparameter und Methodenparameter während des Laufs wird in der Tabelle unten rechts angezeigt.
5	Schaltfläche [PEAK CONTROL] (grau)	Spitzenkontrolle ist aus.
	Schaltfläche [PEAK CONTROL] (grün)	Spitzenkontrolle ist an. Die Position der Spitzen hat sich verglichen mit der ersten Einspritzung nicht geändert.
	Schaltfläche [PEAK CONTROL] (orange)	Spitzenkontrolle ist an. Die überwachte Spitze hat sich verschoben, und das Auffangfenster wurde automatisch angepasst.
	Schaltfläche [PEAK CONTROL] (rot)	Spitzenkontrolle ist an. Die überwachte Spitze liegt ausserhalb des Auffangbereiches, und der Lauf wurde gestoppt.

Nr.	Name	Beschreibung
6	Schaltfläche [LAMP OFF] (grau)	Leuchte ist aus.
	Schaltfläche [LAMP HEATING] (gelb)	Leuchte wird aufgeheizt.
	Schaltfläche [LAMP ON] (grün)	Leuchte ist an.
7	Schaltfläche [TEMPERATURE] (rot)	Die Temperaturen in allen überwachten Bereichen (Säulenabteil, Vorheizung und Fraktionierungsmodul) wurden nicht erreicht. Der Lauf kann nicht gestartet werden.
	Schaltfläche [TEMPERATURE] (gelb)	Das Säulenabteil und die Vorheizung haben die Solltemperatur erreicht. Der Lauf kann gestartet werden.
	Schaltfläche [TEMPERATURE] (grün)	Das Fraktionierungsmodul sowie das Säulenabteil und die Vorheizung haben ihre Temperaturintervalle erreicht. Einspritzungen können erfolgen.
8	Schaltfläche [BACK PRESSURE] (orange)	Das Gegendruckregelventil ist aktiv. Die Pumpen können gestartet werden. Ein Lauf kann ebenfalls gestartet werden, aber die Äquilibrierungszeitmessung beginnt erst, nachdem der Gegendruck erreicht wurde.
	Schaltfläche [BACK PRESSURE] (grün)	Der im System festgelegte Gegendruck wurde erreicht. Der Lauf kann gestartet werden.
	Schaltfläche [BACK PRESSURE] (gelb)	Der im System festgelegte Gegendruck wurde innerhalb von 2 Minuten nach dem Start nicht erreicht, oder der Druck lag während des Laufs länger als 30 Sekunden um 10 bar unter dem Solldruck, oder der Druck ist während des Laufs um mehr als 50 bar abgefallen. Die Pumpen werden abgeschaltet, da es ein Leck geben könnte.
9	Schaltfläche [CHANGE]	Mit dieser Schaltfläche können Parameter während des Laufs verändert werden.

6.7.1 Vor dem Starten eines Laufs

Navigationpfad:

→ RUN METHOD

▶ Auf die Schaltfläche [Start] tippen.

⇒ Das Display zeigt ein Dialogfeld mit einem Eingabefeld für Buchstaben und Zahlen.

▶ Probenamen eingeben.

► Zum Bestätigen auf die Schaltfläche *[OK]* tippen.

⇒ Der Wert wird gespeichert.

⇒ Das Dialogfeld wird geschlossen.

► Einen Lauf starten. Siehe Kapitel 7.6 "Starten eines Laufs", Seite 58.

6.8 Änderungen während eines Laufs



HINWEIS

Die Mindestanzahl an Einspritzungen ist die aktuelle Einspritzung oder 1, falls die Äquilibration noch läuft.

Die Anzahl an Einspritzungen kann für alle Einspritztypen geändert werden.



HINWEIS

Bei mehreren Einspritzungen lassen sich Einspritzvolumen und Laufzeit für isokratische Läufe anpassen.



HINWEIS

Eine Veränderung des Einspritzvolumens gilt ab der nächsten noch nicht begonnenen Aspiration von Probenvolumen. Liegt der Start des Einspritzprozesses später als für ein neues vergrößertes Volumen geplant, wird vor der folgenden Einspritzung entsprechend lange gewartet. Die Laufzeit wird dadurch nicht verändert.



HINWEIS

Die Fraktionierungsparameter können ab der zweiten Fraktionierung angepasst werden.



HINWEIS

Wenn Schwellenwerte geändert werden, wird die Auswirkung auf die bereits erfassten simuliert und zur Illustration im Diagramm angezeigt. Der zunehmende Abfall am Ende (Pfeile nach rechts) bewegt die Linie nach links und umgekehrt.



HINWEIS

Werden Auffangintervalle geändert, werden die ursprünglich verwendeten Werte in matteren Farben dargestellt, die nun verwendeten Werte in der bekannten Farbe.



HINWEIS

Werden Läufe im Auffangmenü geladen, werden die ursprünglichen Werte für die Erfassung angezeigt. Wird nur eine Einspritzung angezeigt, werden die in dieser Einspritzung verwendeten Werte angezeigt.

6.8.1 Ändern der Anz. an Einspritzungen

Navigationspfad:

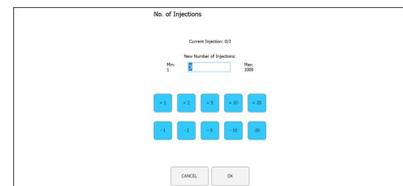
→ *RUN METHOD* → *[Change]*

ACHTUNG! Dieses Fenster wird automatisch nach 10 Sekunden geschlossen, wenn keine Auswahl getroffen wird.

- ▶ Auf die Schaltfläche [*No. of Injections*] tippen, um die Anzahl an Einspritzungen zu ändern.
- ⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet.



- ▶ Auf eine Schaltfläche [*negative number*] tippen, um eine Mindestzahl festzulegen.



- ▶ Auf die Schaltfläche [*CANCEL*] tippen, um das Fenster ohne Änderungen zu schließen.
- ▶ Auf die Schaltfläche [*OK*] tippen, um die Version der Lösungsmittelmenge zu aktualisieren.
- ⇒ Das Fenster wird automatisch geschlossen.

6.8.2 Ändern von Einspritz- und Laufzeitparametern

Navigationspfad:

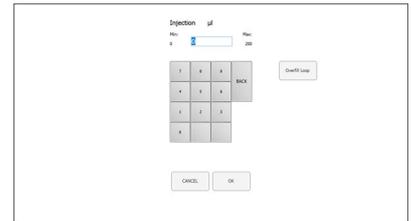
→ *RUN METHOD* → [*Change*]

ACHTUNG! Dieses Fenster wird automatisch nach 10 Sekunden geschlossen, wenn keine Auswahl getroffen wird.

- ▶ Auf die Schaltfläche [*Injection*] oder [*Run Time*] tippen, um Parameter zu ändern.
- ⇒ Das Display zeigt einen Dialog mit einem Eingabefeld für Zahlen.



- ▶ Den Wert eingeben.
- ▶ Zum Bestätigen auf die Schaltfläche [OK] tippen.
- ⇒ Der Wert wird gespeichert.
- ⇒ Das Dialogfeld wird geschlossen.



ACHTUNG! Das verwendete Maximalvolumen wird nicht nur durch die Einspritzschleife oder die Spritzengrösse bestimmt, sondern auch durch die Zeit zwischen Einspritzungen.

- ▶ Auf die Schaltfläche [CANCEL] tippen, um das Fenster ohne Änderungen zu schliessen.
- ▶ Auf die Schaltfläche [OK] tippen, um die Version der Lösungsmittelmenge zu aktualisieren.
- ⇒ Das Fenster wird automatisch geschlossen.

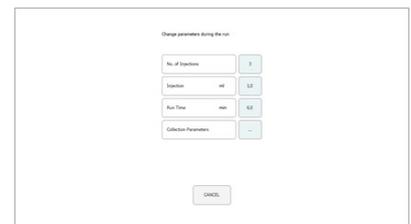
6.8.3 Ändern des Fraktionsparameters

Navigationspfad:

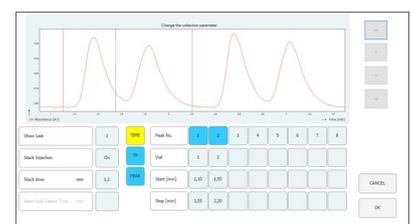
→ RUN METHOD → [Change]

ACHTUNG! Dieses Fenster wird automatisch nach 10 Sekunden geschlossen, wenn keine Auswahl getroffen wird.

- ▶ Auf die Schaltfläche [Collection Parameters] tippen.
- ⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet.

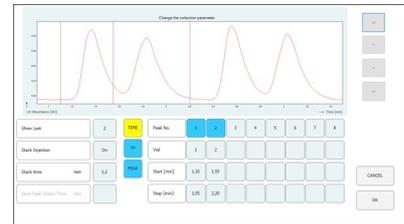


- ▶ Auf die Schaltfläche [Show Last] tippen.
- ⇒ Ermöglicht Anzeigen und Umschalten zwischen der letzten, den letzten beiden oder den letzten drei Einspritzungen (sofern diese bereits aufgezeichnet wurden).

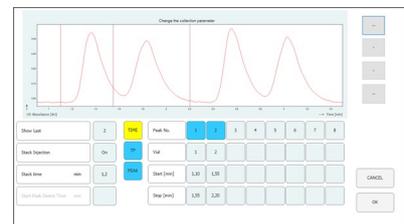


ACHTUNG! Die Methode für die Fraktionierung (zeit- und/oder spitzenbasiert) sowie die Start-Spitzendetektionszeit können nach dem Start des Laufs nicht mehr geändert werden. Diese Schaltflächen dienen nur der Information.

- ▶ Auf eine der Schaltflächen zum Starten oder Stoppen tippen, um den Fraktionsparameter zu ändern.
- ⇒ Der Wert wird blau angezeigt.



- ▶ Auf die Schaltfläche [**>**] tippen, um den Wert um + 0.01 zu ändern.
- ▶ Auf die Schaltfläche [**<**] tippen, um den Wert um - 0.01 zu ändern.
- ▶ Auf die Schaltfläche [**>>**] tippen, um den Wert um + 0.05 zu ändern.
- ▶ Auf die Schaltfläche [**<<**] tippen, um den Wert um - 0.05 zu ändern.



- ▶ Auf die Schaltfläche [**OK**] tippen, um die Änderungen in Kraft zu setzen.

6.9 CO₂-Recyclingmodul

Navigationspfad:

→ *MANUAL* → [*SERVICE*]

Fraction Inlet Pressure	46.9	bar
Recycling Inlet Pressure	72.3	bar
Recycling Outlet Pressure	47.1	bar
Waste Bottle Sensor	OFF	
Waste Bottle Sensor Count	0	
Flush Fraction	OFF	
Fraction Open Time	0.0	sec

Version: 3.1.0.8

Nr.	Name	Beschreibung
1	Registerkarte <i>MANUAL</i>	Zum manuellen Starten und Stoppen eines Laufs.
2	Schaltfläche [<i>EMERGENCY STOP</i>]	Zum Durchführen des NOTAUS.
3	Schaltfläche [<i>BACK TO MAIN VIEW</i>]	Zum Zurückkehren zur Registerkarte <i>MANUAL</i> .
4	Parametertabelle	Zum Anzeigen mehrerer Parameter über das Recyclingmodul.
5	Schaltfläche [<i>Switch Temperature OFF</i>]	Zum Ausschalten aller Temperatursteuerungen.
6	Schaltfläche [<i>Piston Flush 10 sec</i>]	Zum Spülen des Kolbens für 10 Sekunden.
7	Schaltfläche [<i>Detector Calibration</i>]	Zum manuellen Starten der Kalibration des UV-Detektors.
8	Schaltfläche [<i>Lamp ON</i>]	Zum Einschalten der Leuchte.
9	Schaltfläche [<i>Lamp OFF</i>]	Zum Ausschalten der Leuchte.
10	Schaltfläche [<i>Syringe Exchange</i>]	Zum Bewegen der Spritzenpumpe in eine Position, die den Austausch der Glasspritze ermöglicht.
11	Schaltfläche [<i>Inject Valve to Inject</i>]	Zum Umstellen des Einspritzventils in die manuelle Position.
12	Schaltfläche [<i>Inject Valve to Load</i>]	Zum Umstellen des Einspritzventils in die Ladeposition.
13	Schaltfläche [<i>Expansion Valve to Inject</i>]	Zum Umstellen des Einspritzventils in den Einspritzmodus.
14	Schaltfläche [<i>Expansion Valve to Expand</i>]	Zum Umstellen des Einspritzventils in den Expansionsmodus.
15	Schaltfläche [<i>Stop Flush Fraction immediately</i>]	Mit dieser Schaltfläche werden die Fraktionierungszyklen aller 10 GLS-Kanäle abgebrochen.
16	Schaltfläche [<i>Manual Flush Fractions</i>]	Mit dieser Schaltfläche wird der Fraktionierungszyklus eines GLS-Kanals gestartet, der in einem neuen Fenster ausgewählt werden kann.
17	Schaltfläche [<i>Flush condensate</i>]	Mit dieser Schaltfläche wird eine Flüssigkeitsdetektion im ersten Zylinder simuliert, sodass Restkondensate ausgespült werden.
18	Schaltfläche [<i>Close all Fraction Valves</i>]	Mit dieser Schaltfläche werden alle fraktionellen Ventile für eine Wartung am Recyclingmodul geschlossen.
19	Software-Version	Zeigt die aktuelle Software-Version an.

Parametertabelle

Fraction Inlet Pressure	46.9	bar
Recycling Inlet Pressure	72.3	bar
Recycling Outlet Pressure	47.1	bar
Waste Bottle Sensor	Off	
Waste Bottle Sensor Count	0	
Flush Fraction	Off	
Fraction Open Time	0.0	sec

Nr.	Name	Beschreibung
1	Fraction Inlet Pressure	Der Druck am Einlass des Gas-Flüssigkeits-Trenners
2	Recycling Inlet Pressure	Der Druck der CO ₂ -Zufuhr, die in das Recyclingmodul geht
3	Recycling Outlet Pressure	Der Druck des recycelten CO ₂
4	Waste Bottle Sensor	Der Sensor ist so eingestellt, dass er Flüssigkeit erkennt <i>[ON]</i> oder nicht <i>[OFF]</i>
5	Waste Bottle Sensor Count	Dieser Wert gibt an, wie oft der Sensor Flüssigkeit erkannt hat. Der Wert weist darauf hin, wie stabil das Recycling und die Gas-Flüssigkeits-Trenner arbeiten. Ein niedriger Wert steht für stabile Bedingungen. Ein hoher Wert bedeutet, dass viel Flüssigkeit mitgenommen wird. Dieser Wert wird bei jedem Start im Fenster «Run Method» auf null gesetzt.
6	Flush Fraction	Dieser Wert zeigt an, ob das Fraktionsventil (Ausgang) geschlossen (OFF) oder offen (ON) ist.
7	Fraction Open Time	Dieser Wert zeigt an, dass die Fraktionierung noch läuft, und wie lange das Fraktionsventil noch geöffnet ist.

Funktionale Beschreibung

Sind Recyclingeinlassdruck und Recyclingauslassdruck ungefähr gleich, wird der CO₂-Pumpe recyceltes CO₂ zugeführt.

Im ersten Zylinder des Recyclingmoduls kann der gelöste Modifier kondensieren. Die Flüssigkeit sammelt sich am Boden des Zylinders, wo eine Ventil-Sensor-Ventil-Kombination eingerichtet ist. Erkennt der Sensor Flüssigkeit, wird das obere Ventil geschlossen und das untere geöffnet, damit das Kondensat ablaufen kann.

Aufgrund des Recyclingmoduls stehen auch die Gas-Flüssigkeits-Trenner (GLS) unter Druck. Die fraktionierte Flüssigkeit wird über druckstabile biegsame Leitungen in das Recyclingmodul geführt. Für jeden der zehn GLS steht eine Ventil-Speicherleitung-Ventil-Kombination zur Verfügung.

Wird ein GLS für die Fraktionierung in der Software auf aktiv geschaltet, wird das obere Ventil (Einlassventil Fraktion) geöffnet, und die Speicherröhre füllt sich mit der fraktionierten Flüssigkeit. Die Software berechnet anhand der Durchflussrate der Modifier-Pumpe, wie lange das Ventil geöffnet bleiben kann und wann es voll ist. Sie schliesst und öffnet das untere Ventil (Auslassventil Fraktion), um die fraktionierte Flüssigkeit in den Auffangbehälter zu überführen.

7 Bedienung

7.1 Systemstart

- ▶ Den externen Thermostat einschalten.
Die empfohlene Temperatur beträgt 5 °C.

- ▶ Den Kühler einschalten.

- ▶ Auf den **EIN/AUS-Schalter** drücken.
⇒ Dadurch wird die restliche Hardware eingeschaltet.

- ▶ Das System mit dem **Hauptschalter** einschalten.
⇒ Dadurch werden auch der Computer und der Touchscreen gestartet.

- ▶ Den Notausschalter loslassen.
- ▶ Die grüne Taste neben dem Notausschalter drücken.

- ▶ Auf das Symbol **[Prep SFC]** auf dem Touchscreen tippen, um die Software zu starten.
- ⇒ Das Fenster «Steuersoftware für präparative SFC» wird geöffnet.



- ▶ Auf die Schaltfläche **[Verify]** tippen, um sicherzustellen, dass alle Module ordnungsgemäss kommunizieren.

7.2 Positionieren der Probe

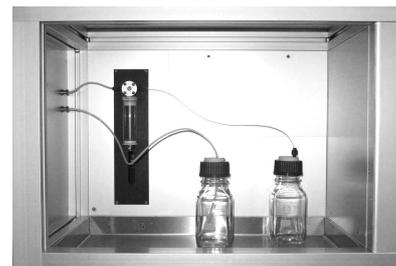


HINWEIS

Die Kapillarröhren sollten gerade und ohne Spannung nach unten verlaufen.

- ▶ Die Probe in die Probenschale geben.

- ▶ Die Kapillarröhren durch die Anschlussbeschläge im Halter führen, bis sie den Boden der Probenflasche erreichen.



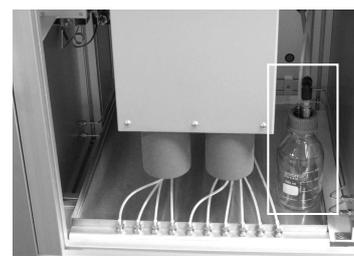
7.3 CO₂-Abluftsteuerung (Auffangflasche)

Im Abteil der Gas-Flüssigkeits-Trenner (GLS) befindet sich rechts eine Auffangflasche für Lösungsmittel, die im GLS nicht vollständig getrennt wurden.

Im Normalfall wird die Flüssigkeit im GLS vollständig getrennt, aber unter bestimmten Umständen und je nach Betriebsbedingungen (Durchflussrate, Lösungsmittel und Temperatur des Dekompressions-Heizmoduls bzw. des GLS) können geringe Flüssigkeitsmengen in der Auffangflasche gesammelt werden.

- ▶ Die Auffangflasche öffnen.
- ▶ Die Auffangflasche entleeren.
- ▶ Den Verschluss fest auf die Flasche schrauben.

ACHTUNG! Der Flaschenverschluss muss fest aufgeschraubt sein. Weder Gase noch Lösungsmittel dürfen in das GLS-Abteil entweichen.



In der Erstphase eines Laufs:

- ▶ Den Füllstand der Auffangflasche von Zeit zu Zeit prüfen, damit gewährleistet ist, dass der GLS ordnungsgemäss funktioniert.

7.4 Positionieren der Fraktionierungsflaschen



HINWEIS

Fraktionsflaschen jeder Grösse können in eine Sicherheitsschale unter dem GLS-Modul platziert werden.

Die Anzahl an GLS entspricht der Auslassanzahl des Fraktionierungsventils.

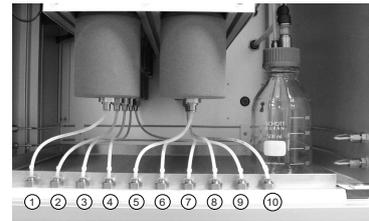


HINWEIS

Je nach ausgewählter Durchflussrate können entweder bis zu 8 Fraktionen (Einzelmodus, Durchflussrate max. 180 mL/Min.) oder bis zu 4 Fraktionen (Tandemmodus, Durchflussrate über 180 mL/Min.) aufgefangen werden. Im Tandemmodus sind GLS 1 und 2, 3 und 4, 5 und 6 sowie 7 und 8 parallel geschaltet.

Im Tandemmodus müssen zusammengehörende Fraktionsröhrchen (z. B. GLS 1 und 2 bei Fraktion 1) an eine gemeinsame Fraktionierungsflasche angeschlossen sein.

- ▶ Die Fraktionsflaschen in einer geeigneten Auffangschale unter die Einheit stellen.
- ▶ Die entsprechenden Kapillarröhren der Gas-Flüssigkeits-Trenner an der Fraktionsflasche befestigen.
- ▶ Röhren 9 und 10 mit dem Abfallbehälter verbinden.
- ▶ Die nicht für den Fraktionsauffang benötigten Röhren an den Abfallbehälter anschliessen.



7.5 Methodenauswahl

Navigationspfad:

→ *PARAMETER*

- ▶ Auf die Schaltfläche *[Load]* tippen, um die beabsichtigte Methode auszuwählen.
- ▶ Die Anzahl an Einspritzungen angeben, die nacheinander erfolgen müssen.
- ▶ Prüfen, ob sich die richtige Säule an der ausgewählten Säulenposition befindet.
- ▶ Auf die Menüs Schaltfläche *COLLECTION* tippen.
- ▶ Die Anzahl an Fraktionen, die aufgefangen werden sollen, und die Fraktionierungszeitskala definieren.
- ▶ Im Systemfenster die Systemeinstellungen prüfen.

Siehe Software für detaillierte Informationen zum Einrichten von Methoden, Anpassen von Fraktionierungsbedingungen und Festlegen von Systemeinstellungen.

7.6 Starten eines Laufs



HINWEIS

Je nach ausgewählten Parametern ist eine Äquilibrierungszeit von mehreren Minuten erforderlich, um das Temperaturprofil einzurichten. Die kürzeste empfohlene Zeitspanne beträgt 5 Minuten. Konnte innerhalb dieser Zeitspanne noch kein stabiles Temperaturprofil etabliert werden, wird die Äquilibrierungszeit automatisch verlängert, bis entweder ein stabiles Temperaturprofil etabliert oder die maximale Zeitspanne von 15 Minuten erreicht wurde. Wenn nach 15 Minuten kein stabiles Temperaturprofil etabliert wurde, wird der Lauf automatisch angehalten.

Navigationspfad:→ *PARAMETER*

Voraussetzung:

- ☑ Es muss ausreichend CO₂ und Lösungsmittel vorhanden sein, damit der Trennlauf der Probe abgeschlossen werden kann. Der Eluentenverbrauch hängt stark von der verwendeten Methode ab. Um Schäden an den Pumpen zu vermeiden, dürfen sie nicht trocken laufen.
- ☑ Die Volumina von Fraktionsflaschen und dem Abfallbehälter müssen gross genug für die gesamte Trennung sein, damit sie nicht überlaufen.
- ☑ Die Auffangflasche muss leer sein, und der Verschluss muss fest zugeschraubt sein.
- ☑ Das Gerät muss für einen Lauf vorbereitet sein.
- ☑ Die korrekten Methoden und Fraktionsbedingungen müssen ausgewählt sein.
 - ▶ Die korrekte Säule, den korrekten Gradienten und die korrekte Detektionswellenlänge auswählen.
 - ▶ Auf die Schaltfläche [*Pump Start*] tippen.
 - ⇒ Die Pumpen laufen mit den Startbedingungen des ausgewählten Gradienten an.
 - ▶ Auf die Schaltfläche [*Injection*] tippen.
 - ⇒ Die Einspritzung kann gestartet werden, wenn die Solltemperaturbedingungen erreicht wurden.

7.7 Beenden eines Laufs**HINWEIS**

Nachdem ein Lauf beendet wurde, halten die Pumpen automatisch an, und das CO₂-Absperrventil wird automatisch geschlossen. Die Temperatursteuerungen und der Gegendruckregler bleiben aktiv.

- ▶ Auf die Schaltfläche [*STOP*] tippen.
 - ⇒ Ein neues Fenster wird geöffnet.



- ▶ Auf die Schaltfläche [*Cancel*] tippen.
 - ⇒ Das Menü *RUN METHOD* wird geöffnet, doch der Lauf wird fortgesetzt.

- ▶ Auf die Schaltfläche [*Finish Injection*] tippen.
 - ⇒ Alle bereits in der Säule befindlichen Einspritzungen (Stapeleinspritzung) werden zu Ende gebracht. Dann wird das System angehalten. Die Beschriftung der Schaltfläche für den automatischen Start ändert sich in «angehalten».

- ▶ Auf die Schaltfläche [*Immediately*] tippen.
 - ⇒ Der Lauf wird sofort angehalten.

7.8 Herunterfahren des Systems

Navigationspfad:

→ *MANUAL*

- ▶ Auf die Schaltfläche [*EXIT*] tippen, um die Steuersoftware für präparative SFC zu schliessen.

- ▶ Den Windows-Computer herunterfahren.

- ▶ Die Systeme über den **Hauptschalter** ausschalten, um alle Module herunterzufahren.

7.9 Verwenden des Notausschalters

- ▶ Den **Notausschalter** betätigen, um die Pumpen, den Detektor und alle temperaturgesteuerten Module abzuschalten.
 - ⇒ Dadurch wird das CO₂-Absperrventil geschlossen, sodass kein CO₂ mehr entweichen kann.
 - ⇒ Der Windows-Computer läuft weiter. Durch ein Notaus gehen keine Daten verloren.

7.10 Überwachen der Systemfunktionalität

Die integrierte Elektronik des Präp-SFC 660-Systems enthält auch eine Überwachungsfunktion. Diese Funktion wird bei Initialisierung der Software aktiviert. Bei einem Ausfall der Software oder einem Computerabsturz löst die Überwachungsfunktion den Notausschalter aus, sodass die Stromzufuhr zu den Pumpen und Heizelementen abgeschnitten wird. Das CO₂-Einlassventil wird geschlossen.

Bei ruhendem System beträgt die Dauer der Überwachung 10 Minuten, bei laufenden Pumpen nur noch 2 Minuten.

Während des normalen Herunterfahrens der Software werden die Heizelemente ausgeschaltet, aber der Notstromkreis nicht.

8 Reinigung und Wartung



HINWEIS

- ▶ Nur die in diesem Abschnitt beschriebenen Wartungs- und Reinigungsarbeiten durchführen.
- ▶ Keine Wartungs- und Reinigungsarbeiten durchführen, die ein Öffnen des Gehäuses erfordern.
- ▶ Nur Originalzubehör, Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien von BÜCHI verwenden, um einen einwandfreien Betrieb zu gewährleisten und die Garantie zu erhalten.
- ▶ In diesem Abschnitt beschriebenen Wartungs- und Reinigungsarbeiten durchführen, um die Lebensdauer des Geräts zu verlängern.

8.1 Reinigen der UV-Detektor-Durchflusszelle

Voraussetzung:

- Die Detektor-Ausgangslinie wird unruhig. Möglicherweise sind Probenrückstände in der Durchflusszelle.
- ▶ Die Säulen entfernen.
- ▶ Die Säulen durch Edelstahl-Kapillarröhren ersetzen.
- ▶ Die Edelstahl-Kapillarröhre mit einer CO₂-Modifier-Mischung spülen.

Weitere Anleitungen in der Bedienungsanleitung des Herstellers für den Knauer Detektor UVD 2.1S.

8.2 Entfernen der UV-Detektor-Durchflusszelle



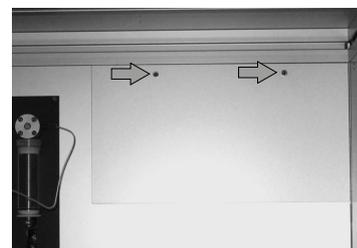
HINWEIS

Der Detektor wird in umgekehrter Reihenfolge eingebaut.

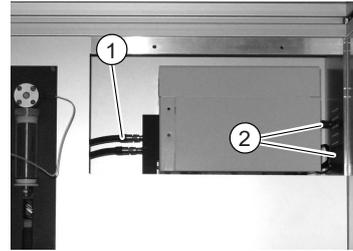
Beim Einbau des Detektors muss darauf geachtet werden, dass dieser so mittig wie möglich im Detektorabteil positioniert wird, damit eine ausreichende Luftzirkulation gewährleistet ist.

Zum Austauschen der Lampen des Detektors muss dieser aus dem Gerät entfernt werden.

- ▶ Die beiden Befestigungsschrauben entfernen.
- ▶ Die Detektorklappe herausnehmen.



- ▶ Die Schrauben aus dem Detektorgehäuse der Lichtwellenleiter entfernen.
- ▶ Das Stromversorgungskabel und das Netzkabel entfernen.



-
- ▶ Den Detektor aus dem Detektorabteil nehmen.
-

8.3 Gegendruckregelventil

Bei Problemen mit dem Gegendruckregelventil bitte an den BÜCHI-Kundendienst wenden.

8.4 Fraktionierungsventil

Bei Problemen mit dem Fraktionierungsventil bitte an den BÜCHI-Kundendienst wenden.

8.5 Gas-Flüssigkeits-Trenner (GLS)



HINWEIS

Zur Vermeidung von Kontaminierung in den aufgefangenen Fraktionen wird empfohlen, die Gas-Flüssigkeits-Trenner nach jedem Lauf mit einer CO₂-Modifizier-Mischung zu spülen.

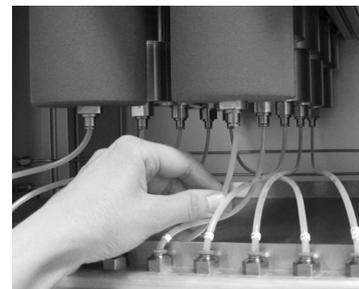
- ▶ Jeden GLS 30 Sekunden lang bei vollem Durchfluss von 150 mL/Min. und mit 30 % Modifier spülen.
 - ⇒ Reicht das nicht aus, manuell reinigen.
- ▶ Die GLS-Becher entfernen und manuell mit geeignetem Lösungsmittel im Ultraschallbad reinigen.



HINWEIS

Dabei nicht die Isolierung beschädigen.

- ▶ Den Klemmring der Schlauchverbindung nach oben drücken.
- ▶ Den Schlauch ohne übermäßigen Kraftaufwand nach unten ziehen.
 - ⇒ Fraktionsschläuche von den GLS-Bechern sind getrennt.



- ▶ Den Klemmring der Schlauchverbindung nach oben drücken.
- ▶ Den Schlauch ohne übermäßigen Kraftaufwand nach unten ziehen.
- ⇒ Fraktionsschläuche vom Schottanschluss sind getrennt.

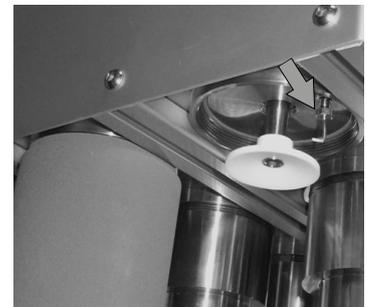
- ▶ Einen 16-mm-Steckschlüssel auf die Metallflächen oberhalb des Schlauchanschlusses platzieren.
- ▶ Die GLS-Becher im Uhrzeigersinn lösen.



- ▶ Den GLS-Becher mit der Hand abschrauben.
- ▶ Den GLS-Becher entfernen. **VORSICHT! Ein GLS-Becher wiegt etwa 1.2 kg.**



- ▶ Den GLS und die GLS-Becher mit einem geeigneten Lösungsmittel reinigen.
- ▶ Den GLS und die GLS-Becher mit einem fusselfreien Tuch reinigen. **VORSICHT! Keine Lösungsmittel verwenden, die das Polyurethan angreifen können (z. B. Aceton). Darauf achten, dass das Einlasskapillar des GLS nicht verbogen wird.**



- ▶ Die GLS-Becher einsetzen.
- ▶ Die GLS-Becher mit der Hand gegen den Uhrzeigersinn eindrehen.
- ▶ Die GLS-Becher mit einem 16-mm-Steckschlüssel handfest anziehen.

9 Hilfe bei Störungen

9.1 Fehlersuche und -behebung

Problem	Mögliche Ursache	Massnahme
Computer startet nicht oder	Netzstecker ist nicht eingesteckt	► Netzstecker einstecken
Touchscreen bleibt dunkel	Sicherung oder FI-Schutzschalter werden ausgelöst	► Sicherung oder FI-Schalter einschalten
	Computer oder Touchscreen defekt	► An den BÜCHI-Kundendienst wenden
Anzeige auf der Kühleinheit leuchtet nicht, obwohl das Gerät eingeschaltet ist	Netzstecker ist nicht eingesteckt	► Netzstecker einstecken
	Kühleinheit ist defekt	► An den BÜCHI-Kundendienst wenden
Kühleinheit startet nicht	Kommunikation mit Gerät ist unterbrochen	► Prüfen, ob das Datenkabel richtig eingesteckt ist
	Kühleinheit ist defekt	► An den BÜCHI-Kundendienst wenden
Kühleinheit erreicht die angegebene Temperatur nicht	Kühlwasserzufuhr unterbrochen oder eingeschränkt	► Kühlwasserzufuhr prüfen
Ungewöhnlich hoher Druck	Pumpe defekt	► An den BÜCHI-Kundendienst wenden
	Fehlfunktion der Ventile	
	Ventil-Fehlfunktion	
Niedrige Durchflussrate (kein Druck)	Pumpenansaugung funktioniert nicht (z. B. wegen lockerer Anschlussbeschläge am Ansaug-Kapillarröhrchen)	► Anschlussbeschläge am Ansaug-Kapillar festziehen, Spülventil öffnen und mit hoher Durchflussrate pumpen.
	Leckagen im System	► Anschlussbeschläge festziehen
	Rückschlagventile verschmutzt	► Rückschlagventile säubern oder austauschen. Siehe Pumpen-Bedienungsanleitung.
CO ₂ -Austritt am Pumpenkopf	Lose Anschlussbeschläge	► Anschlussbeschläge festziehen
	Hochdruckpumpendichtungen sind verschlissen	► Hochdruckpumpendichtungen austauschen. Siehe Pumpen-Bedienungsanleitung.
Druckschwankungen	Rückschlagventile sind verschmutzt oder verschlissen	► Rückschlagventile säubern oder austauschen. Siehe Pumpen-Bedienungsanleitung.

Problem	Mögliche Ursache	Massnahme
Solltemperaturen werden nicht erreicht	Defekte Heizelemente Defekte Temperatursteuerung	► An den BÜCHI-Kundendienst wenden

10 Ausserbetriebnahme und Entsorgung

10.1 Stilllegung

- ▶ Alle Lösungsmittel und Kühlmedien entfernen.
- ▶ Das Gerät ausschalten und vom Stromnetz trennen.
- ▶ Das Gerät reinigen.
- ▶ Alle Röhren und Kommunikationskabel vom Gerät abziehen.

10.2 Entsorgung

Der Bediener ist für die ordnungsgemässe Entsorgung des Geräts verantwortlich.

- ▶ Beim Entsorgen der Ausrüstung sind die lokalen Gesetze und Vorschriften zur Abfallentsorgung zu beachten.
- ▶ Beim Entsorgen auch auf die Entsorgungsvorschriften für die verwendeten Materialien achten. Verwendete Materialien siehe Kapitel 3.4 "Technische Daten", Seite 21.

10.3 Rücksendung des Instrument

Vor dem Zurücksenden des Instruments den Service der BÜCHI Labortechnik AG kontaktieren.

<https://www.buchi.com/contact>

11 Anhang

11.1 Ersatzteile und Zubehör

Nur originales Verbrauchsmaterial und originale Ersatzteile von BÜCHI verwenden, um eine ordnungsgemäße, zuverlässige und sichere Funktion des Systems zu gewährleisten.



HINWEIS

Das Modifizieren von Ersatzteilen oder Baugruppen ist nur nach vorheriger schriftlicher Genehmigung durch BÜCHI zulässig.

Wir werden weltweit von mehr als 100 Vertriebspartnern vertreten.
Ihren Händler vor Ort finden Sie unter:

www.buchi.com

Quality in your hands
