

Kurzanleitung

Checkliste vor Start des Probengebers

Anhand dieser Checkliste können Sie sicherstellen, dass der Probengeber betriebsbereit ist und Sie mit der Analyse beginnen können.

- Probenfläschchen halbgefüllt.
- Kappe ist zentriert, keine Falten, Septum flach.
- Die Positionen der Probenflaschen stimmen mit den Run-Parametern überein.
- Probteller-Quadrant mit Probteller richtig eingerastet.
- In jeder Lösungsmittelflasche sind 4,5 ml frisches Lösungsmittel.
- Abfallflaschen sind leer.
- Zwei Abfallflaschen (mit Probteller).
- Es ist genug Lösungsmittel- und Abfallkapazität für Ihre Probenfläschchen.
- Spritze ist neu oder sauber.
- Auslegung und Größe der Spritze korrekt.
- Der Kolben ist sicher an der Kolbenantriebsschleife befestigt.
- Die Nadelspitze ist mit der Septenüberwurfmutter ausgerichtet.
- Spritze mit Lösungsmittel gespült.
- Der GC-Einlass-Liner ist sauber und deaktiviert.
- Der GC-Einlass-Liner ist für den Injektionstyp korrekt ausgewählt.
- Es ist das korrekte Einlasseptum ausgewählt, und das ist weniger als 200 Injektionen alt.
- Im GC-Einlass ist die korrekte Überwurfmutter installiert.
- Die korrekte Nanoliter-Einstellung für gefordertes Injektionsvolumen (nur für GC- oder Integratorsteuerung).
- Der korrekte Einsatz für den Cool-on-Column-Einlass für Ihre Säule/Spritze ist installiert.

Vermessen einer Probe

Zum Betrieb Ihres Automatischen Flüssigprobengebers Agilent 7683

1. Installieren Sie eine saubere Spritze. Siehe *Spritze* auf Seite 20.
2. Befüllen Sie die Lösungsmittelflaschen und stellen Sie diese in Ihre Ladeeinheit. Siehe *Vorbereitung von Lösungsmittel- und Abfallflaschen* auf Seite 16.
3. Stellen Sie die Abfallflaschen in Ihre Ladeeinheit. Siehe *Vorbereitung von Lösungsmittel- und Abfallflaschen* auf Seite 16.
4. Stellen Sie die Probenfläschchen in die Ladeeinheit oder in den Probteller. Siehe *Vorbereiten der Probenfläschchen* auf Seite 11.

5. Laden oder programmieren Sie die GC-Sequenz. Verwenden Sie hierzu die Dokumentation Ihres Agilent 6890 GC oder Ihrer Agilent ChemStation .
6. Führen Sie die GC-Sequenz aus.

Wenn der GC bereit ist, fängt der Automatische Flüssigprobengeber Agilent 7683 an zu injizieren.

Automatischer
Flüssigprobengeber
Agilent 7683

©Agilent Technologies
1997-2001

Alle Rechte vorbehalten. Reproduktion, Anpassung oder Übersetzung ist ohne die vorherige Einholung einer Genehmigung untersagt, außer bei abweichender Gesetzgebung.

Teile-Nr. G2612-92107

Ersetzt Teile-Nr. G2612-92100

Erste Ausgabe Jan. 2000

Gedruckt in USA

HP® ist ein eingetragenes Warenzeichen der Hewlett Packard Co.

Microsoft®, Windows® und Windows NT® sind eingetragene Warenzeichen der Microsoft Corp.

Sicherheitshinweise

Der Automatische Flüssigprobengeber 7683 entspricht folgenden Klassifizierungen nach IEC (International Electrotechnical Commission): Safety Class 1, Transient Overvoltage Category II und Pollution Degree 2. Dieses Gerät wurde in Übereinstimmung mit geltenden Sicherheitsstandards für den Gebrauch in Gebäuden ausgelegt und getestet. Falls die Sicherheitseinrichtungen des Automatischen Probengebers 7683 beeinträchtigt wurden, trennen Sie das Gerät von der Spannungsversorgung und stellen Sie sicher, dass es nicht unbeabsichtigt in Betrieb genommen werden kann.

Die recyclebare Lithiumionenbatterie ist vom Typ BR-2/3 A 1200 mAh. Sicherungen F001 und F002 mit 3 A, 250 V Wechselspannung, IEC 127 Typ T. Sicherungen F201 und F202 mit 10 A, 250 V Wechselspannung, IEC 127 Type T. Sicherung F101 mit 0,5 A, 250 Vac.

Die Warnhinweise in diesem Handbuch oder auf dem Messgerät müssen während Betrieb, Wartung und Reparatur des Messgerätes stets beachtet werden. Die Missachtung von Vorsichtsmaßnahmen stellt eine Verletzung geltender Sicherheitsvorschriften und eine Zweckentfremdung des Messgerätes dar. Agilent Technologies übernimmt keine Verantwortung für die Missachtung von Sicherheitsstandards durch Kunden.

Bbeauftragen Sie nur qualifiziertes Personal mit Wartungsaufgaben. Die Substitution eines Teiles oder jede andere Modifikation des Messgerätes kann zu einer Gefahrenquelle führen. Trennen Sie das Netzkabel vom Stromnetz, bevor Sie das Gehäuse des Messgerätes öffnen. Der Ersatz von Batterien oder Sicherungen im Inneren des Messgerätes soll nicht vom Anwender durchgeführt werden.

Sicherheitssymbole

Die Einhaltung der in diesem Handbuch enthaltenen Sicherheitshinweise ist eine Voraussetzung für einen sicheren Betrieb.

WARNUNG

Eine Warnung soll die Aufmerksamkeit auf eine mögliche Situation lenken, die zur Verletzung des Anwenders führen kann.

Vorsicht

Der Hinweis Vorsicht soll die Aufmerksamkeit auf eine Situation lenken, die Geräte oder Daten des Anwenders beschädigen oder zerstören kann.

Elektromagnetische Kompatibilität

Dieses Gerät entspricht den Anforderungen von CISPR 11. Der Betrieb unterliegt den beiden folgenden Bedingungen:

- 1 Dieses Gerät darf keine schädlichen Störungen hervorrufen.
- 2 Dieses Gerät muss gegen alle Eingriffe resistent sein, einschließlich Eingriffen, die bei einem normalen Betrieb nicht vorgesehen sind.

Wenn dieses Gerät Störungen im Radio- oder Fernsehempfang verursacht, die durch An- und Ausschalten des Geräts bestätigt werden können, sollten Sie als Anwender eine der folgenden Maßnahmen durchführen:

- 1 Suchen Sie einen anderen Aufstellungsort für die Radio- oder Fernsehantenne.
- 2 Stellen Sie das Gerät weiter vom Radio oder Fernseher weg.
- 3 Stecken Sie das Stromkabel in einen anderen Stromanschluss, so dass das Gerät und das Radio oder der Fernseher an verschiedene elektrische Stromkreise angeschlossen ist.
- 4 Stellen Sie sicher, dass alle Peripheriegeräte ebenfalls zertifiziert sind.
- 5 Stellen Sie sicher, dass geeignete Kabel zum Verbinden des Geräts mit den peripheren Geräten eingesetzt werden.
- 6 Fragen Sie Ihre Agilent Technologies-Vertriebsstelle oder einen erfahrenen Techniker um Rat und Unterstützung.

- 7 Änderungen oder Modifikationen, die nicht ausdrücklich von Agilent Technologies genehmigt sind, können dazu führen, dass die Zulassung zum Betrieb des Gerätes erlischt.

Zertifizierung der Geräuschentwicklung für die Bundesrepublik Deutschland

Sound Pressure

Sound pressure $L_p < 57$ dB(A) according to DIN-EN 27779. When operating the Agilent Automatic Liquid Sampler, the sound pressure is approximately 68 dB(A) during short burst injection pulses.

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $LP < 57$ dB(A) nach DIN-EN 27779. Bei Betrieb des Agilent automatischen Probendebbers treten beim Öffnen des Ventils kurzfristig Impulse bis zu einem Schalldruckpegel L_p von ca. 68 dB(A) auf.

Inhalt

Über Ihren Automatischen Flüssigprobengeber 7683	1
Kenndaten	3
Injektionsvolumen	4
Checkliste vor jedem Lauf	5
Vermessen einer Probe	7
Unterbrechen eines Laufes oder einer Sequenz	8
Reaktionen des Probengebers auf Unterbrechungen	8
Neustart einer unterbrochenen Sequenz	9
Analyse einer Probe hoher Priorität	10
Vorbereiten der Probenfläschchen	11
Auswahl von Probenfläschchen	11
Etikettieren von Probenfläschchen	12
Septen für Probenfläschchen	12
Befüllung von Probenfläschchen	13
Wenn Sie den optionalen 100-Positionen-Probenteller nicht verwenden	14
Wenn Sie den optionalen 100-Positionen-Probenteller verwenden,	14
Vorbereitung von Lösungsmittel- und Abfallflaschen	16
Verwendung zweier Injektionsmodule	18
Mit Probenteller	18
Ohne Probenteller	19
Spritze	20
Überprüfen einer Spritze	20
Installieren der Spritze	21
Entfernen der Spritze	23
Cool-on-Column-Injektionen	24
Temperierung der Probenfläschchen	25

Über Ihren Automatischen Flüssigprobengeber 7683

Das Automatische Flüssigprobengeber-System 7683 (siehe Abbildung 1) kann Folgendes enthalten:

- Ein G2612A ALS Interface Board (nur beim 6890)
- Ein oder zwei G2613A Injektormodul(e)
- Einen G2614A Probenteller für 100 Probenflaschen (100 Vial Tray) (optional, 6890)
- Einen G1926A Barcode-Reader (Leser) (optional, 6890 – erfordert INET Integrator oder Agilent ChemStation)

Der Probengeber (Sampler) zieht eine Probe aus einem 2 ml oder 100 µl Probengefäß und injiziert sie zu einer vorbestimmten Zeit in den Einlass des Gaschromatographen (GC). Mit der Ladeeinheit (Turret) können Sie bis zu 8 Probenflaschen verwenden, mit dem optionalen G2614A Probenteller (Tray) und der Standardladeeinheit (Standard Turret) bis zu 100 Probenflaschen.

Zusätzlich hat der Probengeber folgende Möglichkeiten:

- Pre- und Postinjektionsspülungen mit Lösungsmittel
- Preinjektionsspülungen mit Probe
- Stempelbewegung für luftblasenfreie Injektion
- Aktivierung verlängerter Ansaugzeiten, z. B. für hochviskose Proben
- Injektion verschiedener Probenmengen aus unterschiedlichen Probenfläschchen
- Pausieren einer Sequenz zum Vermessen von Proben mit Priorität und Wiederaufnahme der Sequenz
- Cool-on-Column-Injektionen auf 250µm-, 320µm- und 530µm-Säulen

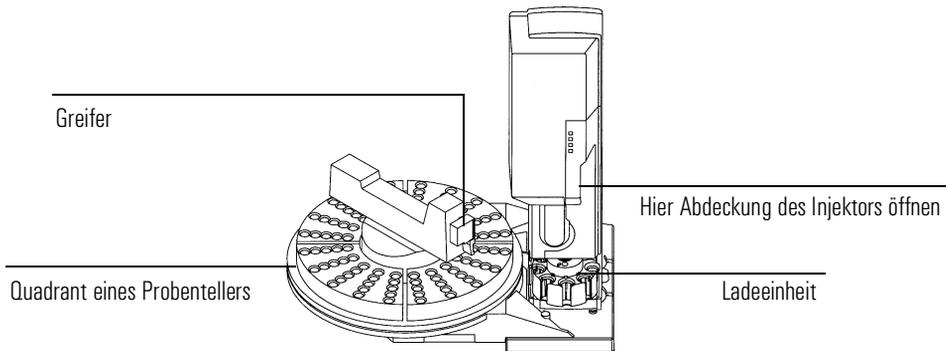


Abbildung 1 Der Automatische Flüssigprobengeber 7683

Kenndaten

In Tabelle 1 sind die Kenndaten des Automatischen Flüssigprobengebers 7683 zusammengefasst.

Tabelle 1 Kenndaten des Automatischen Flüssigprobengebers

Parameter	Wählbarer Bereich
Spritzenvolumen	5, 10, 25, 50, oder 100 μl
Anzahl Probenfläschchen	Bis zu 8 ohne und bis zu 100 mit Probenteller
Anzahl Injektionen pro Probenfläschchen	1 bis 99
Injektionsvolumen Minimum	0,1 μl (mit 5- μl -Spritze)
Maximal	50,0 μl (100- μl -Spritze)
Injektionsgeschwindigkeit ($\mu\text{l}/\text{sec}$)	Langsam Schnell
5- μl -Spritze	2,5 50
10- μl -Spritze	5 100
25- μl -Spritze	12,5 250
50- μl -Spritze	25 500
100- μl -Spritze	50 1000
Gesamtzeit der Injektion (Näherungsweise)	0,1 s (Standard) 4 s (Cool on-Column)
Injektionstiefe	-2 bis +30 mm über Standardhöhe
Verzögerung für hochviskose Proben	0 bis 7 Sekunden
Anzahl der Prewash-Operationen vor Injektion	0 bis 15
Anzahl von Probenförderungen	0 bis 15
Anzahl Prewash-Operationen mit Lösungsmittel	0 bis 15 (pro Flasche)
Anzahl Postwash-Operationen mit Lösungsmittel	0 bis 15 (pro Flasche)

Tabelle 1 Kenndaten des Automatischen Flüssigprobengebers

Parameter	Wählbarer Bereich
Multiple Injection Modus (nur mit PTV-Einlass)	
Anzahl Injektionen	1 bis 99
Verzögerungszeit pro Injektion	0 bis 60 Sekunden
Wartezeit vor Injektion	0 bis 1 Minute
Wartezeit nach Injektion	0 bis 1 Minute

Injektionsvolumen

Wenn Sie die 6890 GC- (oder Integrator-) Steuerung einsetzen, dann hängt das Injektionsvolumen von der Einstellung des Probenvolumens (Sample Volume Setting), der Spritzengröße und davon ab, ob das „Nanoliter Enable Setting“ des GCs ein- oder ausgeschaltet ist (siehe Tabelle 2).

Tabelle 2 Injektionsvolumina für 6890 GC- oder Integratorsteuerung

Einstellung des 6890 Probenvolumens (Spritzenstopp)		7683 Injektionsvolumen (µl)				
Nanoliter-Aktivierung AUS	Nanoliter-Aktivierung AN	5-µl-Spritze	10-µl-Spritze	25-µl-Spritze	50-µl-Spritze	100-µl-Spritze
—	1	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0
1	2	0,5	1,0	2,5	5,0	10,0
2	3	1,0	2,0	5,0	10,0	20,0
3	4	1,5	3,0	7,5	15,0	30,0
4	5	2,0	4,0	10,0	20,0	40,0
5	—	2,5	5,0	12,5	25,0	50,0

Beim Einsatz eines 6850 GC oder der Agilent ChemStation können Sie das Injektionsvolumen direkt bestimmen.

Checkliste vor jedem Lauf

Anhand dieser Checkliste können Sie sicherstellen, dass der Probengeber betriebsbereit ist.

- Probenfläschchen halbgefüllt.
- Kappe ist zentriert, keine Falten, Septum flach.
- Die Positionen der Probenflaschen stimmen mit den Run-Parametern überein.
- Probenteller-Quadrant mit Probenteller richtig eingerastet.
- In jeder Lösungsmittelflasche sind 4,5 ml frisches Lösungsmittel.
- Abfallflaschen sind leer.
- Zwei Abfallflaschen (mit Probenteller)
- Ausreichend Lösungsmittel- oder Abfallkapazität für Ihre Probenfläschchen.
- Spritze ist neu oder sauber.
- Auslegung und Größe der Spritze korrekt.
- Der Kolben ist sicher an der Kolbenantriebsschleife befestigt.
- Die Nadelspitze ist mit der Septenüberwurfmutter ausgerichtet.
- Spritze mit Lösungsmittel gespült.
- Der GC-Einlass-Liner ist sauber und deaktiviert.
- Der GC-Einlass-Liner ist für den Injektionstyp korrekt ausgewählt.
- Der Septumtyp des GC-Einlasses ist korrekt.
- Das GC-Einlass-Septum wurde für weniger als 200 Injektionen benutzt.
- Im GC-Einlass ist die korrekte Überwurfmutter installiert.

Checkliste vor jedem Lauf

- Korrekte Einstellung für Nanoliter Enable für das erforderliche Injektionsvolumen (nur beim 6890 GC oder bei Integratorsteuerung).
- Der korrekte Einsatz für den Cool-on-Column-Einlass ist für die verwendete Säule/Spritze installiert.

Vermessen einer Probe

WARNUNG

Wenn Sie einen Lauf gestartet haben, sollten Sie aufpassen, dass Sie nicht mit der Spritzennadel in Kontakt kommen. Die Nadel ist spitz und kann gefährliche Chemikalien enthalten.

Betrieb Ihres Automatischen Flüssigprobengebers:

1. Installieren Sie eine saubere Spritze. Siehe *Installieren einer Spritze*.
2. Befüllen Sie die Lösungsmittelflaschen und stellen Sie diese in die Ladeeinheit. Siehe *Vorbereiten von Lösungsmittel- und Abfallflaschen*.
3. Stellen Sie die Abfallflaschen in die Ladeeinheit. Siehe *Vorbereiten von Lösungsmittel- und Abfallflaschen*.
4. Stellen Sie die Probenfläschchen in die Ladeeinheit oder in den Probensteller. Siehe *Vorbereiten der Probenfläschchen*.
5. Laden oder programmieren Sie die GC-Sequenz. Siehe dazu die 6850/6890 GC- oder Agilent-ChemStation-Dokumentation.
6. Führen Sie die GC-Sequenz aus.

Wenn der GC bereit ist, fängt der Automatische Flüssigprobengeber 7683 an zu injizieren.

Unterbrechen eines Laufes oder einer Sequenz

Durch folgende Ereignisse wird ein Probenlauf unterbrochen:

- **Stromausfälle** – Stromversorgung des GC oder der Steuereinheit fällt aus.
- **Stopp-Befehle** – Die Taste [stop] des GCs oder Integrators wird gedrückt oder die Option **Stop Run/Abort** der Agilent ChemStation ausgewählt.
- **Sicherheits oder Bedienungsfehler** – Der Probengeber kann folgende Sicherheitsrisiken oder Bedienerfehler erkennen:
 - Die Abdeckung des Spritzenraumes ist geöffnet worden.
 - Der Injektor wurde während der Injektion auf dem GC verschoben.
 - Ein Probenfläschchen ist vom Probenhalter nicht geliefert worden.

Reaktionen des Probengebers auf Unterbrechungen

Je nach aktivem Steuergerät reagiert der Probengeber unterschiedlich auf Unterbrechungen.

3396/3397 Integrator mit INET

- **Stromausfall** – Unterbrechung der Sequenz. Der Integrator nimmt die Sequenz durch eine oder mehrere Reinjektionen aus dem Probenfläschchen wieder auf, das bei Stromausfall gerade vermessen wurde.
- **Stopp-Anweisungen** – Abbruch des Analysenlaufes. Starten Sie die Sequenz neu (siehe Seite 9).
- **Sicherheitsrisiken oder Bedienungsfehler** – Abbruch des Analysenlaufes. Starten Sie die Sequenz neu (siehe Seite 9).

6850/6890 oder Agilent ChemStation

Wenn die Unterbrechung durch ein Problem verursacht wurde, das der Probengeber erkannt hat, dann wird eine Meldung auf dem GC oder der Agilent ChemStation erscheinen. Weitere Informationen finden Sie im 7683 *Installation Guide* (*Installationsführer*) und in der GC- oder Agilent- ChemStation-Dokumentation.

- **Stromausfall** – Abbruch des Analysenlaufes. Starten Sie die Sequenz neu (siehe Seite 9).
- **Stopp-Anweisungen** – Abbruch des Analysenlaufes. Starten Sie die Sequenz neu (siehe Seite 9).
- **Sicherheitsrisiken oder Bedienungsfehler** – Abbruch des Analysenlaufes. Neustart der Sequenz.

Neustart einer unterbrochenen Sequenz

So erfolgt die Wiederaufnahme einer unterbrochenen Sequenz an der Abbruchstelle:

1. Lösen Sie das Problem, das den Abbruch auslöste.
2. Stellen Sie fest, welche Probe zuletzt richtig vermessen wurde. Sie können dies durch Überprüfen der Fläschchennummer des letzten richtig aufgenommenen Chromatogramms feststellen.
3. Stellen Sie den ersten Probenlauf (erstes neu zu messendes Probenfläschchen) auf die Fläschchennummer nach der letzten richtig vermessenen Probe ein.
4. Starten Sie die korrigierte Sequenz mit Ihrer Steuereinheit. (Die Agilent ChemStation ermöglicht die Ausführung partieller Sequenzen unter Erhalt der ursprünglichen Fläschchennummer.)

Nach einer unterbrochenen Sequenz versucht der Probensteller, das Fläschchen, das im Greifer war, auf die korrekte Position im Probensteller zurückzustellen, bevor die Sequenz wieder aufgenommen wird. Es kann Fälle geben, in denen Sie das Probenfläschchen per Hand auf den Probensteller zurücksetzen müssen, bevor die Sequenz neu startet.

Analyse einer Probe hoher Priorität

Wenn der Parameter *Use priority* in Ihrer 6890 GC Sequenz *an* ist, überprüft der Greifer der Ladeeinheit des Automatischen Flüssigprobengebers 7683 zunächst die Position 100 auf ein Probenfläschchen, bevor ein neues Fläschchen in die Ladeeinheit des Injektors geladen wird. Wenn dort ein Probenfläschchen vorgefunden wird, wird dieses Probenfläschchen in die Ladeeinheit geladen und gemäß der Methode analysiert, die Sie für Proben mit Priorität angegeben haben. Sobald die Probe hoher Priorität analysiert worden ist, wird sie auf die Position 99 im Probensteller zurückgesetzt. Der Greifer der Ladeeinheit wird die Position 100 erneut überprüfen. Befindet sich dort kein Probenfläschchen, wird die ursprüngliche Sequenz dort fortgesetzt, wo sie unterbrochen worden war. Weitere Informationen über die Programmierung einer Sequenz hoher Priorität finden Sie in der Dokumentation für den 6890 Plus GC.

Vorbereiten der Probenfläschchen

Auswahl von Probenfläschchen

In den Injektor vom Automatischen Flüssigprobengeber 7683 oder den Proben-teller können Klar- oder Braunglasfläschchen mit Crimp- oder Target® DP™ Schraubverschlüssen eingesetzt werden. Für die Vermessung lichtempfindlicher Proben können Sie Braunglasflaschen verwenden. Im Agilent-Katalog für Zubehör und Verbrauchsmaterialien finden Sie geeignete Fläschchentypen. Die Verwendung inkompatibler Probenfläschchen führt zu Problemen mit Proben-teller oder Ladeeinheit.

Abbildung 2 zeigt die kritischen Abmessungen für Mikroeinsätze, die mit dem Automatischen Flüssigprobengeber 7683 verwendet werden können. Diese Abmessungsangaben stellen nur einen Teil der Spezifikationen dar.

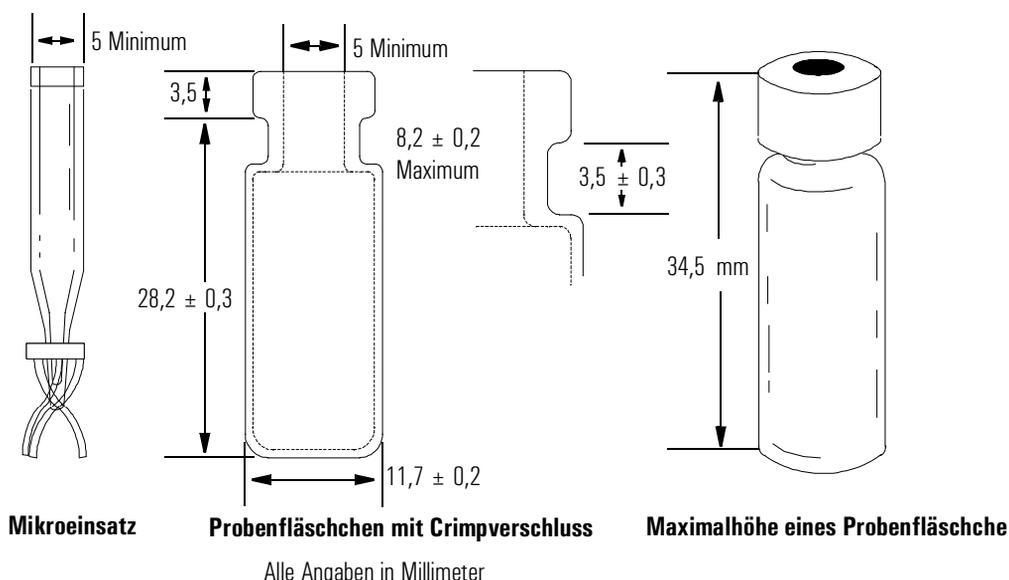


Abbildung 2 **Dimensionsangaben für Probenfläschchen und Mikroinserte**

Etikettieren von Probenfläschchen

Die Beschriftung von Probenfläschchen mit Kennzeichnungsfeld ist besonders einfach. Falls Sie eigene Etiketten verwenden möchten, empfehlen wir Ihnen, die Positionierung und maximale Etikettendicke gemäß Abbildung 3 einzuhalten.

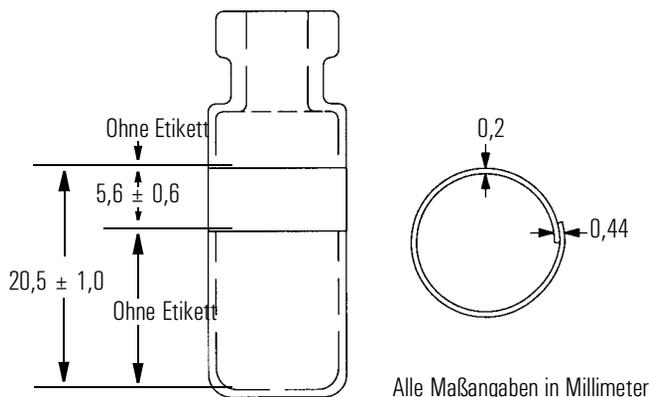


Abbildung 3 Maßangaben für Etiketten

Achtung

Die Einhaltung der vorgegebenen Maße der Probenfläschchen ist Voraussetzung für einen fehlerfreien Betrieb des Fläschchengreifers. Probenfläschchen und Etiketten mit hiervon abweichenden Spezifikationen können zu Problemen mit dem Probengeber führen. Kundendienst- und Reparaturleistungen aufgrund abweichender Spezifikationen von Probenfläschchen und Mikroinsätzen werden durch Garantie- und Serviceverträge nicht abgedeckt.

Septen für Probenfläschchen

Mit Crimp- oder Schraubverschlüssen können zwei Septentypen verwendet werden, die sich hinsichtlich Perforationsverhalten und Lösungsmittelbeständigkeit unterscheiden.

- Naturgummisepten sind auf der Probenseite teflonbeschichtet. Dieses Septum kann im pH-Bereich von 4,4 bis 7,5 eingesetzt werden. Es ist nach der Perforation weniger lösungsmittelbeständig, kann jedoch leichter als Silikonsepten durchdrungen werden. Die Perforation kann zum Eintrag von Septummaterial in die Probe und damit zur Beeinträchtigung der Chromatogramme führen.
- Ein zweiter Typ ist ein Silikonseptum von hoher Qualität und auf einer oder beiden Seiten teflonbeschichtet. Dieses ist nach der Perforation lösungsmittelbeständiger und schwerer zu durchstechen.

Im Agilent-Katalog für Zubehör und Verbrauchsmaterialien finden Sie weitere Informationen.

In Abbildung 4 sind die Öffnungsdurchmesser in der Verschlusskappe dargestellt.

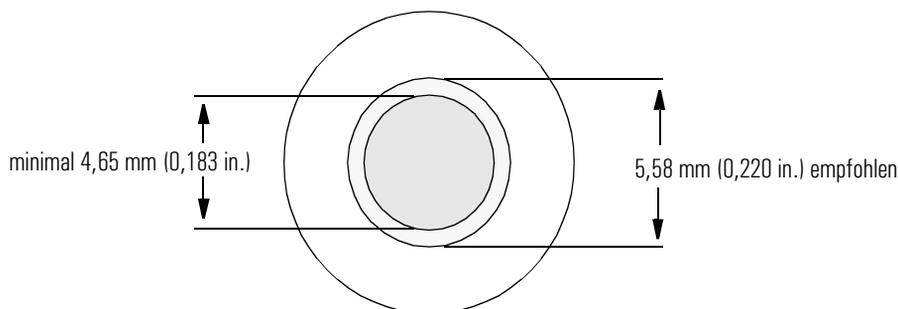


Abbildung 4 Spezifikationen für die Öffnung der Verschlusskappe

Befüllung von Probenfläschchen

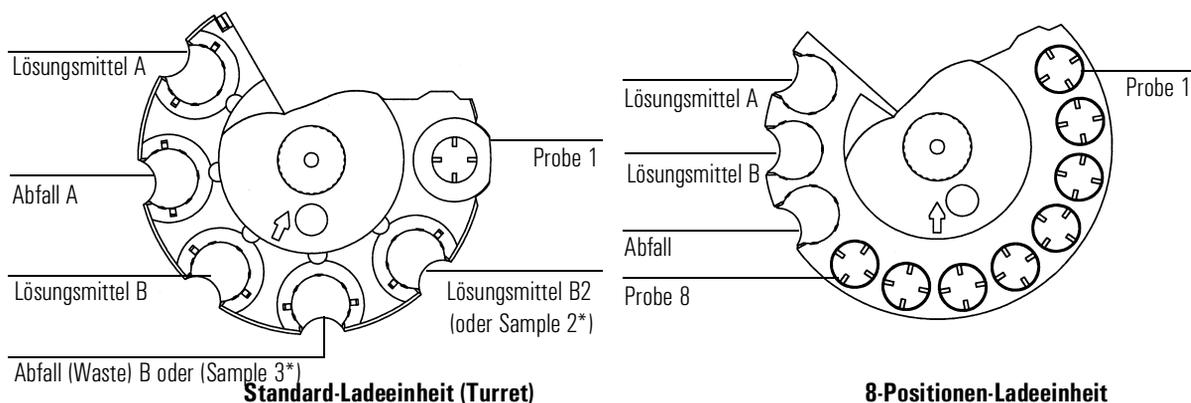
Die empfohlenen Füllvolumina für Probenfläschchen betragen:

- 1 ml für das 2-ml-Probenfläschchen
- 50 µl für das 100-µl-Probenfläschchen

In Ihrem Handbuch *Sampling Techniques* finden Sie weitere Informationen zu den Füllvolumina und den Auswirkungen auf die chromatografischen Ergebnisse.

Wenn Sie den optionalen 100-Positionen-Probenteller nicht verwenden

Sie können entweder ein Probenfläschchen in die Standard-Ladeeinheit des Injektors stellen oder bis zu drei Fläschchen, wenn Sie die optionalen Einsätze installieren (Bestellnr. 07673-40150). Mit der 8-Positionen-Ladeeinheit können Sie bis zu 8 Probenflaschen platzieren. Siehe Abbildung 5.



*Erfordert einen optionalen Einsatz (Bestellnr. 07673-40150), um das Probenfläschchen zu halten.

Abbildung 5 Positionierung des Probenfläschchens in der Ladeeinheit

Wenn Sie den optionalen 100-Positionen-Probenteller verwenden, müssen Sie die Standard-Ladeeinheit einsetzen. Sie können in die vier Quadranten des Probentellers in Übereinstimmung mit der programmierten Sequenz bis zu 100 Proben einstellen. Abbildung 6 zeigt die Anordnung im Probenteller für eine Sequenz, die Proben in den Positionen 6 bis 21 vermisst.

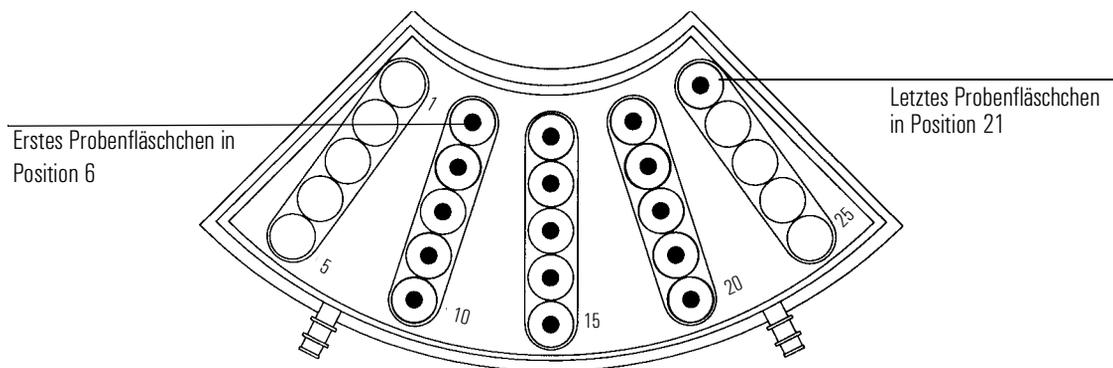
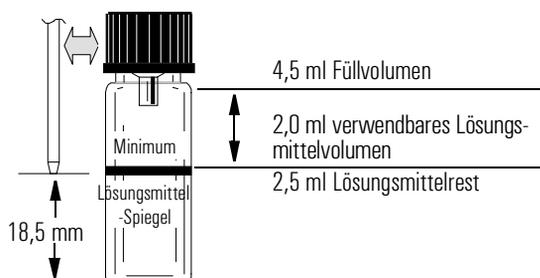


Abbildung 6 Bestückung von Probentellerpositionen

Vorbereitung von Lösungsmittel- und Abfallflaschen

Die Lösungsmittelfläschchen stellen das Lösungsmittel zum Spülen der Spritze zwischen den Injektionen bereit. Der Injektor überführt die Washvolumina des Lösungsmittels oder der Proben in die Abfallflaschen. Die Anzahl der Proben, die analysiert werden kann, kann durch die Kapazität der Spül- oder Abfallflaschen begrenzt sein, siehe Abbildung 7 und Abbildung 8.

Befüllen Sie die gespülten Lösungsmittelfläschchen mit 4 bis 4,5 ml frischem Lösungsmittel. Die Füllhöhe reicht dann bis an die Einschnürung des Fläschchens. Die Gute „Laborpraxis“ schreibt vor, nicht mehr als 2,0 ml der 4,5 ml Lösungsmittel zum Spülen der Spritze zu verwenden. Die Nadelspitze befindet sich beim Ansaugen von Lösungsmittel ca. 18,5 mm über dem Flaschenboden. Siehe Abbildung 7.

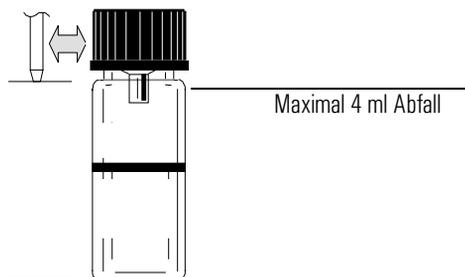


Kapazität einer Lösungsmittelflasche

- 500 Washvorgänge einer 5- μ l-Spritze
- 250 Washvorgänge einer 10- μ l-Spritze
- 100 Washvorgänge einer 25- μ l-Spritze
- 50 Washvorgänge einer 50- μ l-Spritze
- 25 Washvorgänge einer 100- μ l-Spritze

Abbildung 7 Position der Spritzenspitze beim Entnehmen von Lösungsmittel

Leeren und spülen Sie alle Abfallflaschen nach jedem Lauf. Die Spritze kann bis zu 4 ml Abfall in die Abfallflasche überführen. Siehe Abbildung 8.



Kapazität einer Abfallflasche

- 1000 Waschvorgänge einer 5- μ l-Spritze
- 500 Waschvorgänge einer 10- μ l-Spritze
- 200 Waschvorgänge einer 25- μ l-Spritze
- 100 Waschvorgänge einer 50- μ l-Spritze
- 50 Waschvorgänge einer 100- μ l-Spritze

Abbildung 8 Position der Spritzenspitze beim Verwerfen von Abfall

Verwendung zweier Injektionsmodule

Bei zwei installierten GC-Injektoren können Sie den vorderen oder hinteren Injektor bzw. beide Injektoren simultan verwenden.

Konfigurationen für zwei Injektoren weisen folgende Eigenschaften auf:

- Das System sendet ein **Injector Ready**-Signal an den GC, wenn *beide* Injektoren bereit sind, und ein **Start**-Signal zu Beginn der Injektion.
- Beide Injektoren injizieren simultan.

Mit Probenteller

Stellen Sie für jeden Injektor die Run-Parameter in der Sequenz ein. Bei der Eingabe der Run-Parameter müssen Sie festlegen, welcher Datenkanal zu welchem Injektor gehört.

- Bei Steuerung des Probengebers mit dem GC der Serie 6890 werden die Kanäle bei der Erstellung der Sequenz zugeordnet.
- Bei Steuerung des Probengebers mit der Agilent ChemStation werden die Kanäle bei der Definition von Messgeräten zugeordnet.
- Bei Steuerung des Probengebers mit dem 3396/3397 Integrator (INET) wird ein Kanal beim Einstellen der Parameter für den zweiten Injektor zugeordnet.

Wenn bei beiden Injektoren Proben zugeordnet sind, beginnen diese den Injektionszyklus einschließlich aller Waschvorgänge der Probenfläschchen gemeinsam. Nach Abschluss aller angegebenen Vorbereitungen werden die Proben injiziert. Nach der Injektion führen beide Injektoren einen Waschzyklus mit Lösungsmittel durch. Wenn beide Injektoren fertig sind, nimmt der Probengreifer das Probenfläschchen vom vorderen Injektor und stellt es an seine Originalposition, danach wird das Fläschchen vom hinteren Injektor an seine Originalposition überführt.

Ohne Probenteller

Der Injektor führt dieselben Bewegungen aus wie mit dem Probenteller. Die Injektoren injizieren zuerst die Proben von Position 1 und dann die Proben aus den verbleibenden Positionen. Falls beide Injektoren eine unterschiedliche Anzahl Proben bearbeiten, wartet der erste Injektor auf das Ende der Operationen des zweiten Injektors.

Spritze

Überprüfen einer Spritze

Vor der Installation einer Spritze:

1. Rollen Sie die Spritze am Rand einer sauberen, ebenen Fläche. Wenn sich die Nadelspitze im Kreis bewegt, dann richten Sie die Nadel gerade aus, indem Sie sie an der Verbindung im Spritzenkörper vorsichtig biegen (siehe Abbildung 9). Überprüfen Sie das Ergebnis.

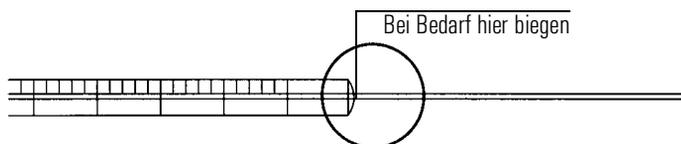


Abbildung 9 Überprüfung einer Spritzennadel

2. Überprüfen Sie die Nadel auf Rauigkeit. Falls die Nadeloberfläche rau ist, weist sie meistens eng benachbarte konzentrische Riefen auf, die wie eine Minifeile wirken können und damit Teile des Septums abfeilen, die in den Einlass oder das Probenfläschchen gelangen können. Diese Riefen können bei zehnfacher Vergrößerung gut erkannt werden.

Falls Sie solche Riefen entdecken, können Sie die Nadel polieren, indem Sie diese durch ein gefaltetes Stück Schmirgelpapier ziehen, bis die Riefen ausgeglichen sind. Achten Sie sorgfältig darauf, die Nadelspitze nicht zu verändern.

3. Überprüfen auf Leichtgängigkeit des Kolbens. Bewegen Sie den Spritzenkolben einige Male auf und ab. Er sollte sich leicht – ohne Schwergängigkeit oder Adhäsionseffekte bewegen lassen. Falls der Kolben schwergängig ist, können Sie ihn mit Lösungsmittel reinigen. Weitere Hinweise finden Sie im Handbuch *Sampling Techniques*.

Installieren der Spritze

Installation der Spritze:

1. Entfernen Sie das Injektorkabel vom GC und legen Sie den Injektor mit der Rückseite auf eine flache Oberfläche.
2. Öffnen Sie die Abdeckung des Injektors.
3. Schieben Sie den Spritzenträger nach oben (oder unten), bis Sie Zugang zur Spritze haben (siehe Abbildung 10).
4. Führen Sie die Spritzennadel durch die Öffnung im Boden der Nadelführung.
5. Richten Sie den Spritzenkörper an der Führungsschiene und der Spritzenhalterung aus und rasten Sie die Spritze dann so ein, dass die Nadel in die Öffnung der Nadelführung ragt.
6. Schließen Sie den Schnappriegel der Spritze durch Drehen im Uhrzeigersinn.

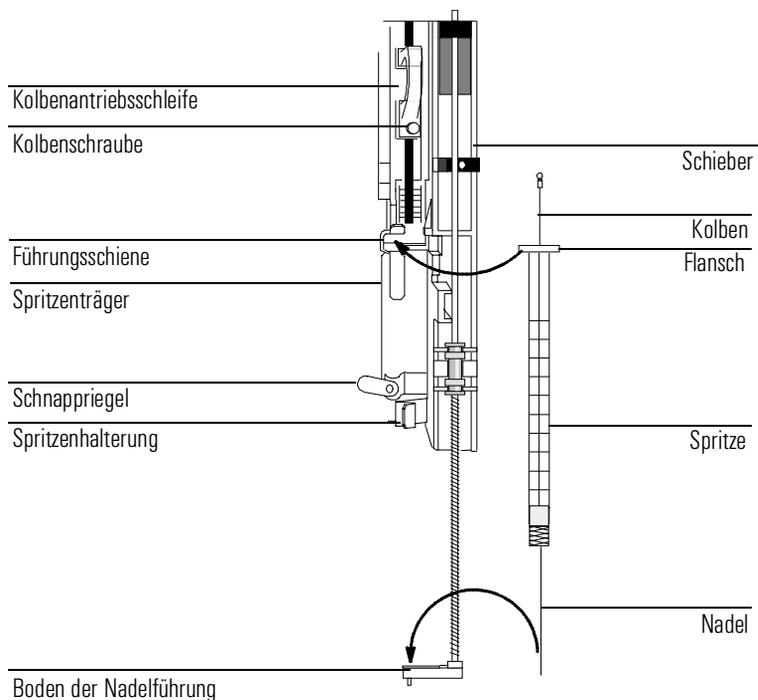


Abbildung 10 Installation der Spritze

7. Bewegen Sie die Kolbenantriebsschleife nach unten und ziehen Sie die Kolbenschraube an.
8. Bewegen Sie die Kolbenantriebsschleife nach oben und unten. Falls sich der Spritzenkolben nicht mit dem Träger bewegt, müssen die vorherigen Schritte wiederholt werden. Stellen Sie sicher, dass die Schraube am Spritzenkolben fest angezogen ist.
9. Stellen Sie sicher, dass die Nadel in der Nadelführung im Fuß ausgerichtet ist, indem Sie den Schieber nach oben und unten bewegen. Die Nadel muss in der Nadelführung leicht beweglich sein. Siehe Abbildung 11.

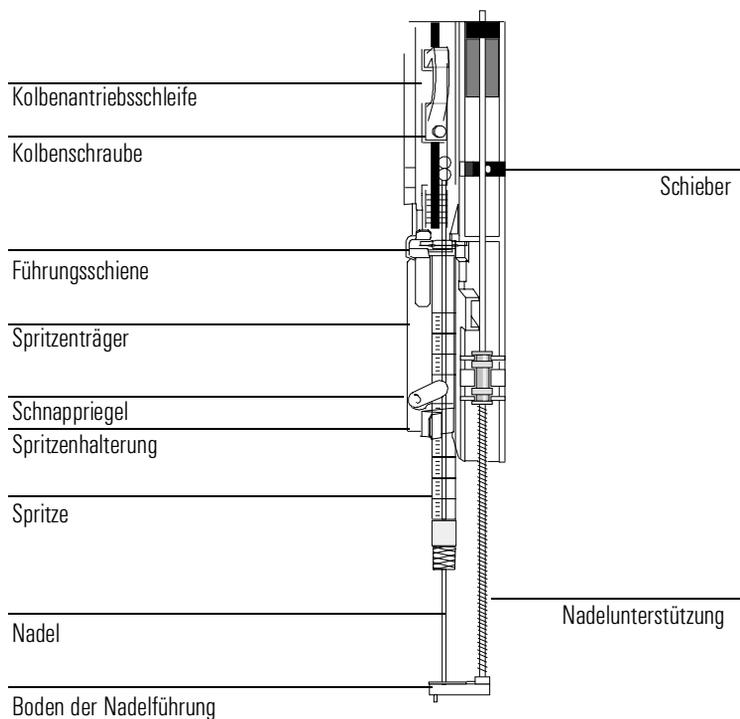


Abbildung 11 Spritzenträger und Nadelunterstützung mit Nadel installiert

Achtung

Betreiben Sie den Injektor nicht ohne eingebaute Spritze, weil die dann freie Beweglichkeit des Schnappriegels zur Kollision mit dem Motor führen kann.

10. Ziehen Sie den Spritzenträger so lange, bis die Nadelspitze in der Nähe der Oberkante der Septumüberwurfmutter steht.

Die Nadel ist exakt über der Aussparung in der Septumüberwurfmutter zu zentrieren. Stellen Sie sicher, dass die Nadel das Septum ohne Kontakt mit der Überwurfmutter trifft.

11. Falls die Nadel nicht über der Septumüberwurfmutter zentriert ist, überprüfen Sie, ob die Spritze in ihrer Halterung korrekt installiert, die Nadel gerade und die Nadelführungseinheit korrekt installiert ist.

Entfernen der Spritze

1. Entfernen Sie das Injektorkabel vom GC und legen Sie den Injektor mit der Rückseite auf eine flache Oberfläche.
2. Lösen Sie die Befestigungsschraube am Spritzenkolben und ziehen Sie die Kolbenantriebsschleife von der Spritze weg.
3. Öffnen Sie den Schnappriegel an der Spritze.

Achtung

Stellen Sie sicher, dass Sie die Nadel nicht verbiegen. Ziehen Sie die Spritze nur aus der Halterung, wenn Sie frei beweglich ist. Die Nadel kann leicht verbogen werden, wenn sie dabei noch in der Nadelführung steckt.

4. Heben Sie die Spritzenbestigung aus der Führung, bis sie frei beweglich ist, und ziehen Sie dann die Nadel aus der Nadelführung.

Cool-on-Column-Injektionen

Bei einem 6890 GC mit einem Cool-on-Column-Einlass kann der Automatische Probengeber 7683 Injektionen direkt auf 250- μm -, 320- μm - und 530- μm -Säulen durchführen. Eine Liste des hierfür erforderlichen Verbrauchsmaterials finden Sie in Ihrem GC-Handbuch, Band 2.

Bei der Ausführung von Cool-on-Column-Injektionen bietet der Injektor folgende Eigenschaften:

- Die Kolbengeschwindigkeit wird reduziert und die Injektionszeit beträgt 500 Millisekunden.
- Verringerung des Abstands der Nadelspitze um weitere 19 mm zur Säule.

Wenn es notwendig ist, Ihren Injektor für eine Cool-on-Column-Injektion anzupassen oder die Säulendimension des Einlasses, die Septum-Mutter oder den Cool-on-Column-Insert zu wechseln, dann informieren Sie sich im *Leitfaden für die Installation* für den Agilent 7683 und im 6890 GC Betriebshandbuch, Band 2, Inlets.

Temperierung der Probenfläschchen

Dieser Abschnitt erklärt, wie man die Leitungen zu den Quadranten des Probentellers anschließt, wie man die Temperatur des Wasserbades bestimmt, die zu der gewünschten Temperatur der Probenfläschchen führt, und wie man die Druckgrenzwerte für die Quadranten einstellt.

In diesem Abschnitt finden Sie keine Hinweise zur Einrichtung von Wasserbad und Pumpe.

Sie können die Temperatur der Probenfläschchen im Probenteller auf folgende Weise verändern:

- Durchfluss der Quadranten des Probentellers mit einer temperierten Flüssigkeit.
- Einfrieren einer Lösung aus Ethylenglykol und Wasser innerhalb eines Quadranten eines Probentellers.

Die Probenteller-Quadranten sind für niedrige Flussraten bei niedrigen Drücken ausgelegt und erfordern lange Equilibrierzeiten zur Erzielung einer bestimmten Probentemperatur. Befüllen Sie die Probenteller-Quadranten nur zu 90% der möglichen Füllmenge, wenn Sie darin eine Ethylenglykol- oder Alkohollösung einfrieren wollen.

Achtung

Stellen Sie sicher, dass an der Bodenwanne ein Abflussschlauch angeschlossen ist. Entfernen Sie alle Teile unter dem Probenteller. Falls Sie eine niedrige Probentemperatur wählen, kann bei hohen Außentemperaturen oder hoher Luftfeuchtigkeit das entstehende Kondenswasser Geräte unter dem Probenteller beschädigen.

Anschließen der Probenteller-Quadranten

1. Verbinden Sie ein Stück eines Schlauchs mit einem Innendurchmesser von $\frac{1}{4}$ Zoll (6,35 mm) vom Überlaufanschluss des Probentellers mit der Abfalleitung.

Temperierung der Probenfläschchen

2. Verbinden Sie die Quadranten des Probentellers untereinander mit Hilfe von Schläuchen mit einem Innendurchmesser von $\frac{1}{4}$ Zoll (6,35 mm), wie in Abbildung 12 gezeigt.

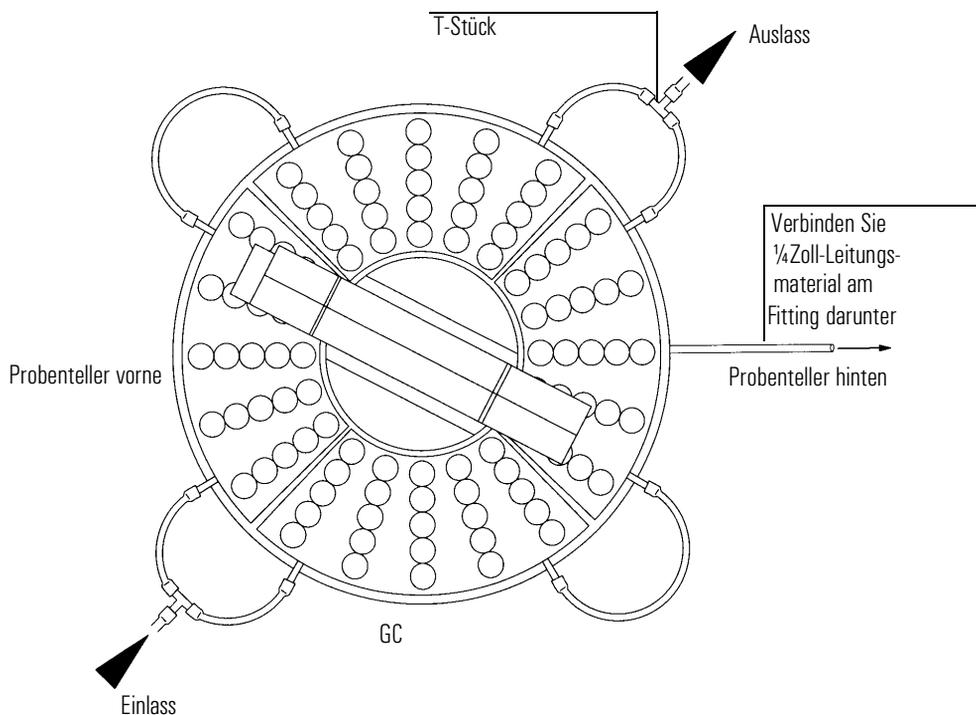


Abbildung 12 Anschluss der Quadranten der Probenteller

Bestimmen der Wasserbadtemperatur

Die Temperatur der Probenfläschchen hängt von verschiedenen Faktoren ab, wie z. B. der Umgebungstemperatur und der am Wasserbad eingestellten Temperatur.

Achtung

Falls die Probentemperatur einen Einfluss auf die Genauigkeit Ihrer analytischen Ergebnisse hat, sollte eine Wasserbadtemperatur experimentell validiert werden. Die Wärmeübertragung hängt vom Material der Probenfläschchen, der Luftfeuchtigkeit, der Kondensatmenge auf dem Probenfläschchen und den Flussraten der Umwälzpumpe ab.

Sie können die Auftragung in Abbildung 13 zur Bestimmung der Wasserbadtemperatur verwenden.

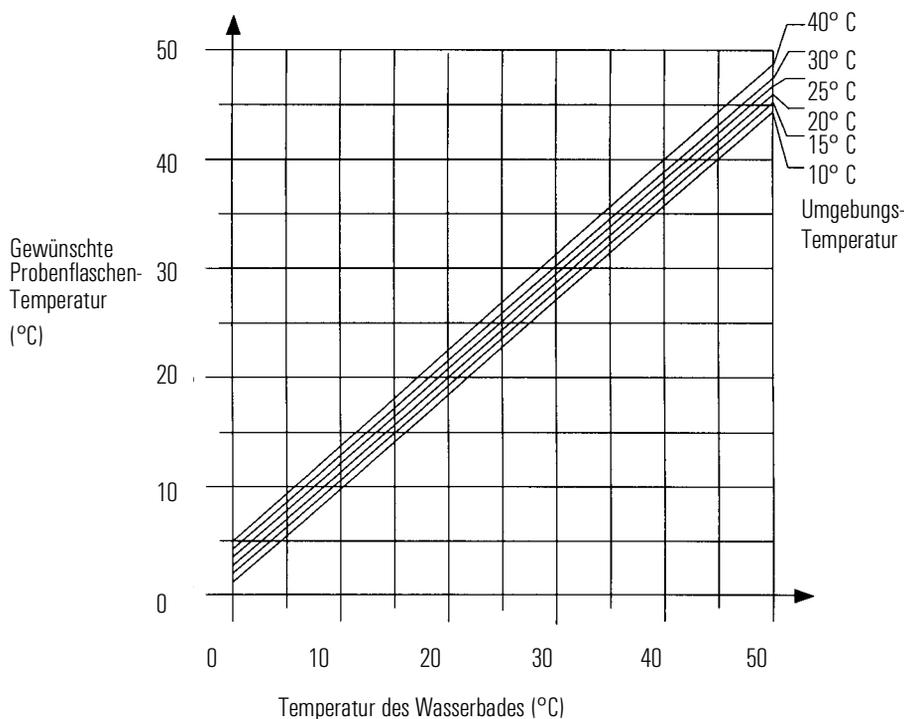


Abbildung 13 Temperatur des Probenfläschchens gegen die des Wasserbades bei verschiedenen Umgebungstemperaturen

Temperaturen der Quadranten des Probentellers und Drücke

Stellen Sie sicher, dass die Einlassdrücke und -temperaturen des Probentellers die Grenzwerte in nicht überschreiten. Beim Betrieb des Wasserbades außerhalb der angegebenen Grenzen können die Probentellerquadranten beschädigt werden.

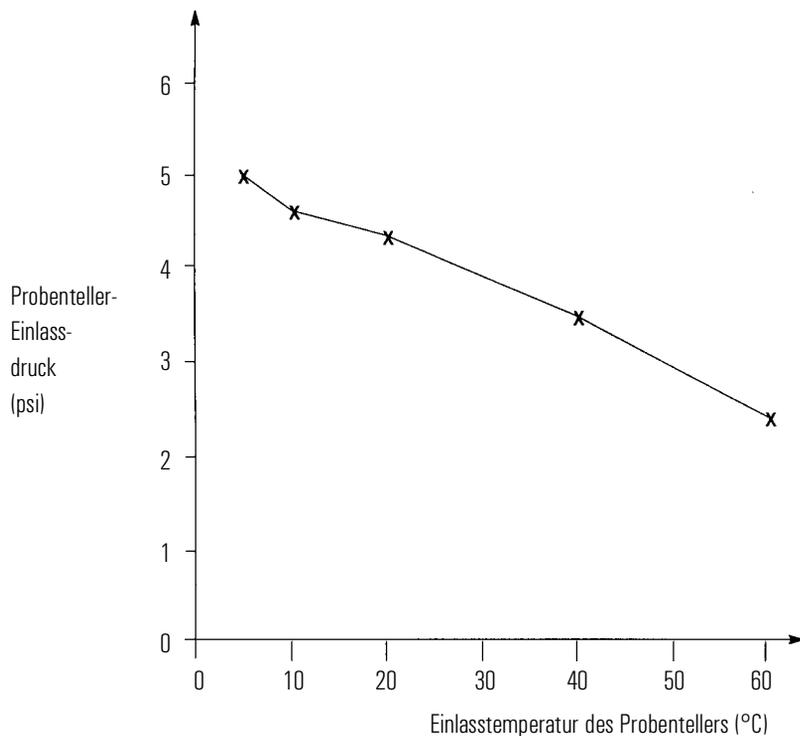


Abbildung 14 Maximale Einlasstemperaturen und Drücke des Probentellers

Spezifikationen von Wasserbad und Pumpe

Wasserbad und Umwälzsystem der Proben temperierung müssen den angegebenen Spezifikationen entsprechen.

- Die Sicherheitsstandards dieser Komponenten müssen den gültigen Vorgaben entsprechen, für unbeaufsichtigten und ununterbrochenen Einsatz geeignet sein sowie einen Übertemperaturschutz aufweisen.
- Die mindestens erforderliche Kühlleistung für dieses Wasserbad beträgt 100 W bei Badtemperaturen von 5°C.
- Bei Verwendung der integrierten Pumpe muss diese für externe Umwälzung und Verbindung mit einem 1/4-Zoll-Schlauch (6,35 mm) geeignet sein.
- Eine Druckpumpe muss einen Druck zwischen 1,5 und 2,5 psi bereitstellen.
- Bei einer Saugpumpe kann das Pumpenvakuum -4 psi nicht überschreiten.

Kühlmittel

Verwenden Sie destilliertes Wasser als Kühlmittel. Sie können auch maximal 3% Ethylen-Glycol zum destillierten Wasser hinzugeben, um Einfrieren zu verhindern.

