

Metrohm Gebrauchsanweisung

Ionenchromatograph 690

Serie 07 ...



 **Metrohm**
Messen in der Chemie

METROHM AG
CH-9101 Herisau
Schweiz
Telefon 071/53 11 33
Telefax 071/52 11 14
Telex 88 27 12 metr ch

8.690.1031

690 Ion Chromatograph

Series 7 ...

Mains connection:

Mains voltage	U	= 100, 117, 220, 240 V \pm 10%
Mains frequency	f	= 50 ... 60 Hz
Power consumption	S	= 50 VA

8.690.1033 Instructions for Use



Gebrauchsanweisung 8.690.1031

Ionenchromatograph 690

Inhaltsverzeichnis

	<u>Seite</u>
1. Einleitung	1
2. Bedienungselemente	2
2.1. Ionenchromatograph 690.0010 (mit manuellem Injektor)	2
2.2. Ionenchromatograph 690.0010 (mit elektrischem Injektor)	6
2.3. Ionenchromatograph 690.0030 (mit 2 elektrischen Injektoren)	10
3. Installation	14
3.1. Aufstellen des Gerätes	14
3.1.1. Verpackung	14
3.1.2. Transportsicherung	14
3.1.3. Kontrolle	14
3.1.4. Aufstellungsort	14
3.2. Netzanschluss und Einschalten des Gerätes	14
3.2.1. Einstellen der Spannung	14
3.2.2. Thermosicherung	15
3.2.3. Netzkabel	15
3.2.4. Netzanschluss	15
3.2.5. Einschalten des Gerätes	15
3.3. Allgemeines über Kapillarverbindungen	15
3.3.1. Anschlussstücke aus Stahl	15
3.3.2. Anschlussstücke aus PVDF	16
3.4. Anschluss der IC-Pumpe 697	16
3.4.1. Allgemeines zur IC-Pumpe 697	16
3.4.2. Pulsationsdämpfer	16
3.4.3. Montieren der Filter-Einheit Manufit	17
3.4.4. Verbindung Ionenchromatograph 690 – IC-Pumpe 697	17
3.4.5. Spülen der Kapillare bis zum Säulenanschluss	18
3.5. Anschluss des Abfallbehälters	19
3.6. Montieren der Vorsäule	19
3.6.1. Allgemeines zu Vorsäulen	19
3.6.2. Vorsäulenkartuschen mit Doppelkartuschenhalter 6.2821.050	21
3.6.3. Vorsäulenkartuschen mit Kartuschenkopf 6.2821.040	21
3.6.4. IC-Anionen-Vorsäule SUPER-SEP 6.1009.010	23
3.7. Montieren der Trennsäule	23
3.7.1. Allgemeines zu Trennsäulen	23
3.7.2. Lösen und Verschieben des Detektorblocks	23
3.7.3. Einsetzen der Säule	23
3.7.4. Dichtigkeitsprüfung	26
3.8. Anschluss von Spritze und Ansaugschlauch	26

	<u>Seite</u>
3.9. Anschluss eines Schreibers	26
3.10. Anschluss von Integrator oder PC	27
3.10.1. Messignal	27
3.10.2. Automatischer Integratorstart	27
3.10.3. Externe Steuerung der Injektoren	27
3.11. Anschluss des Autosamplers 698	28
3.12. Anschluss von zusätzlichen Detektoren	28
3.13. Konditionierung des Systems	28
4. Bedienung	30
4.1. Bedienungsschema	30
4.2. Einstellen von Messbereich und Empfindlichkeit	31
4.2.1. Range (Messbereich)	31
4.2.2. Sensitivity (Empfindlichkeit)	31
4.2.3. Full Scale	31
4.3. Thermostatierung	32
4.3.1. Einschalten	32
4.3.2. Arbeitstemperatur	32
4.3.3. Ausschalten	32
4.4. Dämpfung	32
4.5. Marker	32
4.6. Auto Zero	33
4.6.1. Funktion	33
4.6.2. Auslösen	33
4.6.3. Ausschalten	33
4.6.4. Overload	33
4.7. Injektion von Proben	34
4.7.1. Funktionsweise des Injektors	34
4.7.2. Bedienung des Injektors	34
5. Beispiel: Bestimmung von Chlorid, Nitrat und Sulfat in Trinkwasser	37
5.1. Vorbereitungen	37
5.1.1. Installation des Ionenchromatographen 690	37
5.1.2. Vorbereitung des Eluenten	37
5.1.3. Installation der IC-Pumpe 697	37
5.1.4. Verbindung IC-Pumpe 697 – Ionenchromatograph 690	38
5.1.5. Anschluss der Trennsäule	38
5.1.6. Anschluss des Schreibers	38
5.1.7. Anschluss des Integrators	38
5.1.8. Einstellungen am Ionenchromatograph 690	38
5.1.9. Konditionierung	38
5.2. Kalibrierung	39
5.2.1. Standard	39
5.2.2. Injektion	39
5.3. Bestimmung und Auswertung	40
5.3.1. Injektion der Trinkwasserprobe	40
5.3.2. Auswertung	40

	<u>Seite</u>
6. Praktische Hinweise zur Ionenchromatographie	42
6.1. Trennsäulen	42
6.1.1. Trennleistung	42
6.1.2. Schutz	42
6.1.3. Aufbewahrung	42
6.1.4. Totvolumen	42
6.1.5. Regenerierung	42
6.2. Pumpen	43
6.2.1. Pulsationsdämpfer	43
6.2.2. Wartung	43
6.3. Eluenten	43
6.3.1. Behandlung	43
6.3.2. Einfluss verschiedener Parameter bei Anionensäulen	43
6.3.3. Eluentenwechsel	43
6.4. Ionenchromatograph 690	44
6.4.1. Passivierung	44
6.4.2. Verbindungen	44
6.4.3. Auto Zero	44
6.4.4. Recycling (Kreislauf)	44
6.4.5. Stilllegung	44
6.5. Störungen und deren Behebung	45
7. Technische Daten	46
7.1. Technische Daten des Ionenchromatographen 690	46
7.2. Steuer-Eingänge und -Ausgänge	48
8. Lieferumfang und Bestellbezeichnungen	50
8.1. Ionenchromatograph 690.0010	50
8.2. Ionenchromatograph 690.0020	50
8.3. Ionenchromatograph 690.0030	51
8.4. Optionen	52
8.4.1. IC-Pumpe 697	52
8.4.2. Pulsationsdämpfer Portmann	52
8.4.3. Autosampler 698	52
8.4.4. Labograph 586	52
8.4.5. Elektrochemischer Detektor (ELCD)	52
8.4.6. Umbausatz	52
8.4.7. Säulen und Vorsäulen	53
8.4.8. Weiteres Zubehör	53
9. Gewährleistung	54
10. Index	55

Verzeichnis der Abbildungen

	<u>Seite</u>
Abb. 1: Blockschema des Ionenchromatographie-Systems	1
Abb. 2: Vorderseite des Ionenchromatographen 690.0010	2
Abb. 3: Rückseite des Ionenchromatographen 690.0010	4
Abb. 4: Vorderseite des Ionenchromatographen 690.0020	6
Abb. 5: Rückseite des Ionenchromatographen 690.0020	8
Abb. 6: Vorderseite des Ionenchromatographen 690.0030	10
Abb. 7: Rückseite des Ionenchromatographen 690.0030	12
Abb. 8: Anschlussstücke aus Stahl	15
Abb. 9: Anschlussstück aus PVDF	16
Abb. 10: Montieren der Filter-Einheit Manufit 6.2821.000	17
Abb. 11: Verbindung Ionenchromatograph 690 – IC-Pumpe 697	18
Abb. 12: Montieren von Vorsäulenkartuschen	20
Abb. 13: Detektor und Säulenanschluss beim Ionenchromatograph 690.0010 und 690.0020	22
Abb. 14: Detektor und Säulenanschluss beim Ionenchromatograph 690.0030	24
Abb. 15: Anschluss des Schreibers 586 am Ionenchromatograph 690	26
Abb. 16: Anschluss eines Integrators am Ionenchromatograph 690	27
Abb. 17: Messbereich und Empfindlichkeit	31
Abb. 18: Auto Zero	33
Abb. 19: Funktionsweise des Injektors bei den Ionenchromatographen 690.0010/690.0020	34
Abb. 20: Funktionsweise der Injektoren beim Ionenchromatograph 690.0030	35
Abb. 21: Chromatogramm der Kalibrierung	39
Abb. 22: Integratorauswertung der Kalibrierung	40
Abb. 23: Chromatogramm der Trinkwasserbestimmung	41
Abb. 24: Integratorauswertung der Trinkwasserbestimmung	41

Ionenchromatograph 690

Gebrauchsanweisung

1. Einleitung

Der **Ionenchromatograph 690** ist ein Messgerät für die chromatographische Analyse von ionischen Komponenten. Wie in *Abb. 1* dargestellt, umfasst er einen Injektor, den isolierten Säulenraum, einen thermostatierten Leitfähigkeitsdetektor und die zur Messsignalerfassung und Heizungssteuerung notwendige Elektronik. Erhältlich sind die **drei Versionen**

- 2.690.0010 Ionenchromatograph mit 1 manuell betätigten Injektor
- 2.690.0020 Ionenchromatograph mit 1 elektrisch betätigten Injektor
- 2.690.0030 Ionenchromatograph mit 2 elektrisch betätigten Injektoren und manuell bedientem Ventil zur Säulenumschaltung

Der Ionenchromatograph 690 ist der Hauptbaustein eines **Ionenchromatographie-Systems**, das nach den Wünschen des Anwenders individuell ausgebaut werden kann. In der Minimalkonfiguration (siehe *Abb. 1*) besteht dieses System neben dem Hauptgerät 690 zusätzlich noch aus einer Trennsäule, der IC-Pumpe 697 und einem Daten-Aufzeichnungsgerät (Schreiber und/oder Integrator). Der Ionenchromatograph 690 ist aber so konstruiert, dass praktisch alle der auf dem Markt erhältlichen HPLC-Zubehörgeräte und -teile wie Vorsäulen, zusätzliche Trennsäulen, zusätzliche Detektoren, andere Injektionssysteme, Autosampler und Labordatensysteme problemlos in das System integriert werden können.

Die vorliegende **Gebrauchsanweisung** beschränkt sich im wesentlichen auf die Beschreibung des Ionenchromatographen 690. Die Ausführungen sind dabei bewusst so gehalten, dass auch HPLC-unerfahrene Benutzer in die Arbeitsweise des Gerätes und die Besonderheiten dieser Analysemethode eingeführt werden.

Als Ergänzung zu dieser Gebrauchsanweisung wird zu jedem Ionenchromatograph 690 zusätzlich der **Applikationsordner 8.690.2011** mitgeliefert, der ausführliche Beispiele aus diversen Anwendungsgebieten enthält. Zudem wird dort in *Kap. 1* eine kurze Einführung in die theoretischen Grundlagen der Ionenchromatographie geboten, welche sich vor allem an Neulinge auf diesem Gebiet richtet.

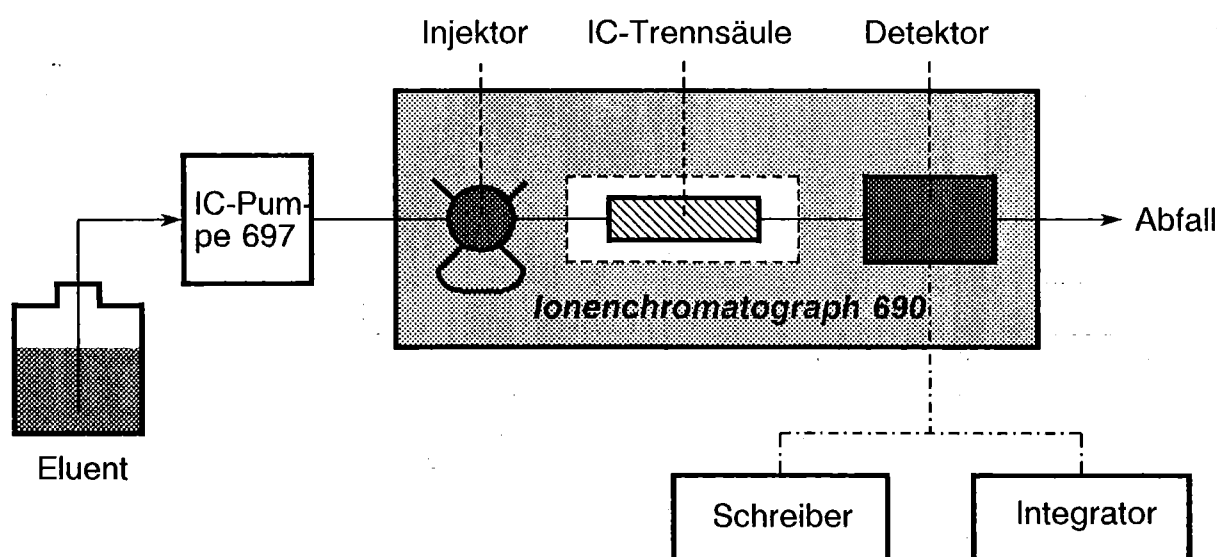


Abb. 1: Blockschema des Ionenchromatographie-Systems

2. Bedienungselemente

2.1. Ionenchromatograph 690.0010 (mit manuellem Injektor)

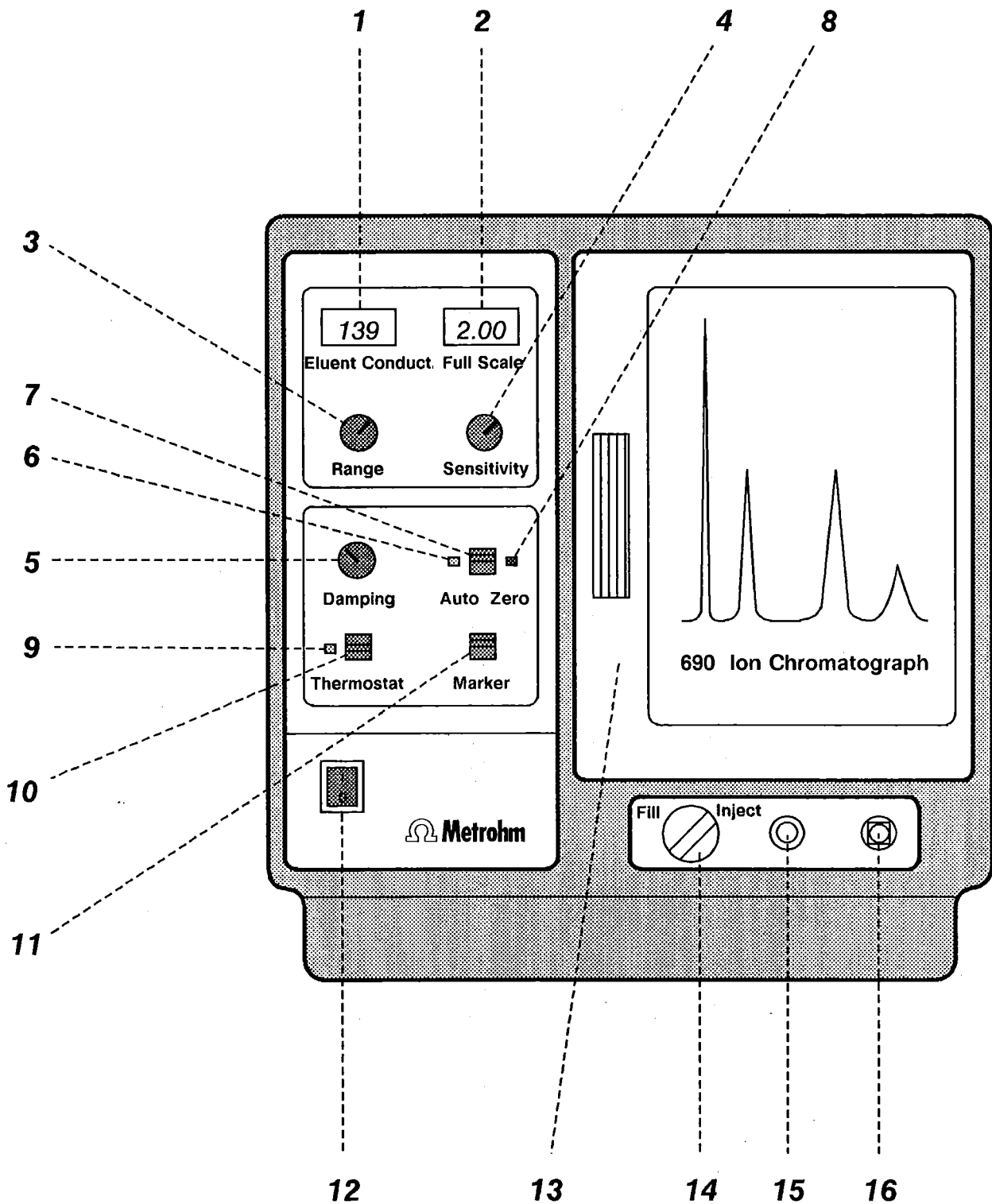


Abb. 2: Vorderseite des Ionenchromatographen 690.0010

- 1 Eluent Conduct.**
Anzeige der Eluenten-Leitfähigkeit in $\mu\text{S}/\text{cm}$
Bereich: 0...1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$
Falls die gemessene Leitfähigkeit ausserhalb des gewählten Messbereichs liegt, erscheint in der Anzeige " / " (Ziffer 1 am linken Rand ohne nachfolgende Ziffern)
(→ Range neu einstellen)
- 2 Full Scale**
Anzeige des Full-Scale-Arbeitsbereiches in $\mu\text{S}/\text{cm}$
Der Arbeitsbereich wird durch die Einstellungen von **Range** und **Sensitivity** definiert:
Full Scale = Range/Sensitivity
Bereich: 0.1...1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$
Falls dieser Bereich unterschritten wird, erscheint in der Anzeige " / " (Ziffer 1 am linken Rand ohne nachfolgende Ziffern)
(→ Range und/oder Sensitivity neu einstellen)
- 3 Range**
Einstellung des Messbereiches in $\mu\text{S}/\text{cm}$
Bereich: 10...1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- 4 Sensitivity**
Einstellung der Empfindlichkeit
Bereich: 1...2000
- 5 Damping**
Dämpfung des Messsignals
(Butterworth-Filter, 4. Ordnung)
Stufe 0: $\tau = 0.125 \text{ s}$
Stufe 1: $\tau = 0.5 \text{ s}$
Stufe 2: $\tau = 1 \text{ s}$
Stufe 3: $\tau = 2 \text{ s}$
- 6 Auto-Zero-Anzeige**
Bei eingeschalteter elektronischer Untergrundkompensation brennt die grüne Lampe
- 7 Auto Zero**
Automatische Nullsetzung des Messsignals (elektronische Untergrundkompensation)
Auslösung der Nullsetzung (wiederholbar):
Schalter kurz nach unten drücken (grüne Lampe brennt)
Ausschalten:
Schalter kurz nach oben drücken (grüne Lampe erlischt)
- 8 Overload-Anzeige**
Das Aufleuchten der roten Lampe zeigt an, dass das Messsignal ausserhalb $\pm 150\%$ des gewählten Full-Scale-Bereichs liegt
- 9 Thermostat-Anzeige**
Bei eingeschalteter Heizung brennt die grüne Lampe
- 10 Thermostat**
Einschalttaste für die Heizung des Leitfähigkeits-Detektors
- 11 Marker**
Wipptaste zur Markierung (ca. 10% des Full-Scale-Bereiches)
Auslösung: Taste kurz nach unten drücken
- 12 ON/OFF**
Ein- und Ausschalten des Gerätes (Netzschalter)
I: On 0: Off
Im betriebsbereiten Zustand brennt die rote Lampe im Schalter
- 13 Türe für Nassteil/Innenraum**
- 14 Injektionsventil-Schalter**
Stellung "Fill":
Füllen der Probenschleife
Stellung "Inject":
Injektion des Schleifeninhaltes
- 15 Anschluss für Ansaugschlauch 6.1822.000**
- 16 Anschluss für Spritze 6.2816.020**

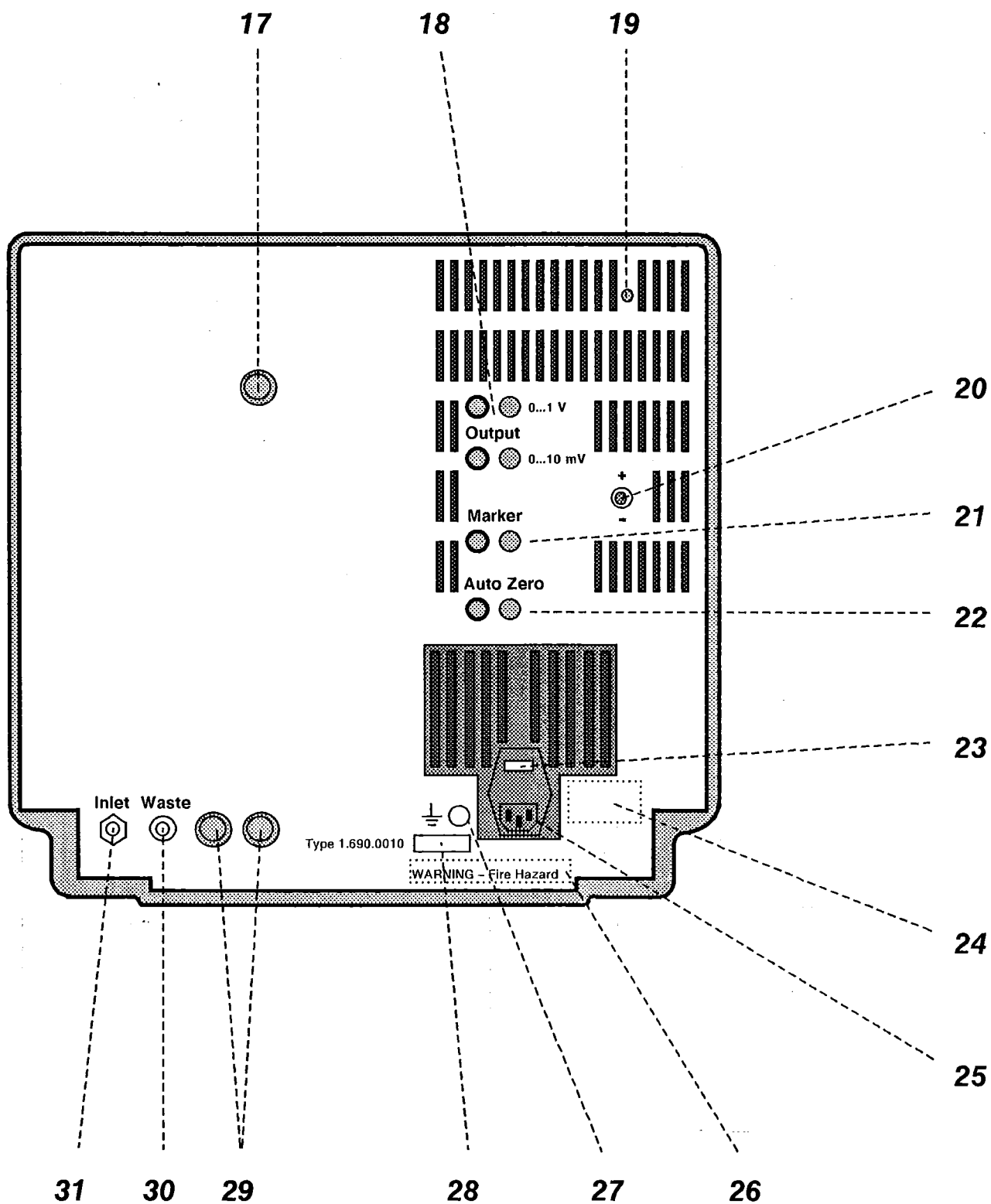


Abb. 3: Rückseite des Ionenchromatographen 690.0010

- 17 Rückwand-Öffnung**
(mit Kunststoffstopfen verschlossen)
für zusätzliche Zu- oder Ableitungen
zum Innenraum
- 18 Output**
Anschlussbuchsen für Linienschreiber/
Integrator
(Analogsignal-Ausgang
0...10 mV und 0...1 V)
- 19 Einstellschraube**
zur Regulierung der Heizblocktemperatur von
25...45 °C
*Diese Temperatur ist ab Werk auf 35 ± 1 °C
eingestellt und sollte ohne triftigen Grund
nicht verändert werden!*
- 20 Polaritätumschalter + / -**
- 21 Marker-Anschluss**
Anschlussbuchsen für die externe Ansteuer-
ung der Marker-Funktion (siehe Kap. 7.2)
- 22 Auto-Zero-Anschluss**
Anschlussbuchsen für die externe Ansteuer-
ung der Auto-Zero-Funktion (siehe Kap. 7.2)
- 23 Anzeige der eingestellten Netzspannung**
- 24 Daten der Sicherung und Leistungsaufnah-
me**
- 25 Netzanschluss**
Kaltgeräte-Einbaustecker Typ CEE (22), VI
- 26 Wichtiger Hinweis:**
"WARNUNG: Nur identische Ersatzsicherung
verwenden, sonst besteht Brandgefahr!"
- 27 Erdungsbuchse**
- 28 Typenschild**
Angabe der Typen-, Serie- und
Gerätenummer.
Alle diese Nummern müssen bei irgendwel-
chen Rückfragen an METROHM bzw. an die
Landesvertretung vollständig angegeben wer-
den!
- 29 Rückwand-Öffnungen**
(mit Kunststoffstopfen verschlossen)
für zusätzliche Zu- oder Ableitungen
(z.B. Pressluftzuführung, zusätzlicher
Detektor) zum Innenraum
- 30 Waste**
Anschluss für PTFE-Mikro-Kapillarschlauch
6.1822.010 (Ableitung zum Abfallbehälter)
- 31 Inlet**
Anschluss für Stahl-Kapillare 6.2620.020
(Zuleitung des Eluenten von der Pumpe)

2.2. Ionenchromatograph 690.0020 (mit elektrischem Injektor)

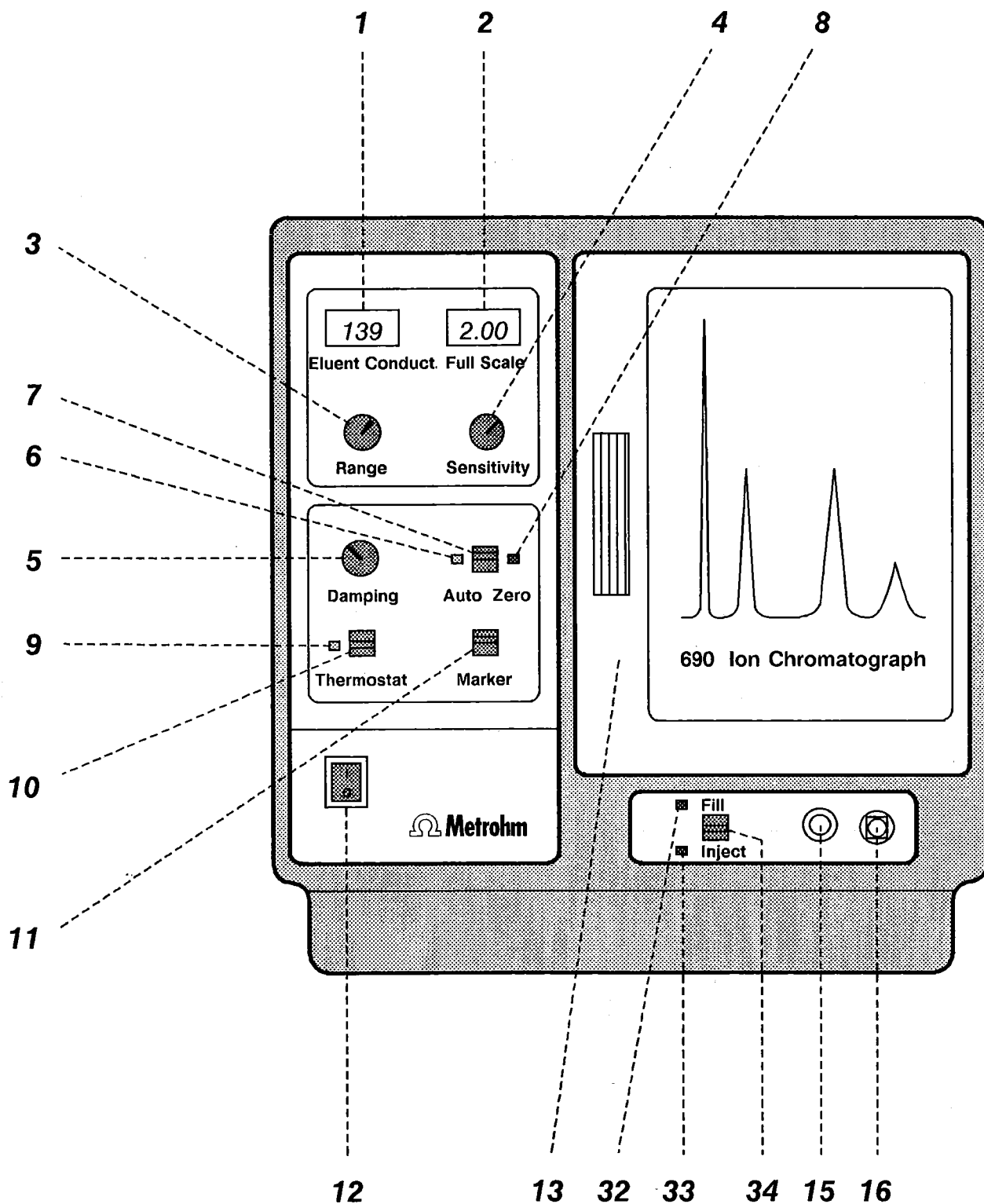


Abb. 4: Vorderseite des Ionenchromatographen 690.0020

- 1 Eluent Conduct.**
Anzeige der Eluenten-Leitfähigkeit in $\mu\text{S/cm}$
Bereich: 0...1000 $\mu\text{S/cm}$
Falls die gemessene Leitfähigkeit ausserhalb des gewählten Messbereichs liegt, erscheint in der Anzeige " / " (Ziffer 1 am linken Rand ohne nachfolgende Ziffern)
(→ Range neu einstellen)
- 2 Full Scale**
Anzeige des Full-Scale-Arbeitsbereiches in $\mu\text{S/cm}$
Der Arbeitsbereich wird durch die Einstellungen von **Range** und **Sensitivity** definiert:
Full Scale = Range/Sensitivity
Bereich: 0.1...1000 $\mu\text{S/cm}$
Falls dieser Bereich unterschritten wird, erscheint in der Anzeige " / " (Ziffer 1 am linken Rand ohne nachfolgende Ziffern)
(→ Range und/oder Sensitivity neu einstellen)
- 3 Range**
Einstellung des Messbereiches in $\mu\text{S/cm}$
Bereich: 10...1000 $\mu\text{S/cm}$
- 4 Sensitivity**
Einstellung der Empfindlichkeit
Bereich: 1...2000
- 5 Damping**
Dämpfung des Messsignals
(Butterworth-Filter, 4. Ordnung)
Stufe 0: $\tau = 0.125 \text{ s}$
Stufe 1: $\tau = 0.5 \text{ s}$
Stufe 2: $\tau = 1 \text{ s}$
Stufe 3: $\tau = 2 \text{ s}$
- 6 Auto-Zero-Anzeige**
Bei eingeschalteter elektronischer Untergrundkompensation brennt die grüne Lampe
- 7 Auto Zero**
Automatische Nullsetzung des Messsignals (elektronische Untergrundkompensation)
Auslösung der Nullsetzung (wiederholbar):
Schalter kurz nach unten drücken (grüne Lampe brennt)
Ausschalten:
Schalter kurz nach oben drücken (grüne Lampe erlischt)
- 8 Overload-Anzeige**
Das Aufleuchten der roten Lampe zeigt an, dass das Messsignal ausserhalb $\pm 150\%$ des gewählten Full-Scale-Bereichs liegt...
- 9 Thermostat-Anzeige**
Bei eingeschalteter Heizung brennt die grüne Lampe
- 10 Thermostat**
Einschalttaste für die Heizung des Leitfähigkeits-Detektors
- 11 Marker**
Wipptaste zur Markierung (ca. 10% des Full-Scale-Bereiches)
Auslösung: Taste kurz nach unten drücken
- 12 ON/OFF**
Ein- und Ausschalten des Gerätes (Netzschalter)
I: On 0: Off
Im betriebsbereiten Zustand brennt die rote Lampe im Schalter
- 13 Türe für Nassteil/Innenraum**
- 15 Anschluss für Ansaugschlauch 6.1822.000**
- 16 Anschluss für Spritze 6.2816.020**
- 32 Anzeigelampe "Fill"**
Das Aufleuchten der roten Lampe zeigt an, dass sich das Injektionsventil in der Stellung "Fill" befindet (die Probenschleife wird gefüllt).
- 33 Anzeigelampe "Inject"**
Das Aufleuchten der roten Lampe zeigt an, dass sich das Injektionsventil in der Stellung "Inject" befindet (der Inhalt der Probenschleife wird injiziert).
- 34 Injektionsventil-Schalter**
Stellung "Fill":
Füllen der Probenschleife
Stellung "Inject":
Injektion des Schleifeninhaltes

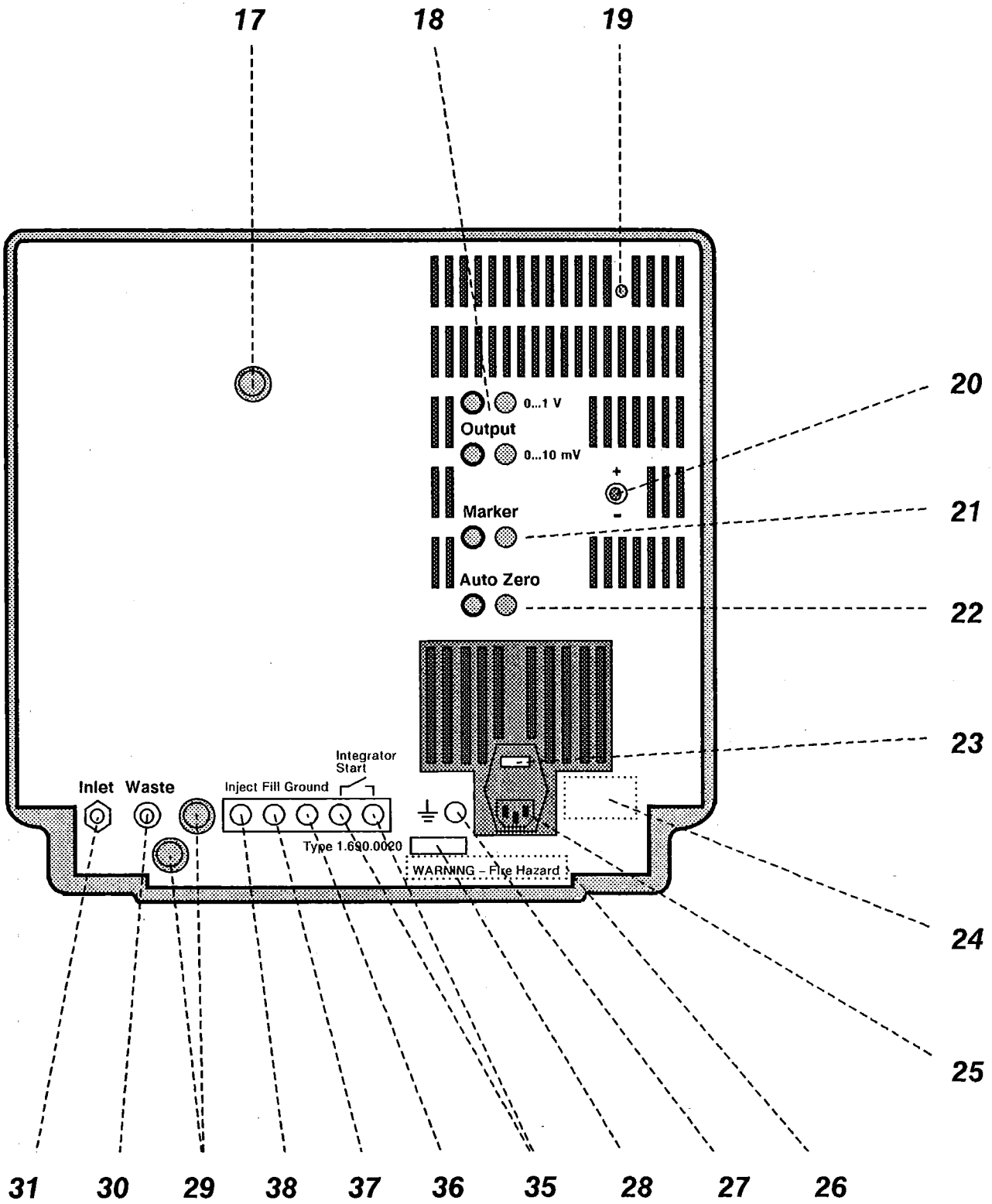


Abb. 5: Rückseite des Ionenchromatographen 690.0020

- 17 Rückwand-Öffnung**
(mit Kunststoffstopfen verschlossen)
für zusätzliche Zu- oder Ableitungen
zum Innenraum
- 18 Output**
Anschlussbuchsen für Linienschreiber/
Integrator
(Analogsignal-Ausgang
0...10 mV und 0...1 V)
- 19 Einstellschraube**
zur Regulierung der Heizblocktemperatur von
25...45 °C
*Diese Temperatur ist ab Werk auf 35 ± 1 °C
eingestellt und sollte ohne triftigen Grund
nicht verändert werden!*
- 20 Polaritätsumschalter + / -**
- 21 Marker-Anschluss**
Anschlussbuchsen für die externe Ansteuer-
ung der Marker-Funktion (siehe Kap. 7.2)
- 22 Auto-Zero-Anschluss**
Anschlussbuchsen für die externe Ansteuer-
ung der Auto-Zero-Funktion (siehe Kap. 7.2)
- 23 Anzeige der eingestellten Netzspannung**
- 24 Daten der Sicherung und Leistungsaufnah-
me**
- 25 Netzanschluss**
Kaltgeräte-Einbaustecker Typ CEE (22), VI
- 26 Wichtiger Hinweis:**
"WARNUNG: Nur identische Ersatzsicherung
verwenden, sonst besteht Brandgefahr!"
- 27 Erdungsbuchse**
- 28 Typenschild**
Angabe der Typen-, Serie- und
Gerätenummer.
Alle diese Nummern müssen bei irgendwel-
chen Rückfragen an METROHM bzw. an die
Landesvertretung vollständig angegeben wer-
den!
- 29 Rückwand-Öffnungen**
(mit Kunststoffstopfen verschlossen)
für zusätzliche Zu- oder Ableitungen
(z.B. Pressluftzuführung, zusätzlicher
Detektor) zum Innenraum
- 30 Waste**
Anschluss für PTFE-Mikro-Kapillarschlauch
6.1822.010 (Ableitung zum Abfallbehälter)
- 31 Inlet**
Anschluss für Stahl-Kapillare 6.2620.020
(Zuleitung des Eluenten von der Pumpe)
- 35 Anschluss "Integrator Start"**
- 36 Anschluss "Ground" für Autosampler 698**
- 37 Anschluss "Fill" für Autosampler 698**
Anschluss für extern ausgelöste Umschaltung
des Injektionsventils in die Stellung "Fill"
- 38 Anschluss "Inject" für Autosampler 698**
Anschluss für extern ausgelöste Umschaltung
des Injektionsventils in die Stellung "Inject"

2.3. Ionenchromatograph 690.0030 (mit 2 elektrischen Injektoren)

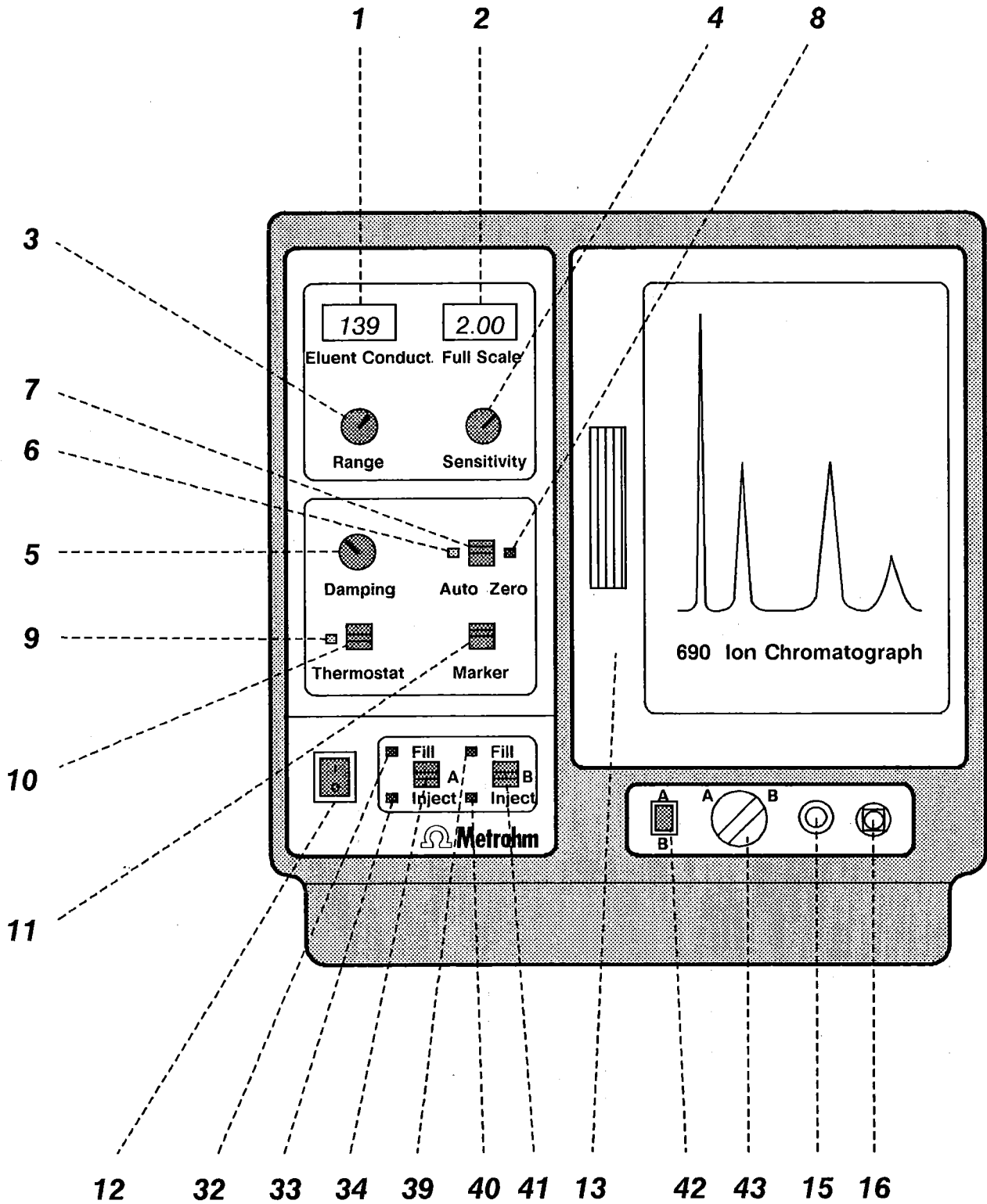


Abb. 6: Vorderseite des Ionenchromatographen 690.0030

- 1 Eluent Conduct.**
Anzeige der Eluenten-Leitfähigkeit in $\mu\text{S}/\text{cm}$
Bereich: 0...1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$
Falls die gemessene Leitfähigkeit ausserhalb des gewählten Messbereichs liegt, erscheint in der Anzeige " / " (Ziffer 1 am linken Rand ohne nachfolgende Ziffern)
(→ Range neu einstellen)
- 2 Full Scale**
Anzeige des Full-Scale-Arbeitsbereiches in $\mu\text{S}/\text{cm}$
Der Arbeitsbereich wird durch die Einstellungen von **Range** und **Sensitivity** definiert:
Full Scale = Range/Sensitivity
Bereich: 0.1...1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$
Falls dieser Bereich unterschritten wird, erscheint in der Anzeige " / " (Ziffer 1 am linken Rand ohne nachfolgende Ziffern)
(→ Range u./o. Sensitivity neu einstellen)
- 3 Range**
Einstellung des Messbereiches in $\mu\text{S}/\text{cm}$
Bereich: 10...1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- 4 Sensitivity**
Einstellung der Empfindlichkeit
Bereich: 1...2000
- 5 Damping**
Dämpfung des Messsignals
(Butterworth-Filter, 4. Ordnung)
Stufe 0: $\tau = 0.125 \text{ s}$
Stufe 1: $\tau = 0.5 \text{ s}$
Stufe 2: $\tau = 1 \text{ s}$
Stufe 3: $\tau = 2 \text{ s}$
- 6 Auto-Zero-Anzeige**
Bei eingeschalteter elektronischer Untergrundkompensation brennt die grüne Lampe
- 7 Auto Zero**
Automatische Nullsetzung des Messsignals (elektronische Untergrundkompensation)
Auslösung der Nullsetzung (wiederholbar):
Schalter kurz nach unten drücken (grüne Lampe brennt)
Ausschalten:
Schalter kurz nach oben drücken (grüne Lampe erlischt)
- 8 Overload-Anzeige**
Das Aufleuchten der roten Lampe zeigt an, dass das Messsignal ausserhalb $\pm 150\%$ des gewählten Full-Scale-Bereichs liegt
- 9 Thermostat-Anzeige**
Bei eingeschalteter Heizung brennt die grüne Lampe
- 10 Thermostat**
Einschalttaste für die Heizung des Leitfähigkeits-Detektors
- 11 Marker**
Wipptaste zur Markierung (ca. 10% des Full-Scale-Bereiches)
Auslösung: Taste kurz nach unten drücken
- 12 ON/OFF**
Ein- und Ausschalten des Gerätes (Netzschalter)
I: On 0: Off
Im betriebsbereiten Zustand brennt die rote Lampe im Schalter
- 13 Türe für Nassteil/Innenraum**
- 15 Anschluss für Ansaugschlauch 6.1822.000**
- 16 Anschluss für Spritze 6.2816.020**
- 32 Anzeigelampe "Fill" für Säule A**
Das Aufleuchten der roten Lampe zeigt an, dass sich das Injektionsventil **A** in der Stellung "Fill" befindet (die Probenschleife wird gefüllt).
- 33 Anzeigelampe "Inject" für Säule A**
Das Aufleuchten der roten Lampe zeigt an, dass sich das Injektionsventil **A** in der Stellung "Inject" befindet (der Inhalt der Probenschleife wird injiziert).
- 34 Injektionsventil-Schalter für Säule A**
Stellung "Fill":
Füllen der Probenschleife
Stellung "Inject":
Injektion des Schleifeninhaltes
- 39 Anzeigelampe "Fill" für Säule B**
Das Aufleuchten der roten Lampe zeigt an, dass sich das Injektionsventil **B** in der Stellung "Fill" befindet (die Probenschleife wird gefüllt).
- 40 Anzeigelampe "Inject" für Säule B**
Das Aufleuchten der roten Lampe zeigt an, dass sich das Injektionsventil **B** in der Stellung "Inject" befindet (der Inhalt der Probenschleife wird injiziert).
- 41 Injektionsventil-Schalter für Säule B**
Stellung "Fill":
Füllen der Probenschleife
Stellung "Inject":
Injektion des Schleifeninhaltes
- 42 Schalter zur Wahl des Injektors (bzw. der Säule) für Anschlussleiste (50) A/B**
Stellung A:
Die Anschlüsse (35...38) beziehen sich auf Injektor/Säule **A**
Stellung B:
Die Anschlüsse (35...38) beziehen sich auf Injektor/Säule **B**
- 43 Ventil-Schalter für Wahl der Säule (A oder B)**

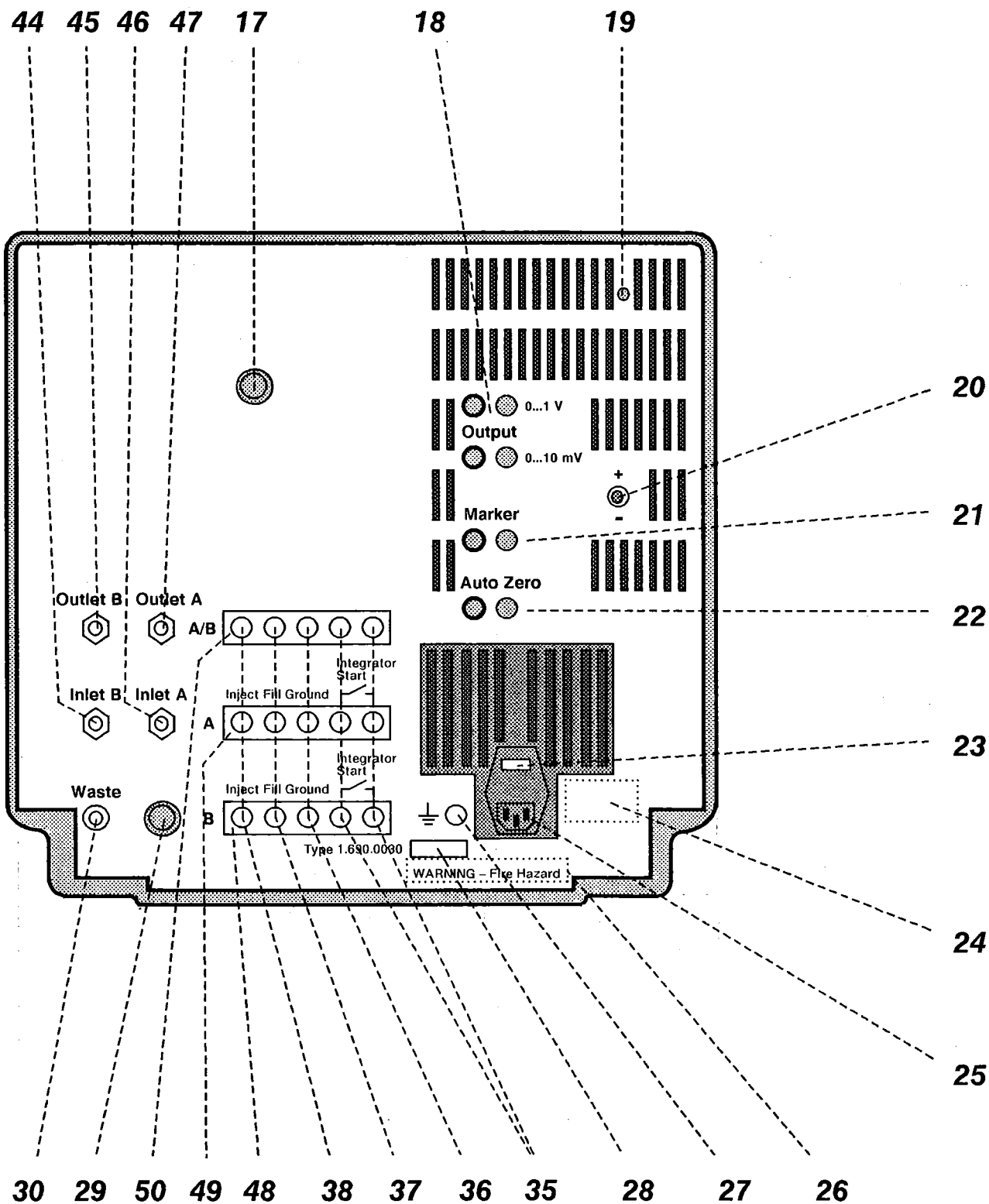


Abb. 7: Rückseite des Ionenchromatographen 690.0030

- 17 Rückwand-Öffnung**
(mit Kunststoffstopfen verschlossen)
für zusätzliche Zu- oder Ableitungen
zum Innenraum
- 18 Output**
Anschlussbuchsen für Linienschreiber/
Integrator
(Analogsignal-Ausgang
0...10 mV und 0...1 V)
- 19 Einstellschraube**
zur Regulierung der Heizblocktemperatur von
25...45 °C
*Diese Temperatur ist ab Werk auf 35 ± 1 °C
eingestellt und sollte ohne triftigen Grund
nicht verändert werden!*
- 20 Polaritätsumschalter + / -**
- 21 Marker-Anschluss**
Anschlussbuchsen für die externe Ansteuer-
ung der Marker-Funktion (siehe Kap. 7.2)
- 22 Auto-Zero-Anschluss**
Anschlussbuchsen für die externe Ansteuer-
ung der Auto-Zero-Funktion (siehe Kap. 7.2)
- 23 Anzeige der eingestellten Netzspannung**
- 24 Daten der Sicherung und
Leistungsaufnahme**
- 25 Netzanschluss**
Kaltgeräte-Einbaustecker Typ CEE (22), VI
- 26 Wichtiger Hinweis:**
"WARNUNG: Nur identische Ersatzsicherung
verwenden, sonst besteht Brandgefahr!"
- 27 Erdungsbuchse**
- 28 Typenschild**
Angabe der Typen-, Serie- und
Gerätenummer.
Alle diese Nummern müssen bei irgendwel-
chen Rückfragen an METROHM bzw. an die
Landesvertretung vollständig angegeben wer-
den!
- 29 Rückwand-Öffnung**
(mit Kunststoffstopfen verschlossen)
für zusätzliche Zu- oder Ableitung
(z.B. Pressluftzuführung, zusätzlicher
Detektor) zum Innenraum
- 30 Waste**
Anschluss für PTFE-Mikro-Kapillarschlauch
6.1822.010 (Ableitung zum Abfallbehälter)
- 35 Anschluss "Integrator Start"**
- 36 Anschluss "Ground" für Autosampler 698**
- 37 Anschluss "Fill" für Autosampler 698**
Anschluss für extern ausgelöste Umschaltung
des Injektionsventils in die Stellung "Fill"
- 38 Anschluss "Inject" für Autosampler 698**
Anschluss für extern ausgelöste Umschaltung
des Injektionsventils in die Stellung "Inject"
- 44 Inlet B**
Zuleitung des Eluenten für Säule B
Anschluss für Stahl-Kapillare 6.2620.020
(Zuleitung von der Pumpe)
- 45 Outlet B**
Ableitung des Eluenten von der Säule B
Anschluss für PTFE-Mikro-Kapillarschlauch
6.1822.010 (Ableitung zum Abfallbehälter)
- 46 Inlet A**
Zuleitung des Eluenten für Säule A
Anschluss für Stahl-Kapillare 6.2620.020
(Zuleitung von der Pumpe)
- 47 Outlet A**
Ableitung des Eluenten von der Säule A
Anschluss für PTFE-Mikro-Kapillarschlauch
6.1822.010 (Ableitung zum Abfallbehälter)
- 48 Anschlussleiste B für Injektor B**
- 49 Anschlussleiste A für Injektor A**
- 50 Anschlussleiste A/B für Injektor A oder B**
Umschaltung A ↔ B mit Schalter (43)

3. Installation

Beachte: Der Begriff "Ionenchromatograph 690" gilt immer für alle drei Gerätevarianten. Wo unterschiedliche Installations-Vorschriften bestehen, sind diese pro Gerätevariante gesondert aufgeführt.

3.1. Aufstellen des Gerätes

3.1.1. Verpackung

Der Ionenchromatograph 690 wird zusammen mit dem gesondert verpackten Zubehör in einer sehr gut schützenden Spezialverpackung geliefert. Diese enthält zwei stossabsorbierende, in blaue Kunststoff-Folien eingelassene und auf die individuelle Form geschäumte Schaumstoff-Auskleidungen. Das Gerät selber ist in einem evakuierten Polyethylen-Sack staubfest eingepackt. Bewahren Sie alle diese Spezialverpackungen unbedingt auf, denn nur sie gewährleisten einen schadlosen Transport der Geräte.

3.1.2. Transportsicherung

Zur Sicherung beim Transport ist der Detektorblock im Innenraum an der Geräterückwand festgeschraubt. Das Lösen und Verschieben des Detektorblocks ist in Kap. 3.7.2 beschrieben. Bei einem allfälligen Transport müssen Sie den Detektorblock wieder an der Rückwand befestigen.

3.1.3. Kontrolle

Kontrollieren Sie sofort nach Erhalt, ob die Sendung vollständig und ohne Schäden angekommen ist (mit Lieferschein und Zubehörliste in Kap. 8 vergleichen). Im Falle von Transportschäden siehe Wegleitung in Kap. 9 "Gewährleistung".

3.1.4. Aufstellungsort

Stellen Sie den Ionenchromatographen 690 an einem für die Bedienung günstigen, erschütterungsfreien Arbeitsplatz auf, geschützt vor korrosiver Atmosphäre und Verschmutzung durch Chemikalien. Das gleiche gilt auch für alle anderen Komponenten des Ionenchromatographie-Systems. Um störende Temperatureinflüsse auf den isolierten Säulenraum zu vermeiden, muss das ganze System (inklusive Pumpe und Eluenten-Vorratsbehälter) vor direkter Sonneneinstrahlung geschützt sein.

3.2. Netzanschluss und Einschalten des Gerätes

3.2.1. Einstellen der Spannung

Überprüfen Sie vor dem erstmaligen Einschalten des Ionenchromatographen 690, ob die am Gerät eingestellte Netzspannung (ablesbar in der Anzeige (23) oberhalb des Netzanschlusses (25)) mit der vorhandenen Netzspannung übereinstimmt. Wenn dies nicht der Fall ist, müssen Sie die Spannung wie folgt umstellen:

- 1▶ Netzkabel herausziehen.
- 2▶ Kunststoffdeckel oberhalb des Netzanschlusses (25) mit Hilfe eines Schraubenziehers öffnen.
- 3▶ Spannungswähltrommel herausnehmen und in die richtige Position bringen.
(Niemals an der eingesetzten Trommel drehen!)
- 4▶ Sicherung unterhalb der Spannungswähltrommel herausnehmen und ihre Spezifikation mit den Daten (24) auf der Rückwand vergleichen. Wenn nötig, Sicherung ersetzen.
- 5▶ Kunststoffdeckel zudrücken bis er einrastet.

3.2.2. Thermosicherung

Der Ionenchromatograph 690 ist zusätzlich noch durch eine Thermosicherung geschützt, bei deren Ansprechen der METROHM-Service angefordert werden muss.

3.2.3. Netzkabel

Das wahlweise zum Gerät gelieferte Netzkabel:

- 6.2122.020 mit Stecker SEV 12 (Schweiz ...)
- 6.2122.040 mit Stecker CEE(7), VII (Deutschland ...)
- 6.2122.070 mit Stecker NEMA/ASA (USA ...)

ist dreifach und mit einem Stecker mit Erdungsstift versehen. Muss ein anderer Stecker montiert werden, so ist der gelb/grüne Leiter (IEC-Norm) mit der Schutz Erde zu verbinden (Geräteschutzklasse 1). Ist keine Steckdose mit Erdung verfügbar, so müssen Sie das Gerät über seine Erdungsbuchse (27) (→) mit einer einwandfreien Erdleitung verbinden.

3.2.4. Netzanschluss

Stecken sie das Netzkabel in die Anschlussbuchse (25) des Ionenchromatographen 690 ein.

3.2.5. Einschalten des Gerätes

Schalten Sie den Ionenchromatographen 690 mit dem Netzschalter (12) ein: 1 = On 0 = Off
Das Aufleuchten der roten Lampe im Netzschalter zeigt an, dass das Gerät eingeschaltet ist.

3.3. Allgemeines über Kapillarverbindungen

3.3.1. Anschlussstücke aus Stahl

Die unter Hochdruck stehenden Verbindungen von der Förderpumpe bis zum Detektor des Ionenchromatographen 690 bestehen aus Stahlkapillaren (i.D. = 0.25 mm, ä.D. = 1/16"), die mit Hilfe der beiden Stahl-Anschlussstücke Ringkeil 6.2620.010 und Druckschraube 6.2620.000 an den entsprechenden Anschlüssen befestigt werden. Müssen Sie eine Kapillare mit neuen Anschlussstücken versehen und anschliessen, so gehen Sie wie folgt vor:

- 1▶ Von der Stahlkapillare 6.2620.020 (i.D. = 0.25 mm, ä.D. = 1/16", Länge L = 3 m) ein Stück in passender Länge abschneiden.
Um eine einwandfreie Schnittfläche zu erhalten, benötigen Sie dazu am besten die als Option erhältliche Kapillarschneidezange 6.2621.040.
- 2▶ An dem zu befestigenden Ende der Stahlkapillare eine Druckschraube 6.2620.000 und einen Ringkeil 6.2620.010 gemäss *Abb. 8* auf die Kapillare stülpen.
- 3▶ Kapillarende bis zum Anschlag in den entsprechenden Verbindungsanschluss einschieben (um Totvolumen zu vermeiden).
- 4▶ Druckschraube mit dem mitgelieferten Gabelschlüssel 1/4" (6.2621.010) fest anziehen.

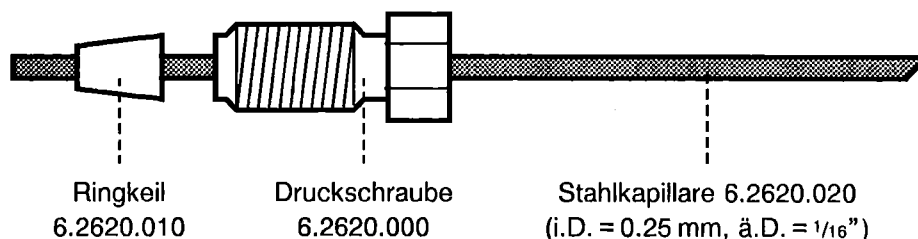


Abb. 8: Anschlussstücke aus Stahl

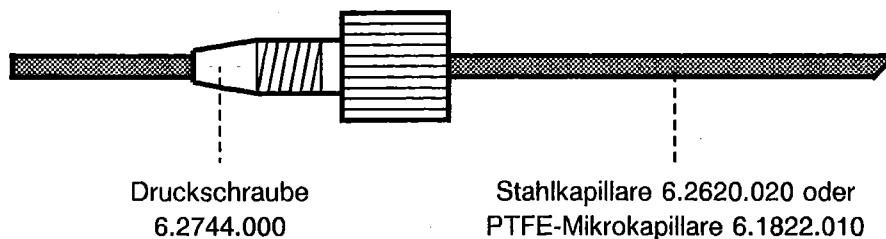


Abb. 9: Anschlussstück aus PVDF

3.3.2. Anschlussstücke aus PVDF

Anstelle von Stahl-Anschlussstücken (siehe Kap. 3.3.1) können für Stahlkapillar-Verbindungen bis zu einem Druck von 200 bar auch Druckschrauben 6.2744.000 aus PVDF verwendet werden. Diese Druckschrauben eignen sich zudem speziell für den Anschluss von PTFE-Mikrokapillaren 6.1822.010 (i.D. = 0.3 mm). Müssen Sie eine Kapillare mit neuen Anschlussstücken versehen und anschliessen, so gehen sie wie folgt vor:

- 1▶ Von der PTFE- oder Stahlkapillare ein Stück in passender Länge abschneiden.
Um eine einwandfreie Schnittfläche zu erhalten, benutzen Sie bei Stahlkapillaren dazu am besten die als Option erhältliche Kapillarschneidezange 6.2621.040.
- 2▶ An dem zu befestigenden Ende der Kapillare eine Druckschraube 6.2744.000 gemäss Abb. 9 auf die Kapillare stülpen.
- 3▶ Kapillarende bis zum Anschlag in den entsprechenden Verbindungsanschluss einschieben (um Totvolumen zu vermeiden).
- 4▶ PVDF-Druckschraube von Hand fest anziehen (keine Werkzeuge verwenden!).

3.4. Anschluss der IC-Pumpe 697

3.4.1. Allgemeines zur IC-Pumpe 697

Für den Betrieb des Ionenchromatographen 690 können Sie jede handelsübliche HPLC-Pumpe einsetzen. Da die erzielbare Empfindlichkeit aber in hohem Masse von der Qualität der Pumpe abhängt, empfiehlt METROHM die Verwendung der speziell für die Anforderungen der Ionenchromatographie entwickelten **IC-Pumpe 697** mit minimaler Pumpenpulsation und hervorragender Flusskonstanz.

Die **Inbetriebnahme und Bedienung der IC-Pumpe 697** ist in der Gebrauchsanweisung 8.697.1001 beschrieben. Der Eluent, der entgast und filtriert werden muss (vgl. Kap. 6.3), wird im Hinblick auf die im Ionenchromatographen 690 eingesetzte Trennsäule und das vorliegende Trennproblem ausgewählt (siehe Kap. 1-02 im Applikationsordner 8.690.2011). Dabei muss gewährleistet sein, dass der eingesetzte Eluent mit den im Pumpenkopf und in der Trennsäule enthaltenen Lösungsmitteln mischbar ist (Angaben der Hersteller beachten).

3.4.2. Pulsationsdämpfer

Zum Schutz des Säulenmaterials vor injektionsbedingten Druckschlägen empfehlen wir Ihnen, einen Pulsationsdämpfer zwischen Pumpe und Ionenchromatograph 690 zu schalten. Sehr gut eignet sich dafür der als Option erhältliche **Pulsationsdämpfer Portmann 6.2620.050** (siehe Kap. 8.4.2).

Der Pulsationsdämpfer 6.2620.050 wird fertig montiert geliefert und hat zwei Anschlüsse für Stahlkapillaren. Die Flussrichtung ist beliebig.

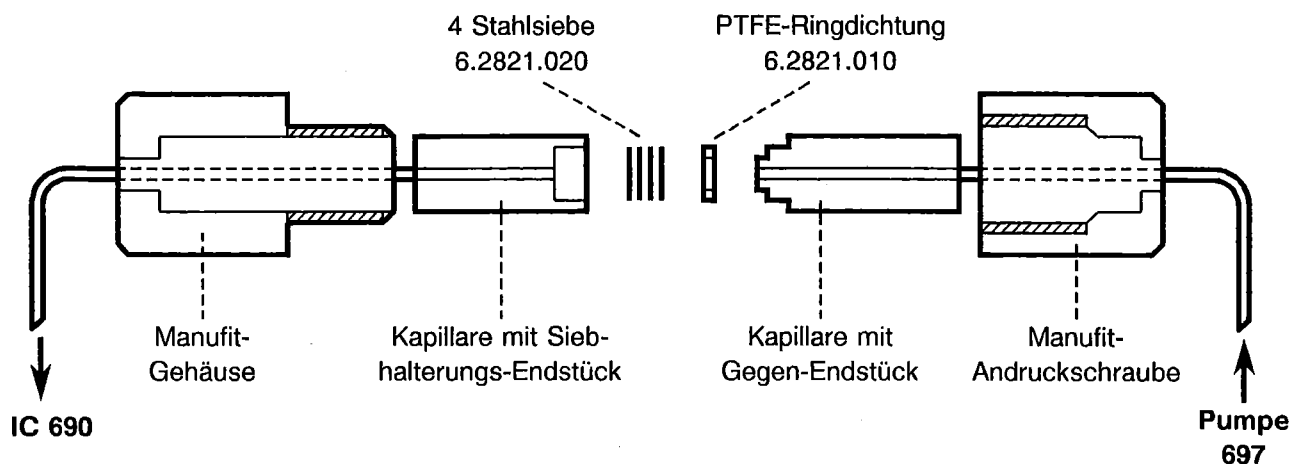


Abb. 10: Montieren der Filter-Einheit Manufit 6.2821.000

3.4.3. Montieren der Filter-Einheit Manufit

Um Verschmutzungen durch Abriebpartikel von Kolbendichtungen der IC-Pumpe 697 zu vermeiden, wird mit Vorteil ein In-Line-Filter zwischen Pumpe und Ionenchromatograph 690 montiert. Bestens geeignet dafür ist die als Option erhältliche **Filter-Einheit Manufit 6.2821.000** (siehe Kap. 8.4.8). Sie wird gemäss *Abb. 10* wie folgt montiert:

- 1▶ Stahlkapillare mit Siebhalterungsstück in Manufit-Gehäuse einführen.
- 2▶ Die 4 beiliegenden Stahlsiebe 6.2821.020 in das Siebhalterungsstück einlegen.
- 3▶ PTFE-Ringdichtung 6.2821.010 in das Siebhalterungsstück hineinpressen.
- 4▶ Stahlkapillare mit Gegenstück in Manufit-Andruckschraube einführen.
- 5▶ Die beiden Kapillarendstücke zusammenstecken.
- 6▶ Manufit-Andruckschraube und -Gehäuse miteinander fest verschrauben.

Für das Austauschen von verschmutzten Stahlsieben gehen Sie in der umgekehrten Reihenfolge vor.

3.4.4. Verbindung Ionenchromatograph 690 – IC-Pumpe 697

- *Ionenchromatograph 690.0010 und 690.0020:*

Schliessen Sie die IC-Pumpe 697 gemäss *Abb. 11* an. Alle Stahlkapillaren werden dazu mit Anschlussstücken versehen und an den entsprechenden Anschlüssen angeschraubt (vgl. Kap. 3.3.1):

- 1▶ Ionenchromatograph 690: Anschluss (31) (Inlet)
- 2▶ IC-Pumpe 697: Anschluss (4) (siehe Gebrauchsanweisung 8.697.1001)

- *Ionenchromatograph 690.0030:*

Für den Betrieb des Ionenchromatographen 690.0030 benötigen Sie zwei unabhängige IC-Pumpen 697. Schliessen Sie die beiden Pumpen **A** und **B** gemäss *Abb. 11* an. Alle Stahlkapillaren werden dazu mit Anschlussstücken versehen und an den entsprechenden Anschlüssen angeschraubt (vgl. Kap. 3.3.1):

- 1▶ Ionenchromatograph 690: Anschluss (46) (Inlet **A** für Pumpe **A**)
Anschluss (44) (Inlet **B** für Pumpe **B**)
- 2▶ IC-Pumpe 697: Anschluss (4) (siehe Gebrauchsanweisung 8.697.1001)

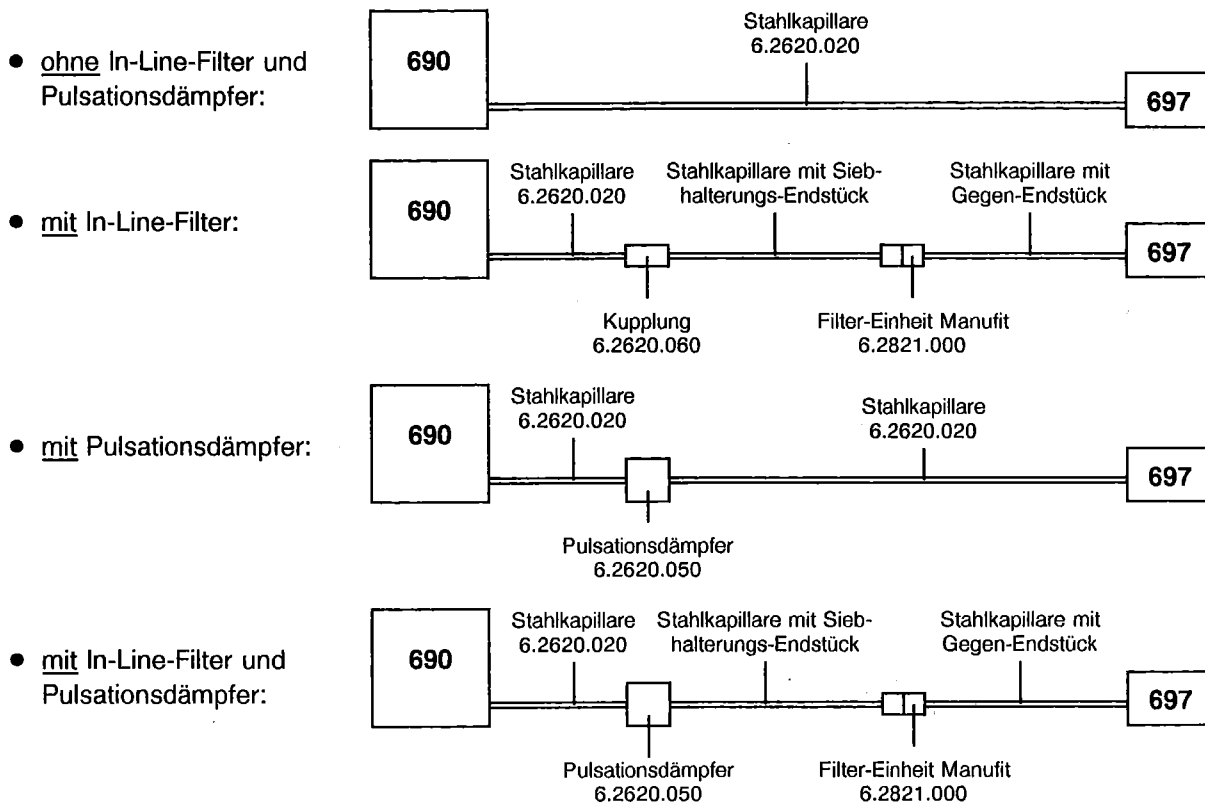


Abb. 11: Verbindung Ionenchromatograph 690 – IC-Pumpe 697

3.4.5. Füllen der Kapillare bis zum Säulenanschluss

- *Ionenchromatograph 690.0010:*

Vor dem Einsetzen der Trennsäule muss zunächst die Verbindung IC-Pumpe 697 – Ionenchromatograph 690 bis zum Ende der Kapillare (65) (siehe Abb. 13) mit Eluent gefüllt und gespült werden:

- 1▶ Drehknopf (14) auf der Gerätevorderseite in die Stellung "Inject" drehen.
- 2▶ Pumpe einschalten und Eluent fördern, bis dieser am Ende der Kapillare (65) austritt.
- 3▶ Becherglas unter das Kapillarende (65) stellen.
- 4▶ Verbindung IC-Pumpe 697 – Ionenchromatograph 690 ca. 10 min mit Eluent spülen.
- 5▶ Pumpe wieder abstellen.

- *Ionenchromatograph 690.0020:*

Vor dem Einsetzen der Trennsäule muss zunächst die Verbindung IC-Pumpe 697 – Ionenchromatograph 690 bis zum Ende der Kapillare (65) (siehe Abb. 13) mit Eluent gefüllt und gespült werden:

- 1▶ Taste (34) auf der Gerätevorderseite kurz nach unten drücken. Das Aufleuchten der roten LED-Lampe (33) zeigt an, dass sich das Injektionsventil im Zustand "Inject" befindet.
- 2▶ Pumpe einschalten und Eluent fördern, bis dieser am Ende der Kapillare (65) austritt.
- 3▶ Becherglas unter das Kapillarende (65) stellen.
- 4▶ Verbindung IC-Pumpe 697 – Ionenchromatograph 690 ca. 10 min mit Eluent spülen.
- 5▶ Pumpe wieder abstellen.

- **Ionenchromatograph 690.0030:**

Vor dem Einsetzen der Trennsäulen müssen zunächst die Verbindungen der beiden IC-Pumpen 697 zum Ionenchromatograph 690 bis zum Ende der Kapillaren (71) und (76) (siehe Abb. 14) mit Eluent gefüllt und gespült werden:

- **Säulenanschluss A:**

- 1▶ Taste (34) auf der Gerätevorderseite kurz nach unten drücken. Das Aufleuchten der roten LED-Lampe (33) zeigt an, dass sich das Injektionsventil **A** im Zustand "Inject" befindet.
- 2▶ Pumpe **A** einschalten und Eluent fördern, bis dieser am Ende der Kapillare (71) austritt.
- 3▶ Becherglas unter das Kapillarende (71) stellen.
- 4▶ Verbindung Pumpe **A** – Ionenchromatograph 690 ca. 10 min mit Eluent spülen.
- 5▶ Pumpe **A** wieder abstellen.

- **Säulenanschluss B:**

- 1▶ Taste (41) auf der Gerätevorderseite kurz nach unten drücken. Das Aufleuchten der roten LED-Lampe (40) zeigt an, dass sich das Injektionsventil **B** im Zustand "Inject" befindet.
- 2▶ Pumpe **B** einschalten und Eluent fördern, bis dieser am Ende der Kapillare (76) austritt.
- 3▶ Becherglas unter das Kapillarende (76) stellen.
- 4▶ Verbindung Pumpe **B** – Ionenchromatograph 690 ca. 10 min mit Eluent spülen.
- 5▶ Pumpe **B** wieder abstellen.

3.5. Anschluss des Abfallbehälters

Als Verbindung zwischen Ionenchromatograph 690 und Abfallbehälter dient der PTFE-Mikrokapillarschlauch 6.1822.010 (i.D. = 0.3 mm, ä.D. = 1.5 mm, Länge $L = 1$ m), der wie folgt montiert wird:

- 1▶ Den am Schlauch befestigten Nippel mit Flansch am Anschluss (30) (Waste) auf der Rückseite des Ionenchromatographen 690 anschliessen: Plastiknippel von Hand fest anziehen.
- 2▶ Das offene Ende des Schlauches in einen genügend grossen Abfallbehälter führen und dort befestigen.

3.6. Montieren der Vorsäule

3.6.1. Allgemeines zu Vorsäulen

Der Gebrauch von leicht austauschbaren Vorsäulen dient zur Schonung der eigentlichen Trennsäulen und erhöht deren Lebensdauer beträchtlich. Bei den von METROHM erhältlichen Vorsäulen (siehe Kap. 8.4.7) handelt es sich entweder um eigentliche Vorsäulen oder um sogenannte Vorsäulenkartuschen, welche zusammen mit dem Doppelkartuschenhalter 6.2821.050 oder dem Kartuschenkopf 6.2821.040 verwendet werden.

Neue IC-Vorsäulen sind üblicherweise mit Lösung gefüllt und beidseitig verschlossen. Vor dem Einsetzen in das System muss sichergestellt sein, dass diese Lösung mit dem verwendeten Eluenten frei mischbar ist (Angaben des Herstellers beachten).

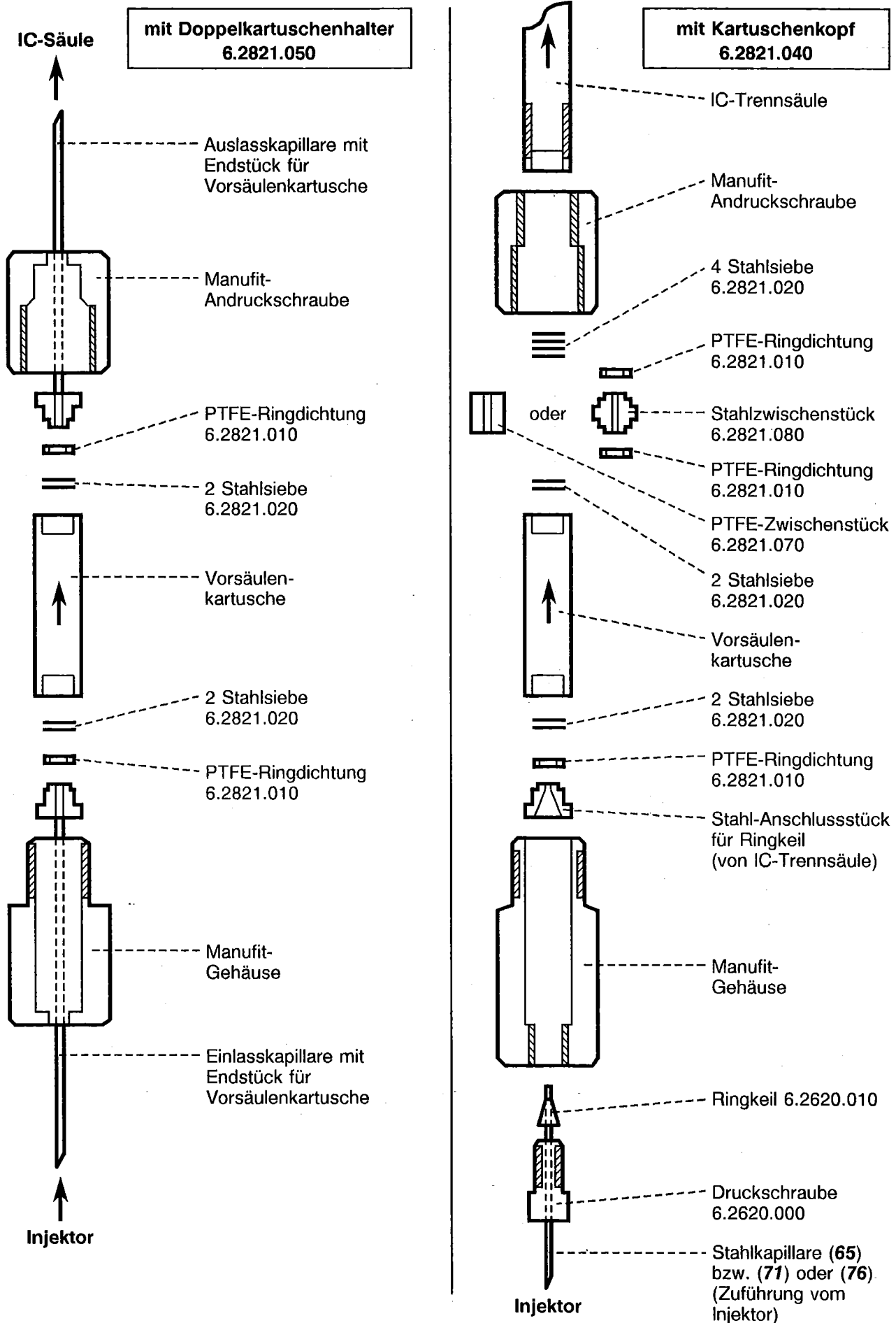


Abb. 12: Montieren von Vorsäulenkartuschen

3.6.2. Vorsäulenkartuschen mit Doppelkartuschenhalter 6.2821.050

Die Vorsäulenkartuschen werden wie folgt montiert (siehe Abb. 12):

- 1▶ Einlasskapillare mit Endstück für Vorsäulenkartusche in Manufit-Gehäuse einführen.
- 2▶ Auslasskapillare mit Endstück für Vorsäulenkartusche in Manufit-Andruckschraube einführen.
- 3▶ Verschlusskappen von der Vorsäulenkartusche abnehmen.
- 4▶ Die beiden Kapillarendstücke mit der Vorsäulenkartusche zusammenstecken (falls angegeben, Flussrichtung der Vorsäulenkartusche beachten).
- 5▶ Manufit-Andruckschraube und -Gehäuse miteinander fest verschrauben.
- 6▶ Die Auslasskapillare der Vorsäule auf ca. 5 cm kürzen und mit Anschlussstücken versehen (vgl. Kap. 3.3.1).
- 7▶ Die Einlasskapillare der Vorsäule mit Anschlussstücken versehen (vgl. Kap. 3.3.1).
- 8▶ Einlasskapillare mit Hilfe der Kupplung 6.2620.060 am Anschluss (64) bzw. (71) oder (76) befestigen.
- 9▶ Becherglas unter die Auslasskapillare stellen.
- 10▶ IC-Pumpe 697 einschalten und Vorsäule ca. 10 min mit Eluent spülen.
- 11▶ Pumpe wieder abstellen.

3.6.3. Vorsäulenkartuschen mit Kartuschenkopf 6.2821.040

Die Vorsäulenkartuschen werden wie folgt montiert (siehe Abb. 12):

- 1▶ Verschlusskappen von der Trennsäule abnehmen.
- 2▶ Befestigungsschraube vom Säuleneinlass abschrauben.
- 3▶ Stahlanschlussstück für Ringkeil aus der Befestigungsschraube herausnehmen.
- 4▶ Verschlusskappen von der Vorsäulenkartusche abnehmen.

mit PTFE-Zwischenstück 6.2821.070:

- 5▶ PTFE-Ringdichtung 6.2821.010 auf der Einlassseite der Trennsäule entfernen
- 6▶ PTFE-Ringdichtung 6.2821.010 auf der Auslassseite der Vorsäulenkartusche entfernen
- 7▶ PTFE-Zwischenstück 6.2821.070 auf Trennsäule aufsetzen (ev. vorher tiefkühlen)
- 8▶ Vorsäulenkartusche auf das PTFE-Zwischenstück 6.2821.070 aufsetzen (falls angegeben, Flussrichtung der Vorsäulenkartusche beachten)

mit Stahlzwischenstück 6.2821.080 (Option):

- 5▶ -
- 6▶ -
- 7▶ Stahlzwischenstück 6.2821.080 auf Trennsäule aufsetzen
- 8▶ Vorsäulenkartusche auf das Stahlzwischenstück 6.2821.080 aufsetzen (falls angegeben, Flussrichtung der Vorsäulenkartusche beachten)

- 9▶ Manufit-Andruckschraube auf der Trennsäule festschrauben.
- 10▶ Stahlanschlussstück für Ringkeil auf der Vorsäulenkartusche aufsetzen.
- 11▶ Manufit-Gehäuse mit der Manufit-Andruckschraube fest verschrauben.

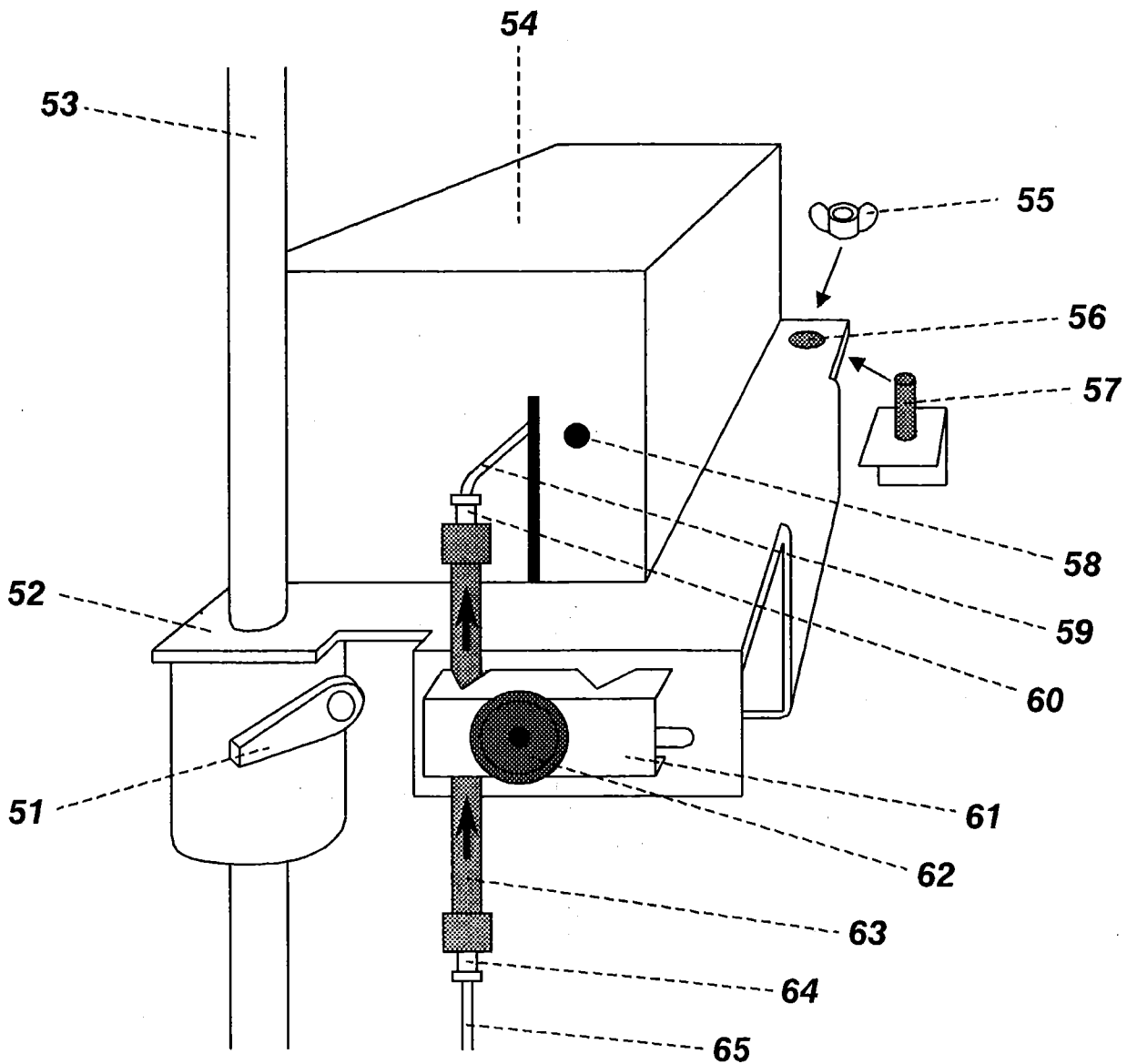


Abb. 13: Detektor und Säulenanschluss beim Ionenchromatograph 690.0010 und 690.0020.

- | | |
|---|---|
| 51 Fixierhebel zur Arretierung der Hebebühne | 60 oberer Säulenanschluss
(Druckschraube 6.2620.000 und Ringkeil 6.2620.010) |
| 52 Hebebühne | 61 Säulenhalter |
| 53 Stativstange | 62 Drehschraube zur Arretierung des Säulenhalters |
| 54 Detektorblock | 63 Trennsäule
(beim Einsetzen Flussrichtung beachten) |
| 55 Flügelmutter für Transportsicherungsschraube | 64 unterer Säulenanschluss
(Druckschraube 6.2620.000 und Ringkeil 6.2620.010) |
| 56 Loch für Transportsicherungsschraube | 65 Kapillarverbindung zum Injektor |
| 57 Transportsicherungsschraube
(ist an der Geräterückwand festmontiert) | |
| 58 Öffnung für externen Temperaturfühler | |
| 59 Kapillarverbindung zum Detektorblock | |

3.6.4. IC-Anionen-Vorsäule SUPER-SEP 6.1009.010

Diese Vorsäule hat zwei Anschlüsse für Stahlkapillaren und wird wie folgt montiert:

- 1▶ Verschlusskappen von der Vorsäule abnehmen.
- 2▶ Vorsäule am Anschluss (64) [bzw. (70) oder (75)] der Kapillarverbindung (65) [bzw. (71) oder (76)] (Zuführung vom Injektor) anschliessen (siehe Abb. 13 bzw. Abb. 14).
- 3▶ Von der Stahlkapillare 6.2620.020 (i.D. = 0.25 mm, ä.D. = 1/16", Länge L = 3 m) ein möglichst kurzes Stück abschneiden und mit Anschlussstücken versehen (vgl. Kap. 3.3.1)
- 4▶ Die vorbereitete Stahlkapillare gemäss Kap. 3.3.1 am andern Ende der Vorsäule befestigen.
- 5▶ Becherglas unter den Auslass der Vorsäule stellen.
- 6▶ IC-Pumpe einschalten und Vorsäule ca. 10 min mit Eluent spülen.
- 7▶ Pumpe wieder abstellen.

3.7. Montieren der Trennsäule

3.7.1. Allgemeines zu Trennsäulen

Neue IC-Trennsäulen sind üblicherweise mit Lösung gefüllt und beidseitig verschlossen. Vor dem Einsetzen in das System muss sichergestellt sein, dass diese Lösung mit dem verwendeten Eluenten frei mischbar ist (Angaben des Herstellers beachten).

Die zur Zeit von METROHM erhältlichen Trennsäulen und Vorsäulen sind in Kap. 8.4.7 aufgelistet. Zu jeder Säule wird ein Testchromatogramm und ein Merkblatt mitgeliefert. Zusätzliche Angaben zu den Säulen finden Sie in Kap. 1-02 des Applikationsordners 8.690.2011.

3.7.2. Lösen und Verschieben des Detektorblocks

Zur Sicherung beim Transport ist der auf der Hebebühne (52) festmontierte Detektorblock (54) an der Geräterückwand festgeschraubt (siehe Abb. 13). Der Detektorblock wird folgendermassen gelöst und verschoben:

- 1▶ Flügelmutter (55) abschrauben (aufbewahren für den Fall eines späteren Transportes).
- 2▶ Fixierhebel (51) durch Drehen im Gegenuhrzeigersinn lösen.
- 3▶ Hebebühne (52) samt festmontiertem Detektorblock (54) auf der Stativstange (53) in die gewünschte Höhe schieben und durch Zurückdrehen des Fixierhebels (51) wieder arretieren.

3.7.3. Einsetzen der Säule

- Ionenchromatograph 690.0010 und 690.0020:

Die Säule wird folgendermassen montiert (siehe Abb. 13):

- 1▶ Verschlusskappen von der Säule abnehmen.
- 2▶ Das Einlass-Ende der Trennsäule (63) an dem auf der Kapillare (65) festmontierten Säulenanschluss (64) bzw. auf der Auslasskapillare der dort angeschlossenen Vorsäule (siehe Kap. 3.6) anschrauben.

Darauf achten, dass die Säule gemäss der eingezeichneten Flussrichtung richtig eingesetzt wird (Pfeil muss nach oben zeigen).

Bei Säulen mit 1/4"-Gewinde muss das als Option erhältliche Zubehörteil 6.2620.040 (Verbindungsstück 1/16"-1/4") zwischen Säule und Anschluss (64) eingefügt werden.

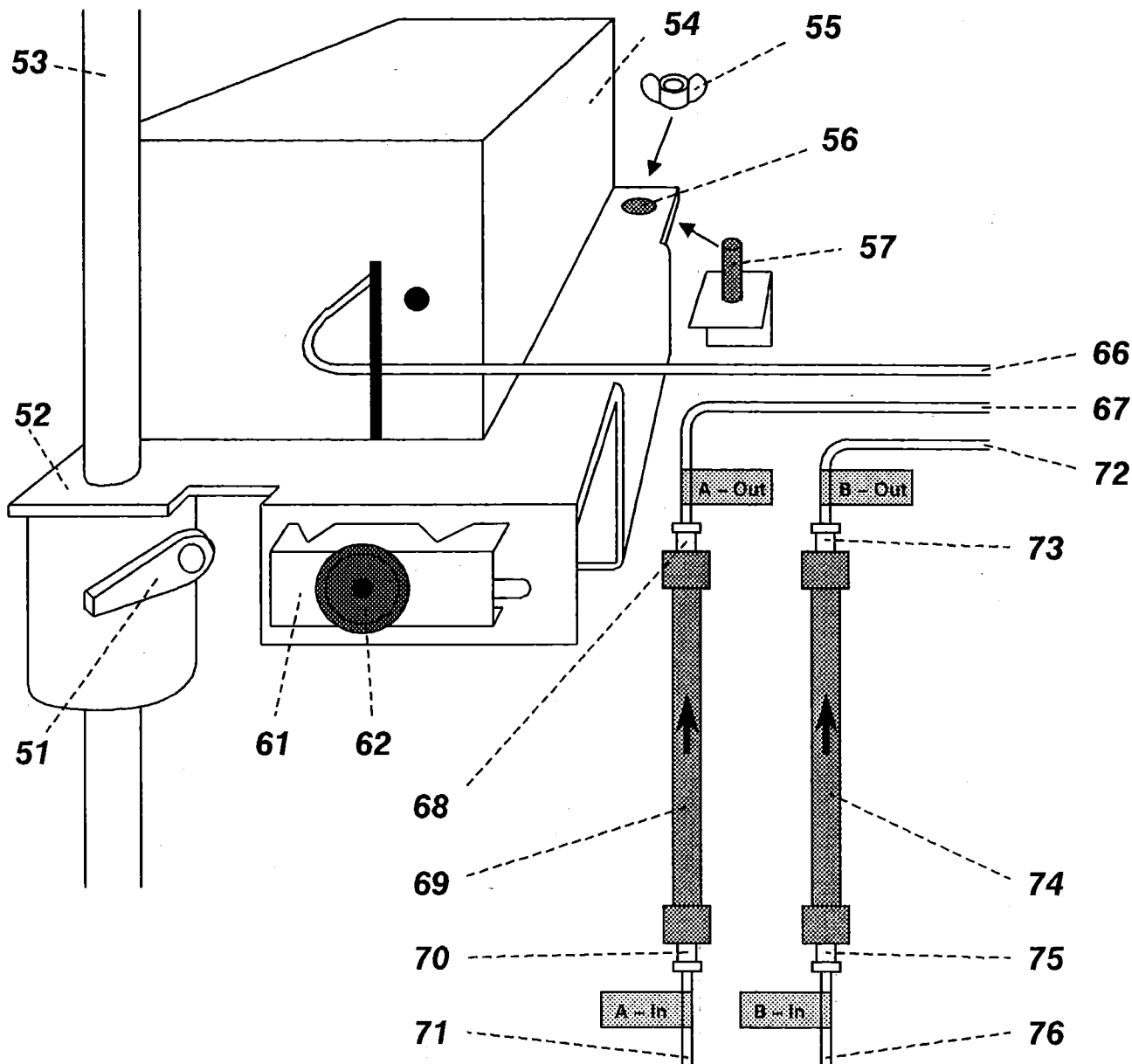


Abb. 14: Detektor und Säulenanschluss beim Ionenchromatograph 690.0030

- | | | | | | |
|----|--|----|--|----|--|
| 51 | Fixierhebel zur Arretierung der Hebebühne | 66 | Kapillarverbindung zum Detektorblock (Verbindung zum Säulenumschaltventil) | 71 | Kapillarverbindung zum Injektor A |
| 52 | Hebebühne | 67 | Kapillarverbindung zwischen Säule A und Säulenumschaltventil (Auslass von Säule A) | 72 | Kapillarverbindung zwischen Säule B und Säulenumschaltventil (Auslass von Säule B) |
| 53 | Stativstange | 68 | oberer Säulenanschluss für Säule A (Druckschraube 6.2620.000 und Ringkeil 6.2620.010) | 73 | oberer Säulenanschluss für Säule B (Druckschraube 6.2620.000 und Ringkeil 6.2620.010) |
| 54 | Detektorblock | 69 | Trennsäule A (beim Einsetzen Flussrichtung beachten) | 74 | Trennsäule B (beim Einsetzen Flussrichtung beachten) |
| 55 | Flügelmutter für Transportsicherungsschraube | 70 | unterer Säulenanschluss für Säule A (Druckschraube 6.2620.000 und Ringkeil 6.2620.010) | 75 | unterer Säulenanschluss für Säule B (Druckschraube 6.2620.000 und Ringkeil 6.2620.010) |
| 56 | Loch für Transportsicherungsschraube | 71 | Kapillarverbindung zum Injektor A | 76 | Kapillarverbindung zum Injektor B |
| 57 | Transportsicherungsschraube (ist an der Geräterückwand festmontiert) | | | | |
| 61 | Säulenhalter | | | | |
| 62 | Drehschraube zur Arretierung des Säulenhalters | | | | |

- 3▶ Becherglas unter den Säulenauslass stellen.
- 4▶ IC-Pumpe 697 einschalten und Säule ca. 10 min mit Eluent spülen.
- 5▶ Pumpe wieder abstellen.
- 6▶ Je nach Länge der eingesetzten Säule Position des Detektorblocks (54) einstellen:
Fixierhebel (51) durch Drehen im Gegenuhrzeigersinn lösen.
Hebebühne (52) samt dem darauf fest montierten Detektorblock auf der Stativstange (53) in die gewünschte Höhe schieben und durch Zurückdrehen des Fixierhebels (51) wieder arretieren.
- 7▶ Das obere Ende der Trennsäule (63) an dem auf der Kapillare (59) festmontierten Säulenanschluss (60) festschrauben. Bei Säulen mit 1/4"-Gewinde wird auch hier ein Zwischenstück 6.2620.040 (Verbindung 1/16"-1/4") eingesetzt.
- 8▶ Die angeschlossene Säule (63) kann mit dem Säulenhalter (61) zusätzlich befestigt werden:
Drehschraube (62) lösen, Säulenhalter (61) über die Trennsäule (63) schieben und durch Zudrehen der Drehschraube (62) wieder arretieren.

● *Ionenchromatograph 690.0030:*

Die Säule **A** [Säule **B**] wird folgendermassen montiert (siehe *Abb. 14*):

- 1▶ Verschlusskappen von der Säule **A** [Säule **B**] abnehmen.
- 2▶ Das Einlass-Ende der Trennsäule **A** (69) [Trennsäule **B** (74)] an dem auf der Kapillare (71) [(76)] festmontierten Säulenanschluss (70) [(75)] bzw. auf der Auslasskapillare der dort angeschlossenen Vorsäule (siehe *Kap. 3.6*) anschrauben.
Darauf achten, dass die Säule gemäss der eingezeichneten Flussrichtung richtig eingesetzt wird (Pfeil muss nach oben zeigen).
Bei Säulen mit 1/4"-Gewinde muss das als Option erhältliche Zubehörteil 6.2620.040 (Verbindungsstück 1/16"-1/4") zwischen Säule und Anschluss (70) [(75)] eingefügt werden.
- 3▶ Becherglas unter den Säulenauslass stellen.
- 4▶ IC-Pumpe 697 einschalten und Säule ca. 10 min mit Eluent spülen.
- 5▶ Pumpe wieder abstellen.
- 6▶ Das Auslass-Ende der Trennsäule **A** (69) [Trennsäule **B** (74)] an dem auf der Kapillare (67) [(72)] festmontierten Säulenanschluss (68) [(73)] festschrauben. Bei Säulen mit 1/4"-Gewinde wird auch hier ein Zwischenstück 6.2620.040 (Verbindung 1/16"-1/4") eingesetzt.
- 7▶ Die angeschlossenen Säulen können mit dem Säulenhalter (61) zusätzlich befestigt werden:
Falls nötig, zuerst Position des Detektorblocks (54) einstellen (siehe *Kap. 3.7.2*).
Dann Drehschraube (62) lösen, Säulenhalter (61) über die Trennsäulen (69) und (74) schieben und durch Zudrehen der Drehschraube (62) wieder arretieren.

3.7.4. Dichtigkeitsprüfung

Das ganze IC-System muss vor dem Betrieb auf die Dichtigkeit geprüft werden:

- 1▶ An der IC-Pumpe 697 Fluss (normalerweise 1...3 mL/min) und maximalen oberen Druck (20...30 bar über dem mit der eingesetzten Säule beobachteten Druck) einstellen (siehe Gebrauchsanweisung 8.697.1001).
- 2▶ IC-Pumpe 697 einschalten und alle Anschlüsse auf austretende Flüssigkeit kontrollieren. Tritt irgendwo Eluent aus, so muss die entsprechende Druckschraube fester angezogen werden.
- 3▶ Wenn das ganze System dicht ist, lässt man die Pumpe zur Konditionierung eingeschaltet (siehe Kap. 3.13).

3.8. Anschluss von Spritze und Ansaugschlauch

Zum manuellen Füllen der Injektor-Schleifenventile benötigt man die Spritze 6.2816.020 und den PTFE-Ansaugschlauch 6.1822.000 (i.D. = 0.9 mm, ä.D. = 1.5 mm, Länge $L = 40$ cm):

- 1▶ Spritze 6.2816.020 (ohne Nadel) in die Anschlussbuchse (16) auf der Vorderseite des Gerätes einschieben.
- 2▶ PTFE-Ansaugschlauch 6.1822.000 am Anschluss (15) einschrauben.

3.9. Anschluss eines Schreibers

Der Schreiber wird an den Anschlussbuchsen (18) auf der Rückseite des Gerätes angeschlossen, wahlweise am Ausgang $0...10\text{ mV}$ oder $0...1\text{ V}$. Die Polarität des Ausgangssignals an den Anschlussbuchsen (18) kann jederzeit mit dem Polaritätsumschalter (20) gewechselt werden.

Verwendet man als Schreiber den Labographen 586 von METROHM (siehe Kap. 8.4.4) so wird die Verbindung über das Kabel 6.2115.010 gemäss Abb. 15 hergestellt.

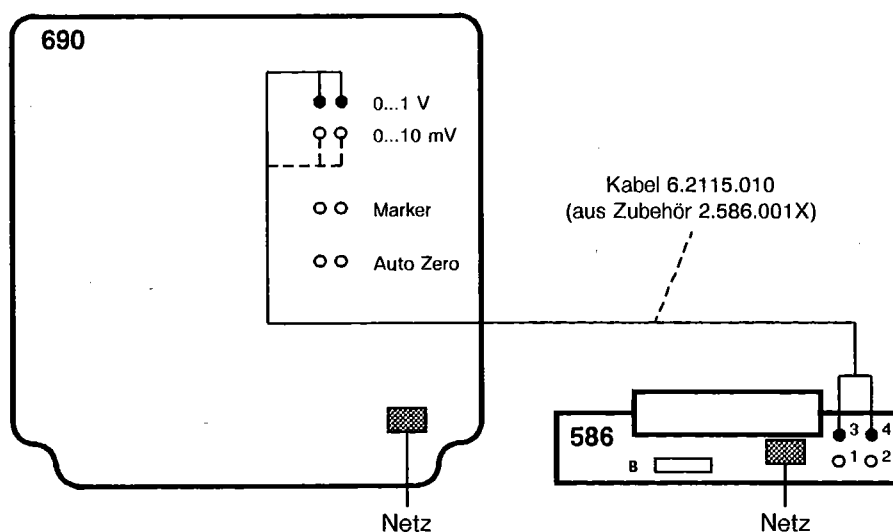


Abb.15: Anschluss des Schreibers 586 am Ionenchromatograph 690

3.10. Anschluss von Integrator oder PC

3.10.1. Messignal

Ein Integrator oder PC mit Integrationssoftware wird an den Anschlussbuchsen (18) auf der Rückseite des Gerätes angeschlossen, wahlweise am Ausgang 0...10 mV oder 0...1 V. Dazu dient das normalerweise zum Integrator gehörende spezielle Integratorkabel (siehe Abb. 16). Bei Bedarf kann auch das als Option erhältliche Kabel 6.2115.030 verwendet werden (siehe Kap. 8.2).

Die Polarität des Ausgangssignals an den Anschlussbuchsen (18) kann jederzeit mit dem Polaritätsumschalter (20) gewechselt werden.

3.10.2. Automatischer Integratorstart

Bei den Geräteversionen 690.0020 und 690.0030 kann der Integrator beim Umschalten des elektrischen Injektionsventils in die Stellung "Inject" automatisch gestartet werden. Dazu muss der Integrator über das Kabel 6.2115.030 an den Anschlussbuchsen (35) "Integrator Start" angeschlossen werden (siehe Abb. 16, technische Daten siehe Kap. 7.2).

Beim Ionenchromatograph 690.0030 mit zwei Injektoren bestehen drei verschiedene Anschlussmöglichkeiten (siehe Abb. 7):

- Anschlussbuchsen (35) auf Anschlussleiste A (49) für Injektor A (fix)
- Anschlussbuchsen (35) auf Anschlussleiste B (48) für Injektor B (fix)
- Anschlussbuchsen (35) auf Anschlussleiste A/B (50) für Injektor A oder B (Umschaltung A ↔ B mit Schalter (43))

3.10.3. Externe Steuerung der Injektoren

Bei den Geräteversionen 690.0020 und 690.0030 können die elektrischen Injektoren durch externe Geräte (z.B. Autosampler, PC) ausgelöst werden. Der Anschluss erfolgt via Anschlussbuchsen Ground (36), Fill (37) und Inject (38) (siehe Abb. 5 bzw. Abb. 7, technische Daten siehe Kap. 7.2).

Beim Ionenchromatograph 690.0030 mit zwei Injektoren bestehen drei verschiedene Anschlussmöglichkeiten (siehe Abb. 7):

- Anschlussbuchsen (35) auf Anschlussleiste A (49) für Injektor A (fix)
- Anschlussbuchsen (35) auf Anschlussleiste B (48) für Injektor B (fix)
- Anschlussbuchsen (35) auf Anschlussleiste A/B (50) für Injektor A oder B (Umschaltung A ↔ B mit Schalter (43))

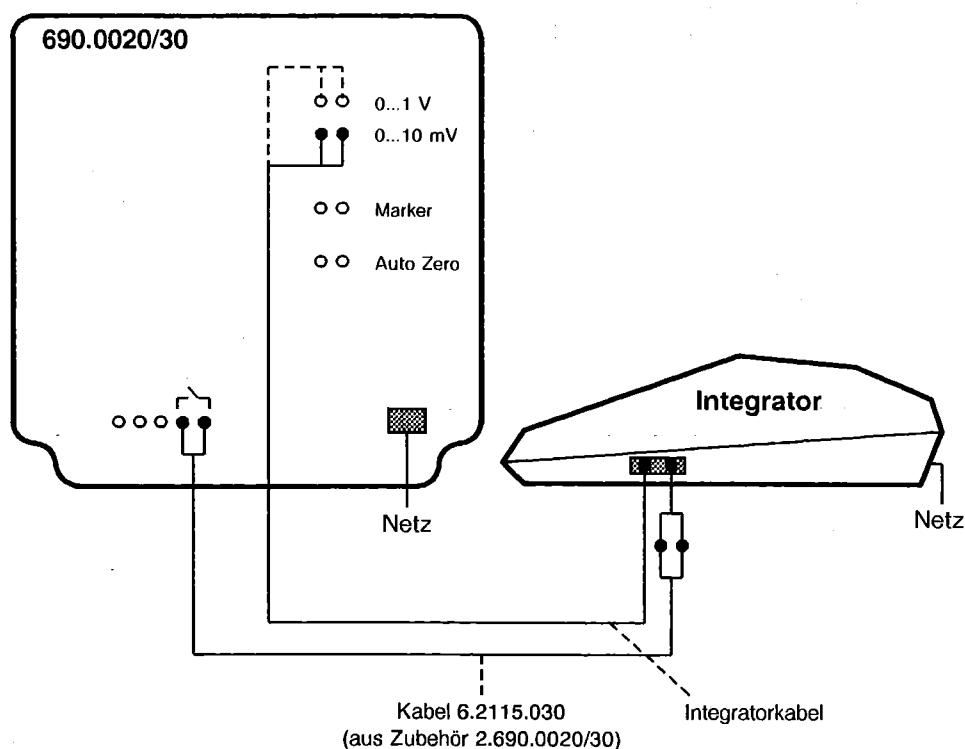


Abb.16: Anschluss eines Integrators am Ionenchromatograph 690

3.11. Anschluss des Autosamplers 698

Die Ionenchromatographen 690.0020 und 690.0030 mit elektrisch betätigten Injektoren sind bereits für den Anschluss des als Option erhältlichen Autosamplers 698 vorbereitet (der Ionenchromatograph 690.0010 mit manuell betätigtem Injektor muss dafür zuerst mit dem Umbausatz 6.5848.000 zur Variante 690.0020 umgebaut werden).

Anschluss und Inbetriebnahme des Autosamplers 698 sind in der Gebrauchsanweisung 8.698.1011 beschrieben.

3.12. Anschluss von zusätzlichen Detektoren

Will man nach dem Leitfähigkeitsdetektor des Ionenchromatographen 690 einen weiteren Detektor (z.B. Elektrochemischer Detektor 656) anschliessen, so muss beachtet werden, dass die Kupplung am Ausgang (30) "Waste" nicht totvolumenarm ist. Der am Leitfähigkeitsdetektor angebrachte PTFE-Mikro-Kapillarschlauch muss deshalb von dieser Kupplung im Innenraum abgeschraubt, eventuell gekürzt und direkt mit dem Einlass des zusätzlichen Detektors verbunden werden. Falls der zusätzliche Detektor im Innenraum plaziert wird, können die entsprechenden elektrischen Verbindungskabel durch die Öffnungen (17) oder (29) nach aussen geführt werden.

3.13. Konditionierung des Systems

Bevor Injektionen von Probelösungen vorgenommen werden können, muss das ganze System mit Trennsäule und Detektor bis zur Erreichung einer stabilen Basislinie konditioniert werden. Dazu werden bei eingeschalteter Pumpe zuerst die folgenden Einstellungen vorgenommen:

- 1▶ **Range:** Messbereich (0...10 bis 0...1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$) am Drehknopf (3) so einstellen, dass der angezeigte Leitfähigkeitswert des Eluenten "Eluent Conduct." (1) innerhalb des gewählten Bereiches liegt.

Liegt die Leitfähigkeit des Eluenten deutlich über dem oberen Bereichswert, so erscheint in der Anzeige (1) "1" (Ziffer 1 ohne nachfolgende Ziffern). Es muss der nächsthöhere Bereich eingestellt werden.
- 2▶ **Sensitivity:** Empfindlichkeit (1...2000) am Drehknopf (4) so wählen, dass der angezeigte Full-Scale-Bereich (2) ($\mu\text{S}/\text{cm}$) dem gewünschten Arbeitsbereich entspricht. Zu Beginn empfiehlt es sich, den Full-Scale-Bereich nicht zu klein zu wählen, da sich die Leitfähigkeit des Eluenten in der Konditionierphase bis zur Erreichung einer stabilen Temperatur noch stark verändern kann.
- 3▶ **Thermostat:** Heizung des Detektorblocks mit dem Wippschalter (10) einschalten (die grüne Lampe (9) leuchtet auf).
- 4▶ **Damping:** Dämpfung am Drehknopf (5) auf die gewünschte Stufe einstellen. Normalerweise kann in der Stellung 0 gearbeitet werden. Bei zu grossen Pumpenpulsationen kann das Signal stärker gedämpft werden.

- 5► Auto Zero:**
- Wipptaste (7) kurz nach unten drücken: das aktuelle Messsignal am Analogausgang (18) wird automatisch auf 0 V gesetzt (elektronische Untergrundkompensation). Bei eingeschalteter Untergrundkompensation brennt die grüne Lampe (6).
 - Am Schreiber und/oder Integrator Nullpunkt auf die gewünschte Position einstellen (Offset).
 - Zum Ausschalten der Auto-Zero-Funktion Wippschalter (7) kurz nach oben drücken, worauf die grüne Lampe (6) erlischt.

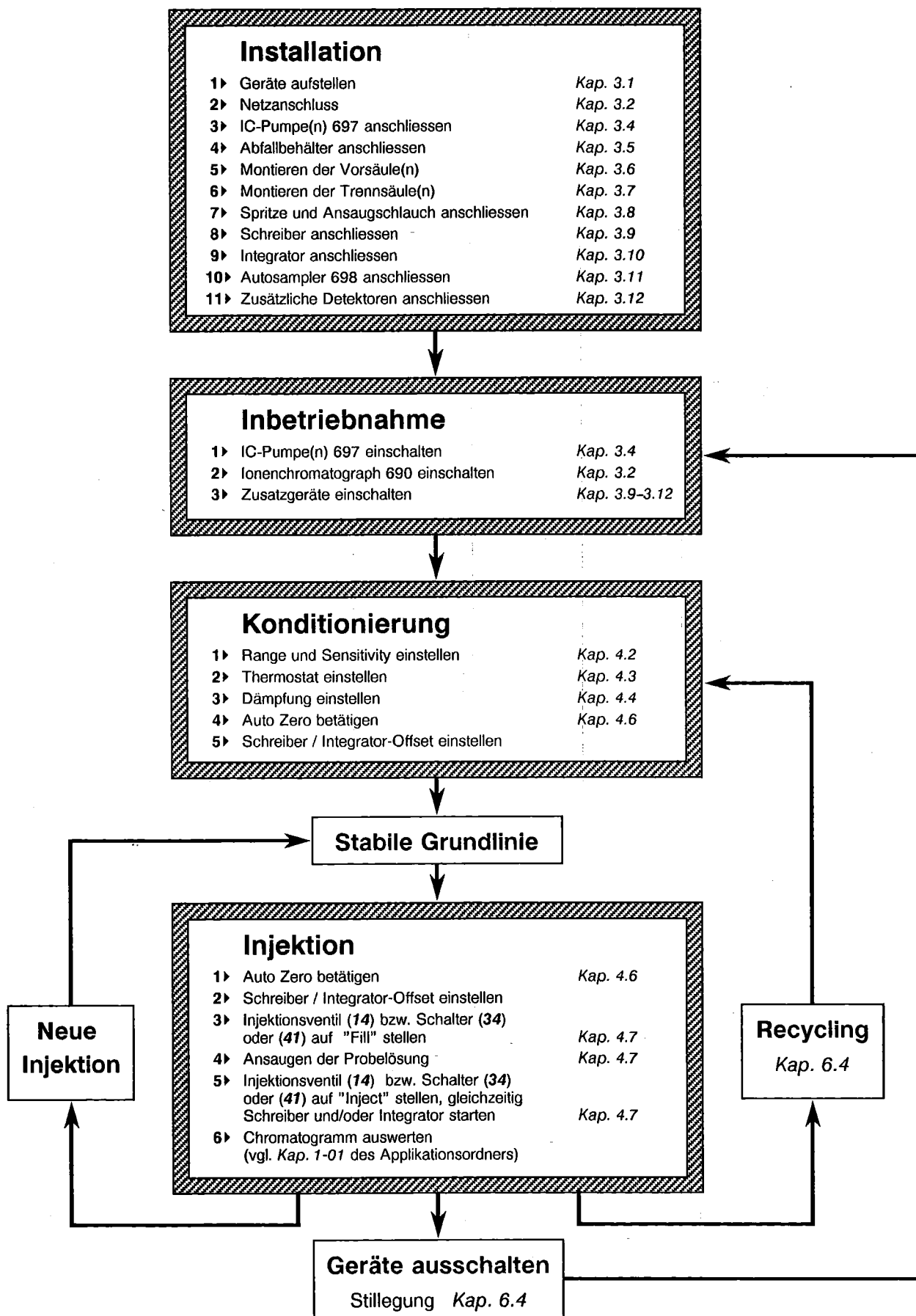
Leuchtet die rote Lampe (8) (Overload-Anzeige) auf, so liegt das Messsignal ausserhalb $\pm 150\%$ des gewählten Full-Scale-Bereiches. Es muss dann entweder erneut die Auto-Zero-Taste (7) nach unten gedrückt oder die Empfindlichkeit am Drehknopf (4) reduziert werden.

Beachte: Die Auto-Zero-Funktion funktioniert nur dann ordnungsgemäss, wenn während der Nullung der Messwert relativ stabil bleibt (z.B. nicht während dem Injektionspeak!

Je nach gewählter Empfindlichkeit dauert es nun 30...60 min, bis die gewünschte Stabilität erreicht wird und das IC-System für Analysen bereit ist. (Im Falle eines Eluentenwechsels kann die Einstellung des Ionenaustauschergleichgewichtes auf der Trennsäule auch länger dauern).

4. Bedienung

4.1. Bedienungsschema



4.2. Einstellen von Messbereich und Empfindlichkeit

4.2.1. Range (Messbereich)

Der Messbereich wird am Drehknopf (3) (**Range**) eingestellt. Zur Verfügung stehen 7 Stufen von 0...10 $\mu\text{S/cm}$ bis 0...1000 $\mu\text{S/cm}$. Wählen Sie den Messbereich so aus, dass der Leitfähigkeitswert des eingesetzten Eluenten innerhalb des gewählten Bereiches liegt. Der Messwert der Eluenten-Leitfähigkeit (**Eluent Conduct.**) erscheint dann in der Anzeige (1).

Übersteigt der gemessene Leitfähigkeitswert den oberen Bereichswert deutlich, so erscheint in der Anzeige (1) "1" (Ziffer 1 am linken Rand ohne nachfolgende Ziffern). Stellen Sie dann den nächsthöheren Bereich ein.

4.2.2. Sensitivity (Empfindlichkeit)

Die Empfindlichkeit wird am Drehknopf (4) (**Sensitivity**) in 11 Stufen von 1...2000 eingestellt. Wählen Sie die Empfindlichkeit so, dass der in der Anzeige (2) erscheinende Full-Scale-Bereich ($\mu\text{S/cm}$) dem gewünschten Arbeitsbereich entspricht.

4.2.3. Full Scale

Der Full-Scale-Bereich (Skala-Vollausschlag- oder Arbeitsbereich), der in Anzeige (2) digital angezeigt wird, ist durch die Einstellungen von **Range** und **Sensitivity** definiert:

$$\text{Full Scale} = \frac{\text{Range}}{\text{Sensitivity}}$$

In Abb. 17 sind diese Größen bildlich dargestellt. Beim eingezeichneten Beispiel mit einem Messbereich von 500 $\mu\text{S/cm}$ und der Empfindlichkeit 2000 beträgt der Full-Scale-Bereich $500/2000 = 0.25 \mu\text{S/cm}$.

Der maximal mögliche Full-Scale-Bereich ist auf 1000 $\mu\text{S/cm}$, der minimale auf 0.1 $\mu\text{S/cm}$ begrenzt. Wird dieser Bereich unterschritten (was durch entsprechende Wahl von **Range** und **Sensitivity** theoretisch möglich wäre), so erscheint in der Anzeige (2) "1" (Ziffer 1 am linken Rand ohne nachfolgende Ziffern). **Range** und/oder **Sensitivity** müssen dann neu eingestellt werden.

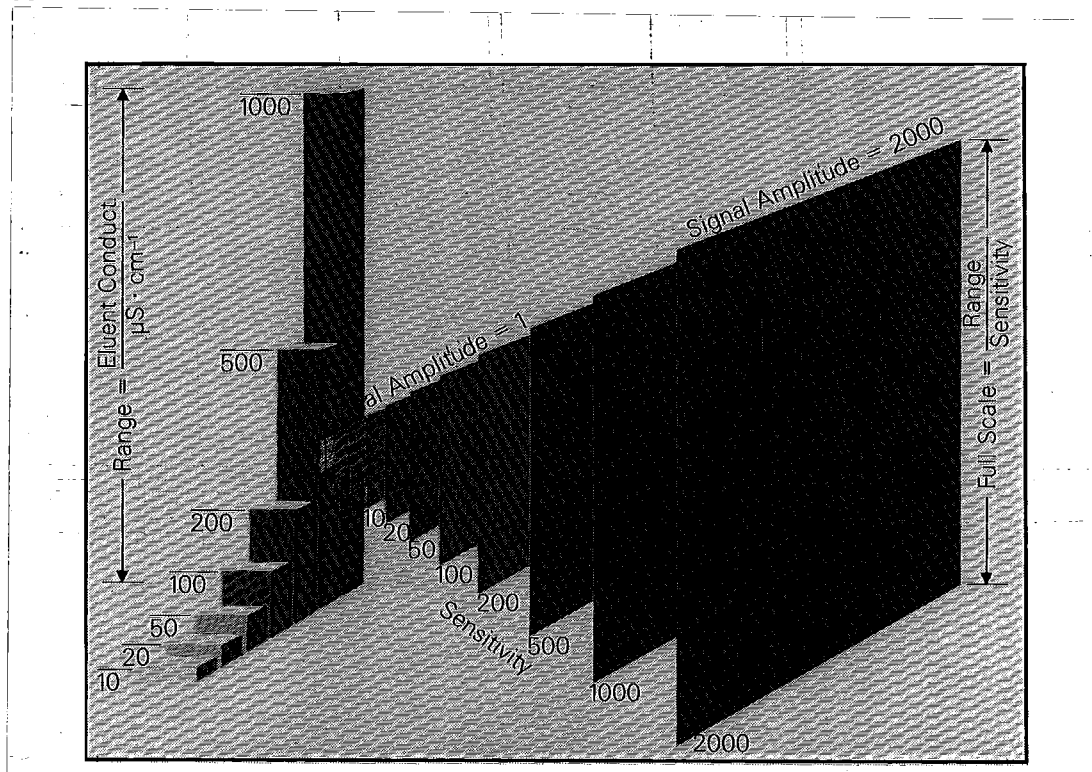


Abb. 17: Messbereich und Empfindlichkeit

4.3. Thermostatierung

4.3.1. Einschalten

Die Thermostatierung der Leitfähigkeits-Messzelle wird eingeschaltet, indem Sie die Taste (10) nach unten drücken. Bei eingeschalteter Thermostatierung brennt die grüne Anzeigelampe (9).

4.3.2. Arbeitstemperatur

Die **Arbeitstemperatur** ist ab Werk auf 35 ± 1 °C eingestellt und sollte ohne triftigen Grund nicht verändert werden. Bei konstanter Umgebungstemperatur regelt die im Ionenchromatographen 690 eingebaute Heizung die Messzellentemperatur auf ± 0.01 °C genau und schafft damit die Voraussetzung für hochempfindliche Bestimmungen. Bis diese Temperaturstabilität nach dem Einschalten erreicht ist, dauert es üblicherweise 30...60 min.

Um die **Arbeitstemperatur** des Ionenchromatographen zu **verändern**, müssen Sie die Einstellschraube (19) auf der Geräterückseite mit einem Schraubenzieher im Uhrzeiger- (Temperaturerhöhung) oder Gegenuhrzeigersinn (Temperaturerniedrigung) drehen. Der Bereich, in dem die Temperatur variiert werden kann, beträgt 25...45 °C. Wollen Sie die eingestellte Temperatur kontrollieren, so muss dies mit einem geeigneten Temperaturfühler erfolgen, der sich in die Öffnung (58) des Detektorblocks (54) einführen lässt (siehe Abb. 13).

Der gemessene Leitfähigkeitswert wird unabhängig von der eingestellten Arbeitstemperatur immer mit einem fixen **Korrektorfaktor** von 2.3 %/°C auf 20 °C korrigiert. Bei konstanter Umgebungstemperatur ist es damit auch möglich, ohne Thermostatierung zu arbeiten.

4.3.3. Ausschalten

Die Thermostatierung der Leitfähigkeits-Messzelle wird ausgeschaltet, indem Sie die Taste (10) nach oben drücken, wobei die grüne Anzeigelampe (9) erlischt. Bis die Messzelle wieder die Raumtemperatur erreicht hat, dauert es längere Zeit.

4.4. Dämpfung

Zur elektronischen Dämpfung des Messsignals ist im Ionenchromatograph 690 ein Butterworth-Filter (4. Ordnung) eingebaut. Die Dämpfung lässt sich in 4 Stufen mit dem Drehschalter (5) einstellen (τ = Zeitkonstante):

Stufe 0:	$\tau = 0.125$ s
Stufe 1:	$\tau = 0.5$ s
Stufe 2:	$\tau = 1$ s
Stufe 3:	$\tau = 2$ s

Mit pulsationsfreien und flusskonstanten Pumpen arbeitet man normalerweise auf **Stufe 0**. Treten bei empfindlichen Messungen störende Pulsationen oder grosses Rauschen auf, so kann durch stufenweises Erhöhen der Dämpfung versucht werden, diese Störungen zu verringern. Standardlösungen und Proben müssen dabei immer mit derselben Dämpfungsstufe aufgenommen werden, da die Dämpfung die Peakhöhen beeinflussen kann.

4.5. Marker

Die Marker-Funktion dient zur Markierung innerhalb eines Chromatogramms. Durch kurzes nach unten Drücken der Wipptaste (11) wird ein Markierungssignal von ca. 10% des Full-Scale-Bereiches gesetzt. Die Marker-Funktion kann über die Anschlussbuchsen (21) auch extern ausgelöst werden (siehe Kap. 7.2).

4.6. Auto Zero

4.6.1. Funktion

Als "Auto Zero" bezeichnet man die **automatische elektronische Untergrundkompensation des Messsignals**, d.h. der aktuelle Leitfähigkeits-Messwert wird zum neuen Nullpunkt des gewählten Full-Scale-Bereiches. In *Abb. 18* ist die Funktionsweise der Auto-Zero-Funktion bildlich dargestellt. Vor dem erstmaligen Betätigen oder nach dem Ausschalten der Auto-Zero-Funktion ist der Nullpunkt des Full-Scale-Bereiches (FS) auf $0 \mu\text{S/cm}$ gesetzt, durch Betätigen der Auto-Zero-Taste (7) wird er automatisch auf den aktuellen Messwert gesetzt. Die Auto-Zero-Funktion kann über die Anschlussbuchsen (22) auch extern ausgelöst werden (siehe *Kap. 7.2*).

4.6.2. Auslösen

Drücken Sie die Auto-Zero-Taste (7) kurz nach unten. Die grüne Lampe (6) zeigt darauf an, dass die elektronische Untergrundkompensation wirksam ist. (Während der Nullung kann die rote Overload-Lampe (8) kurzfristig aufleuchten).

Beachte: Die Auto-Zero-Funktion funktioniert nur dann ordnungsgemäss, wenn während der Nullung der Messwert relativ stabil bleibt (z.B. nicht während dem Injektionspeak).

4.6.3. Ausschalten

Drücken Sie die Auto-Zero-Taste (7) kurz nach oben. Die grüne Lampe (6) erlischt. Der Nullpunkt des Full-Scale-Bereiches wird wieder auf $0 \mu\text{S/cm}$ gesetzt.

4.6.4. Overload

Das Aufleuchten der roten Overload-Lampe (8) zeigt an, dass der Messwert ausserhalb $\pm 150\%$ des gewählten Full-Scale-Bereiches liegt (siehe *Abb. 18*).

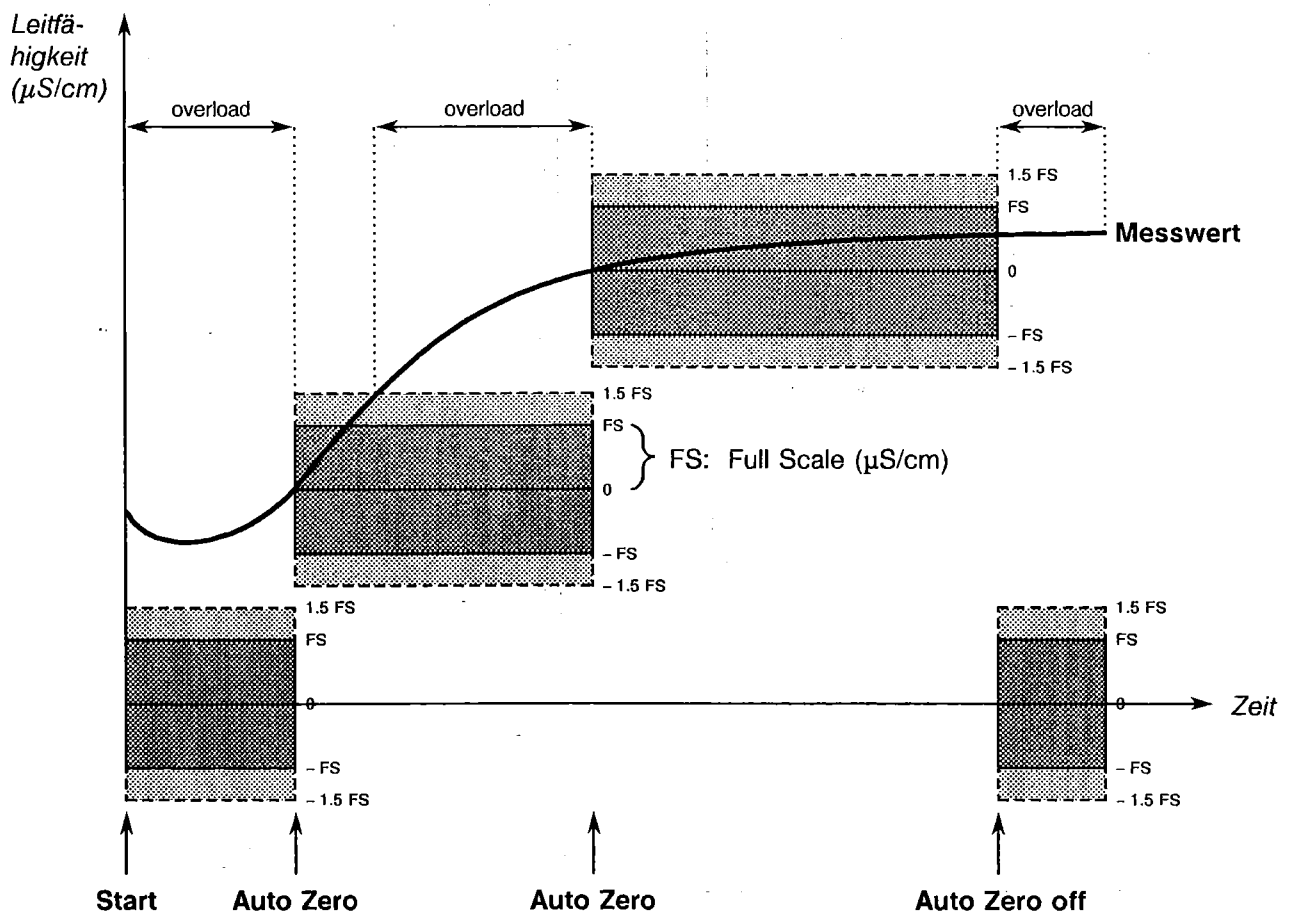


Abb. 18: Auto Zero

4.7. Injektion von Proben

4.7.1. Funktionsweise des Injektors

- Ionenchromatograph 690.0010:

Zur Injektion von Proben ist im Ionenchromatograph 690.0010 ein VALCO-Schleifeninjektionsventil mit einer **100 µL-Schleife** (Loop) eingebaut, das **manuell** durch Drehen betätigt werden muss. Will man ein anderes Probenvolumen injizieren, so muss die 100 µL-Schleife gegen eine Schleife mit dem gewünschten Volumen ausgetauscht werden (z.B. 10 µL-Probenschleife 6.2620.080). *Abb. 19* zeigt schematisch die Funktionsweise des Injektors in den Stellungen "Fill" und "Inject".

- Ionenchromatograph 690.0020:

Zur Injektion von Proben ist im Ionenchromatograph 690.0020 ein VALCO-Schleifeninjektionsventil mit einer **100 µL-Schleife** (Loop) eingebaut, das durch externe Ansteuerung oder via Wipptaste (34) **elektrisch** betätigt wird. Will man ein anderes Probenvolumen injizieren, so muss die 100 µL-Schleife gegen eine Schleife mit dem gewünschten Volumen ausgetauscht werden (z.B. 10 µL-Probenschleife 6.2620.080). *Abb. 19* zeigt schematisch die Funktionsweise des Injektors in den Stellungen "Fill" und "Inject".

- Ionenchromatograph 690.0030:

Zur Injektion von Proben sind im Ionenchromatograph 690.0030 zwei VALCO-Schleifeninjektionsventile **A** und **B** eingebaut, die durch externe Ansteuerung oder via Wipptaste (34) bzw. (41) **elektrisch** betätigt werden. Injektor **A** besitzt eine **100 µL-Schleife** (Loop), Injektor **B** eine **10 µL-Schleife**. Will man andere Probenvolumina injizieren, so müssen diese gegen Schleifen mit dem gewünschten Volumen ausgetauscht werden (z.B. 10 µL-Schleife 6.2620.080 oder 100 µL-Schleife 6.2620.090). *Abb. 20* zeigt schematisch die Funktionsweise des Injektors in den Stellungen "Fill" und "Inject".

4.7.2. Bedienung des Injektors

- Ionenchromatograph 690.0010:

- 1▶ Drehknopf (14) auf der Vorderseite des Ionenchromatographen 690.0010 in die Stellung "Fill" drehen.
Genügend schnell drehen, da sonst durch den kurzfristig stark ansteigenden Druck im System die Pumpe bei entsprechend eingeschaltetem oberem Drucklimit automatisch abstellt.
- 2▶ Den am Anschluss (15) angebrachten Ansaugschlauch in die Probenlösung tauchen.

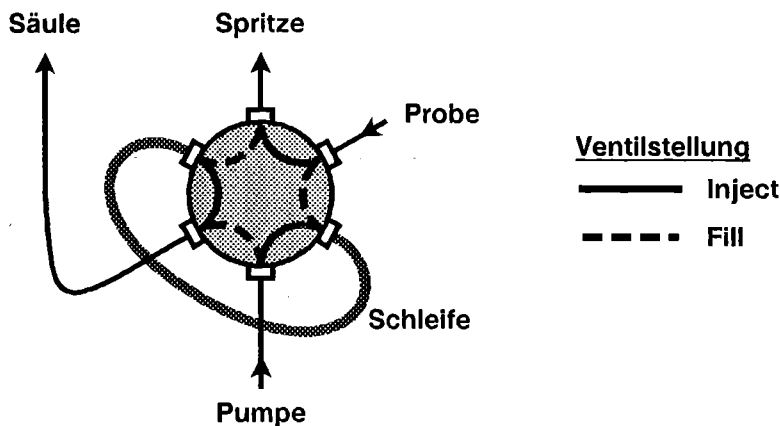


Abb. 19: Funktionsweise des Injektors bei den Ionenchromatographen 690.0010/690.0020

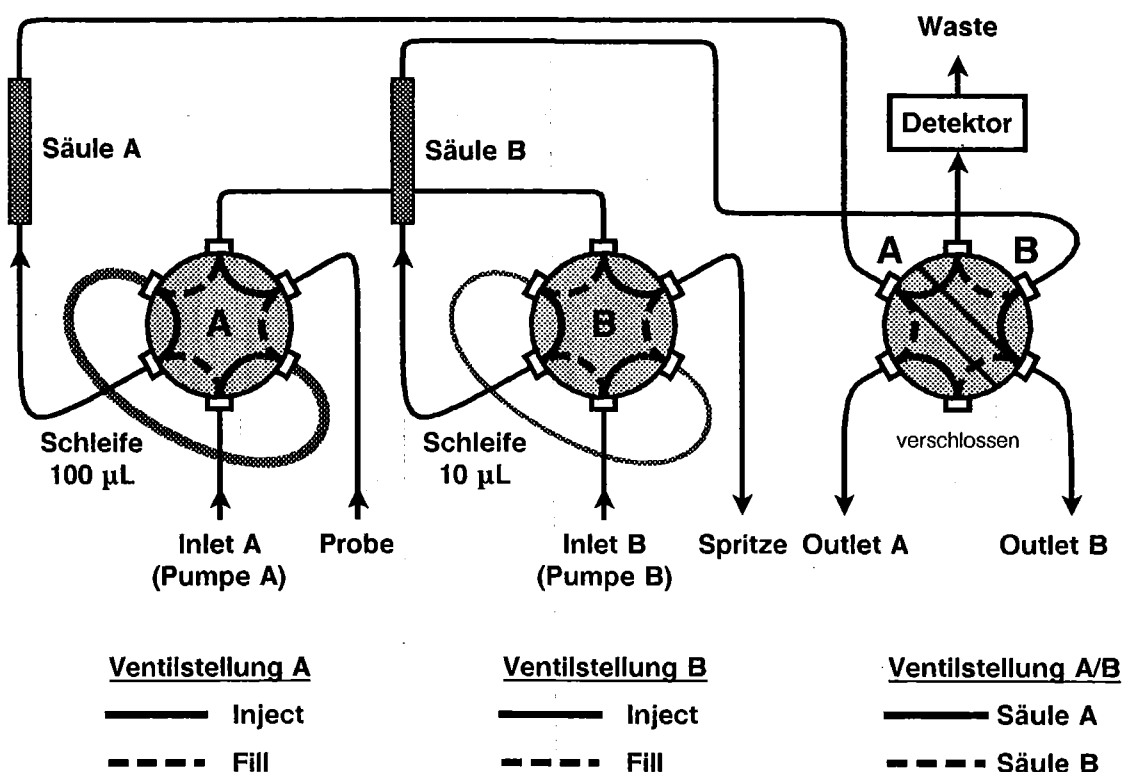


Abb. 20: Funktionsweise der Injektoren beim Ionenchromatograph 690.0030
(Blickrichtung von der Gerätevorderseite)

- 3▶ Probe mit der an Anschluss (16) befestigten Spritze ansaugen.
Um Verschleppungen von vorhergehenden Proben zu vermeiden, empfiehlt es sich, eine genügend grosse Menge an Probelösung anzusaugen. Bei grossen Konzentrationsunterschieden von Probe zu Probe wird der Ansaugschlauch zwischen den Injektionen am besten mit dest. Wasser gespült.
- 4▶ Drehknopf (14) in die Stellung "Inject" drehen (genügend schnell, siehe oben).
- 5▶ Schreiber und/oder Integrator manuell starten.

• *Ionenchromatograph 690.0020:*

- 1▶ Taste (34) auf der Vorderseite des Ionenchromatographen 690.0020 kurz nach oben drücken.
Die rote LED-Lampe (32) zeigt an, dass sich das Injektionsventil im Zustand "Fill" befindet.
Das Injektionsventil lässt sich auch extern via Autosampler 698 betätigen (siehe Kap. 3.10.3 und Gebrauchsanweisung 8.698.1011).
- 2▶ Den am Anschluss (15) angebrachten Ansaugschlauch in die Probenlösung tauchen.
- 3▶ Probe mit der an Anschluss (16) befestigten Spritze ansaugen.
Um Verschleppungen von vorhergehenden Proben zu vermeiden, empfiehlt es sich, eine genügend grosse Menge an Probelösung anzusaugen. Bei grossen Konzentrationsunterschieden von Probe zu Probe wird der Ansaugschlauch zwischen den Injektionen am besten mit dest. Wasser gespült.

- 4▶ Taste (34) auf der Vorderseite des Ionenchromatographen 690.0020 kurz nach unten drücken.
Die rote LED-Lampe (33) zeigt an, dass sich das Injektionsventil im Zustand "Inject" befindet.
Das Injektionsventil lässt sich auch extern via Autosampler 698 betätigen (siehe Kap. 3.10.3 und Gebrauchsanweisung 8.698.1011).
- 5▶ Schreiber und/oder Integrator manuell starten.
Ein über die Buchsen (35) angeschlossener Integrator wird beim Betätigen des Injektionsventils automatisch gestartet (siehe Kap. 3.10.2).

• Ionenchromatograph 690.0030 (Injektor/Säule A oder [B])

- 1▶ Ventil-Schalter (43) zur Wahl der Säule auf A [B] stellen.
- 2▶ Falls externe Geräte an der Anschlussleiste A/B (50) angeschlossen sind, Schalter (42) zur Wahl des Injektors auf A [B] stellen.
- 3▶ Taste (34) [(41)] auf der Vorderseite des Ionenchromatographen kurz nach oben drücken.
Die rote LED-Lampe (32) [(39)] zeigt an, dass sich das Injektionsventil A [B] im Zustand "Fill" befindet.
Das Injektionsventil lässt sich auch extern via Autosampler 698 betätigen (siehe Kap. 3.10.3 und Gebrauchsanweisung 8.698.1011).
- 4▶ Den am Anschluss (15) angebrachten Ansaugschlauch in die Probenlösung tauchen.
- 5▶ Probe mit der an Anschluss (16) befestigten Spritze ansaugen. Falls sich beide Injektoren in der Stellung "Fill" befinden, werden gleichzeitig beide Probenschleifen gefüllt.
Um Verschleppungen von vorhergehenden Proben zu vermeiden, empfiehlt es sich, eine genügend grosse Menge an Probenlösung anzusaugen. Bei grossen Konzentrationsunterschieden von Probe zu Probe wird der Ansaugschlauch zwischen den Injektionen am besten mit dest. Wasser gespült.
- 6▶ Taste (34) [(41)] auf der Vorderseite des Ionenchromatographen 690.0020 kurz nach unten drücken.
Die rote LED-Lampe (33) [(40)] zeigt an, dass sich das Injektionsventil A [B] im Zustand "Inject" befindet.
Das Injektionsventil lässt sich auch extern via Autosampler 698 betätigen (siehe Kap. 3.10.3 und Gebrauchsanweisung 8.698.1011).
- 7▶ Schreiber und/oder Integrator manuell oder automatisch starten.
Ein über die Buchsen (35) angeschlossener Integrator wird beim Betätigen des Injektionsventils automatisch gestartet (siehe Kap. 3.10.2).

5. Beispiel: Bestimmung von Chlorid, Nitrat und Sulfat in Trinkwasser

Als Beispiel für die Aufnahme und Auswertung eines Ionenchromatogramms wird die Analyse einer Trinkwasserprobe mit der IC-Anionensäule 6.1005.000 (PRP-X100) ausführlich beschrieben, wie sie auch im *Application Bulletin Nr. 150 (IC 3-01 im Applikationsordner 8.690.2011)* enthalten ist.

5.1. Vorbereitungen

Nehmen Sie das Ionenchromatographie-System gemäss *Kap. 3* in Betrieb, wobei neben dem Ionenchromatograph 690 noch die folgenden Geräte eingesetzt werden:

- Säule: 6.1005.000 IC-Anionensäule PRP-X100 (siehe *Kap. 8.4.7*)
- Pumpe: 2.697.0010 IC-Pumpe 697 (siehe *Kap. 8.4.1*)
- Schreiber: 2.586.001X Labograph 586 (siehe *Kap. 8.4.4*)
- Integrator

Im folgenden sind nochmals kurz die wichtigsten Punkte der Installation des Ionenchromatographie-Systems beschrieben (für Details siehe die angegebenen Kapitel).

5.1.1. Installation des Ionenchromatographen 690

- | | |
|---|-------------------|
| 1▶ Aufstellen des Gerätes | <i>Kap. 3.1</i> |
| 2▶ Kontrollieren der Netzspannung | <i>Kap. 3.2.1</i> |
| 3▶ Netzanschluss | <i>Kap. 3.2.4</i> |
| 4▶ Einschalten des Gerätes | <i>Kap. 3.2.5</i> |
| 5▶ Anschluss des Abfallbehälters | <i>Kap. 3.5</i> |
| 6▶ Anschluss von Spritze und Ansaugschlauch | <i>Kap. 3.8</i> |

5.1.2. Vorbereitung des Eluenten

- | | |
|--|-----------------|
| 1▶ Eluent herstellen:
Phthalsäure $c = 0.002 \text{ mol/L}$ in dest. Wasser/Aceton 90:10
(pH-Wert der Lösung mit NaOH auf 5.0 eingestellt) | |
| 2▶ Eluent mikrofiltrieren und entgasen | <i>Kap. 6.3</i> |
| 3▶ Eluent im Vorratsgefäss rühren | <i>Kap. 6.3</i> |

5.1.3. Installation der IC-Pumpe 697 (*siehe Gebrauchsanweisung 8.697.1001)

- | | |
|--|------------------|
| 1▶ Aufstellen der Pumpe | <i>Kap. 3.1*</i> |
| 2▶ Montieren des Pumpenkopfs | <i>Kap. 3.2*</i> |
| 3▶ Anschluss der Kapillarverbindungen | <i>Kap. 3.3*</i> |
| 4▶ Netzanschluss | <i>Kap. 3.4*</i> |
| 5▶ Einschalten der Pumpe | <i>Kap. 3.4*</i> |
| 6▶ Entlüften der Pumpe | <i>Kap. 3.5*</i> |
| 7▶ Einstellen der Flussrate
FLOW SET: 2.00 mL/min | <i>Kap. 4.2*</i> |
| 8▶ Einstellen der Druckgrenzwerte
PRESSURE MIN: 0.5 MPa (= 5 bar)
PRESSURE MAX: 10.0 MPa (= 100 bar) | <i>Kap. 4.3*</i> |

5.1.4. Verbindung IC-Pumpe 697 – Ionenchromatograph 690

- 1▶ Montieren des Pulsationsdämpfers (Option) Kap. 3.4.2
- 2▶ Montieren der Filter-Einheit Manufit (Option) Kap. 3.4.3
- 3▶ Kapillarverbindung IC-Pumpe 697 – Ionenchromatograph 690 herstellen (Abb. 11) Kap. 3.4.4
- 4▶ Kapillare bis zum unteren Säulenanschluss ca. 10 min spülen Kap. 3.4.5

5.1.5. Anschluss der Trennsäule

- 1▶ IC-Anionensäule 6.1005.000 am unteren Säulenanschluss (60) bzw. (68) anschliessen Kap. 3.7.3
- 2▶ Trennsäule ca. 10 min mit Eluent spülen Kap. 3.7.3
- 3▶ Trennsäule am oberen Säulenanschluss (64) bzw. (70) anschliessen Kap. 3.7.3
- 4▶ IC-Pumpe 697 einschalten und alle Anschlüsse auf austretende Flüssigkeit kontrollieren Kap. 3.7.4

5.1.6. Anschluss des Schreibers

- 1▶ Labograph 586 mit dem Kabel 6.2115.010 am Ionenchromatograph 690 anschliessen (Abb. 15) Kap. 3.9
- 2▶ Schreiber-Einstellungen (siehe GA 586):
 - Spannungsmessbereich ΔU : 1000 mV
 - Papiervorschub: 5 mm/min
 - Nullpunkteinstellung U_0 : wird nach Betätigen der Auto-Zero-Taste auf die gewünschte Position eingestellt
- 3▶ Polarität des Ausgangssignals am IC 690 einstellen Kap. 3.9

5.1.7. Anschluss des Integrators

- 1▶ Integrator mit dem mitgelieferten Integratorkabel am Ionenchromatograph 690 anschliessen (Abb. 16) Kap. 3.10
- 2▶ Integrator programmieren
- 3▶ Polarität des Ausgangssignals am IC 690 einstellen Kap. 3.9

5.1.8. Einstellungen am Ionenchromatograph 690

- 1▶ Messbereich einstellen Kap. 4.2
 - Range: 500 $\mu\text{S/cm}$
- 2▶ Empfindlichkeit einstellen Kap. 4.2
 - Sensitivity: 100 (ergibt Full Scale = 5 $\mu\text{S/cm}$)
- 3▶ Thermostatierung einstellen Kap. 4.3
 - Thermostat: On
- 4▶ Dämpfung einstellen Kap. 4.4
 - Damping: 0

5.1.9. Konditionierung

Konditionieren Sie nun das ganze System, bis die Grundlinie die gewünschte Stabilität erreicht hat. Bei der gewählten Flussrate sollte sich im Betrieb mit der Säule 6.1005.000 ein Druck von rund 70 bar (7.0 MPa) einstellen.

5.2. Kalibrierung

5.2.1. Standard

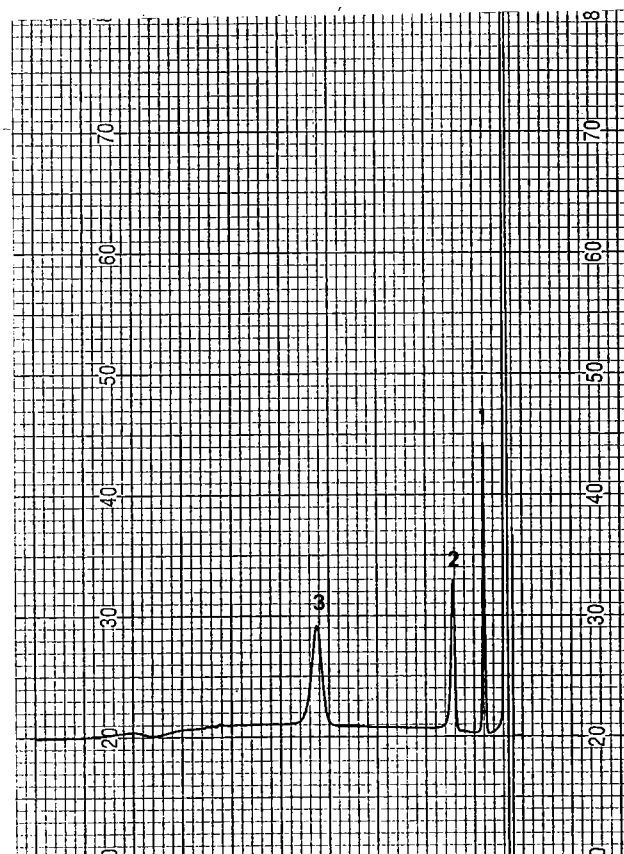
Zur Kalibrierung dient die folgende Standardlösung:

5 ppm Cl^- , 10 ppm NO_3^- , 10 ppm SO_4^{2-}
(als Natrium- bzw. Kaliumsalze in dest. Wasser)

5.2.2. Injektion

- 1▶ Am Ionenchromatograph 690 die Taste "Auto Zero" betätigen. An Schreiber und Integrator Offset nach Bedarf neu einstellen.
- 2▶ Injektionsventil (14) bzw. Schalter (34) auf die Stellung "Fill" stellen.
- 3▶ Den am Anschluss (15) angebrachten Ansaugschlauch in die Standardlösung tauchen.
- 4▶ Mit Hilfe der Spritze an Anschluss (16) ca. 1 mL Standardlösung ansaugen.
- 5▶ Injektionsventil (14) bzw. Schalter (34) auf die Stellung "Inject" stellen. Gleichzeitig Schreiber und Integrator starten.

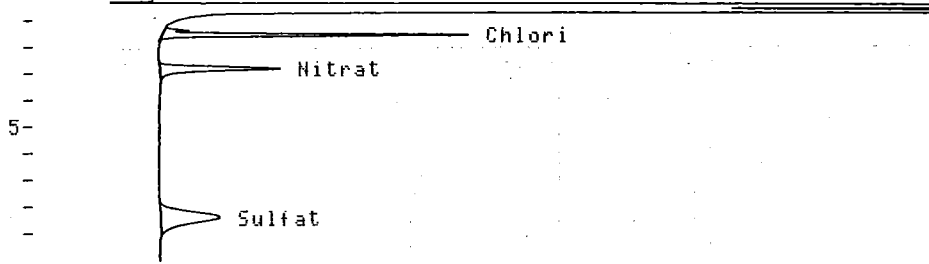
Abb. 21 zeigt das mit dem Labograph 586 aufgezeichnete Chromatogramm, während in Abb. 22 das mit dem Integrator registrierte und ausgewertete Chromatogramm abgebildet ist.



- 1 5 ppm Chlorid
- 2 10 ppm Nitrat
- 3 10 ppm Sulfat

Abb. 21: Chromatogramm der Kalibrierung

CH. 1 C.5 5.00 ATT 10 OFFS 10 10/23/86 15:46



D-2000

10/23/86 15:46

METHOD: C1, NO3, SO4 TAG: 6 CH: 1

FILE: 9 CALC-METHOD: EXT-STD TABLE: 3 CONC: HEIGHT

NO.	RT	AREA	HEIGHT	FACTOR1	NAME	PPM
2	1.52	2240860	356896	21.150	Chlorid	7.548
3	2.77	1599556	140958	82.433	Nitrat	11.619
4	8.34	2080270	70077	124.833	Sulfat	8.747

FILE: 9 CALC-METHOD: EXT-STD TABLE: 3 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	HEIGHT	FACTOR1	NAME	PPM
2	1.52	2240860	356896	3.250	Chlorid	7.283
3	2.77	1599556	140958	7.363	Nitrat	11.776
4	8.34	2080270	70077	4.084	Sulfat	8.496

Abb. 22: Integratorauswertung der Kalibrierung

5.3. Bestimmung und Auswertung

5.3.1. Injektion der Trinkwasserprobe

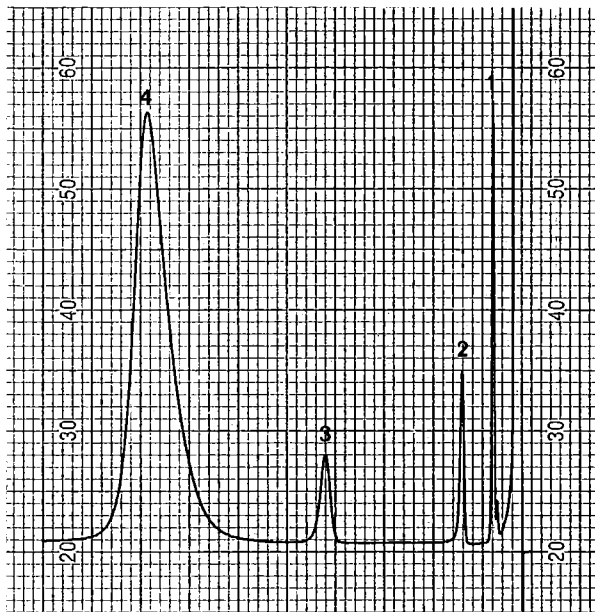
Filtrieren Sie die Trinkwasserprobe vor der Injektion mit einem Mikrofilter 0.45 µm. Gehen Sie bei der Injektion analog zur Kalibrierung vor (Punkt 1►...5►, siehe Kap. 5.2.2). Abb. 23 zeigt das mit dem Schreiber aufgenommene Chromatogramm, Abb. 24 die entsprechende Integratorauswertung.

5.3.2. Auswertung

Die Auswertung durch den Integrator ist in Abb. 24 aufgeführt. Flächen- und Höhengauswertung ergeben sehr ähnliche Resultate.

Die manuelle Auswertung am Schreiber-Chromatogramm lässt sich anhand der gemessenen Peakhöhen ausführen:

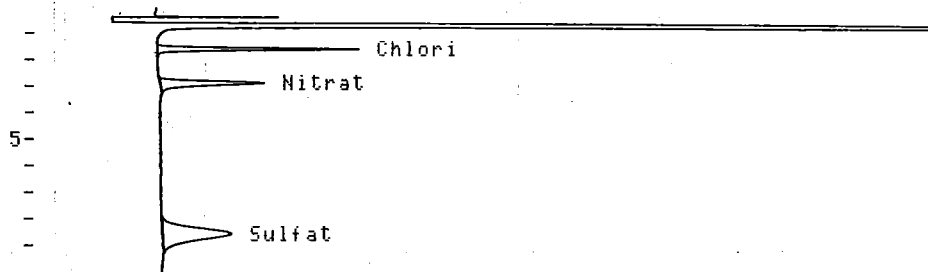
Ionen	Standard		Trinkwasserprobe	
	Konzentration	Höhe	Höhe	Konzentration
Chlorid	5 ppm	60 mm	90.5 mm	7.5 ppm
Nitrat	10 ppm	31 mm	36 mm	11.9 ppm
Sulfat	10 ppm	20.5 mm	18 mm	8.8 ppm



- 1 Chlorid
- 2 Nitrat
- 3 Sulfat
- 4 Systempeak

Abb. 23: Chromatogramm der Trinkwasserbestimmung

CH. 1 C.S 5.00 ATT 10 OFFS 10 10/23/86 14:26



D-2000

10/23/86 14:26

1 CALIB. OF 3

METHOD: Cl, NO3, SO4 TAG: 2 CH: 1

FILE: 9 CALC-METHOD: EXT-STD TABLE: 3 CONC: HEIGHT

NO.	RT	AREA	HEIGHT	FACTOR1	NAME	PPM
1	1.54	1538352	236407	21.150	Chlorid	5.000
2	2.81	1358213	121310	82.433	Nitrat	10.000
3	8.47	2448475	80107	124.833	Sulfat	10.000

FILE: 9 CALC-METHOD: EXT-STD TABLE: 3 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	HEIGHT	FACTOR1	NAME	PPM
1	1.54	1538352	236407	3.250	Chlorid	5.000
2	2.81	1358213	121310	7.363	Nitrat	10.000
3	8.47	2448475	80107	4.084	Sulfat	10.000

Abb. 24: Integratorauswertung der Trinkwasserbestimmung

6. Praktische Hinweise zur Ionenchromatographie

6.1. Trennsäulen

6.1.1. Trennleistung

Die mit dem Ionenchromatograph 690 erzielbare Analysenqualität hängt in hohem Masse von der Trennleistung der eingesetzten Säule ab. Beim Kauf einer IC-Säule sollten Sie sich davon überzeugen, dass die Trennleistung für die vorliegenden Analysenprobleme ausreicht. Bestimmen Sie auf dem der Säule beigefügten Standardchromatogramm die **Kenndaten der IC-Säule** wie Kapazitätsfaktoren, Selektivität, Bodenzahl und Auflösung (vgl. das Kapitel "Theoretische Grundlagen der Ionenchromatographie" im Applikationsordner 8.690.2011) und überprüfen Sie diese Daten mit eigenen Messungen. Bei auftretenden Schwierigkeiten sollten Sie in jedem Fall zuerst die Qualität der Säule durch die Aufnahme eines **Standardchromatogramms** kontrollieren.

Die von METROHM erhältlichen IC-Säulen sind in *Kap. 8.4.7* aufgeführt. Nähere Angaben zu den Säulen (Kenndaten, Standardeluenten usw.) finden sich in *Kap. 1-02* des Applikationsordners 8.690.2011.

6.1.2. Schutz

Zum Schutz der Säule vor Fremdpartikeln, welche die Trennleistung beeinträchtigen können, empfehlen wir Ihnen, sowohl Eluenten wie auch sämtliche Proben einer **Mikrofiltration** (Filter 0.45 µm) zu unterziehen und den Eluenten über das **Ansaugfilter 6.2821.060** anzusaugen.

Zur Vermeidung von Verschmutzungen durch Abriebpartikel von Kolbendichtungen der IC-Pumpe 697 wird mit Vorteil ein **In-Line-Filter** zwischen Pumpe und Ionenchromatograph 690 montiert. Bestens geeignet dafür ist die als Option erhältliche **Filter-Einheit Manufit 6.2821.000** (siehe *Kap. 8.4.8*).

Der Gebrauch von leicht austauschbaren **Vorsäulen** dient zur Schonung der eigentlichen Trennsäulen und erhöht deren Lebensdauer beträchtlich. Bei den von METROHM erhältlichen Vorsäulen (siehe *Kap. 8.4.7*) handelt es sich entweder um eigentliche Vorsäulen oder um sogenannte Vorsäulenkartuschen, welche zusammen mit dem Doppelkartuschenhalter 6.2821.050 oder dem Kartuschenkopf 6.2821.040 verwendet werden.

6.1.3. Aufbewahrung

Lagern Sie Ionenchromatographie-Säulen bei Nichtgebrauch stets verschlossen und gefüllt gemäss Angaben des Herstellers. Säulen auf Polymerbasis können üblicherweise mit dem benutzten Eluenten gefüllt aufbewahrt werden.

6.1.4. Totvolumen

Totvolumen an einem Säulenende kann die Ursache für extreme Peakverbreiterungen oder Splitting (Auftreten von Doppelpeaks) sein. Durch Auffüllen der Säule mit Glasbeads (Ø 100 µm) können die Trenneigenschaften häufig wieder verbessert werden.

6.1.5. Regenerierung

Haben sich die Trenneigenschaften der Säule verschlechtert, so kann diese gemäss den Vorschriften des Säulenherstellers regeneriert werden. Bei den von METROHM erhältlichen Trennsäulen (siehe *Kap. 8.4.7*) findet sich die Vorschrift zur Regenerierung auf dem jeder Säule beiliegenden Merkblatt.

Achtung: Bei Trennsäulen mit Trägermaterialien auf Silica-Basis **keine alkalischen Lösungen zur Regenerierung verwenden, sonst können die Säulen beschädigt werden!**

6.2. Pumpen

6.2.1. Pulsationsdämpfer

Für empfindliche Messungen mit dem Ionenchromatographen 690 werden möglichst pulsationsfreie Hochdruckpumpen mit sehr konstanter Förderleistung benötigt. Sind die auftretenden Pulsationen zu gross, so kann eventuell ein zwischen Pumpe und Ionenchromatograph 690 geschalteter Pulsationsdämpfer Abhilfe schaffen (z.B. der als Option erhältliche **Pulsationsdämpfer Portmann 6.2620.050**, siehe Kap. 8.4.2). Ein Pulsationsdämpfer bietet auch Schutz vor injektionsbedingten Druckschlägen auf das Säulenmaterial.

6.2.2. Wartung

Zum Schutz der Pumpe vor Fremdpartikeln empfehlen wir Ihnen, den Eluenten einer **Mikrofiltration** (Filter 0.45 µm) zu unterziehen und den Eluenten über das **Ansaugfilter 6.2821.060** anzusaugen.

Eine un stabile Grundlinie (Pulsation, Fluss-Schwankungen) ist in vielen Fällen auf verschmutzte Ventile oder defekte, undichte Kolbendichtungen zurückzuführen.

Verschmutzte Ventile werden durch Spülen mit Wasser, RBS-Lösung oder organischen Lösungsmitteln gereinigt. Die Spülwirkung wird durch kurze Behandlung in einem Ultraschallbad noch erhöht. Beim Wiedereinsetzen der gereinigten Ventile müssen Sie darauf achten, dass die Flussrichtung stimmt.

Der **Austausch von Kolbendichtungen** erfolgt nach den Angaben des Pumpenherstellers. Für die IC-Pumpe 697 sind die entsprechenden Unterhaltsarbeiten in Kap. 5.2 der Gebrauchsanweisung 8.697.1001 beschrieben.

Salzkristalle zwischen Kolben und Dichtung verursachen Abriebpartikel, die in den Eluenten gelangen können. Diese führen zu verschmutzten Ventilen, Druckanstieg und in Extremfällen zu zerkratzten Kolben. Es ist deshalb unbedingt darauf zu achten, dass **keine Ausfällungen** auftreten können (vgl. auch Kap. 6.3).

6.3. Eluenten

6.3.1. Behandlung

Frische Eluenten sollten immer **mikrofiltriert** (Filter 0.45 µm) und **entgast** werden (mit N₂, He oder Vakuum). Der Eluent sollte dauernd mit einem Magnetrührer **gerührt** werden, besonders wenn im Kreislauf gearbeitet wird (Recycling) oder wenn alkalische Eluenten eingesetzt werden.

Der Vorratsbehälter mit dem Eluenten muss möglichst gut verschlossen werden, um eine zu grosse Verdunstung zu vermeiden. Wichtig ist dies vor allem bei Eluenten mit organischen Lösungsmitteln (z.B. Aceton), deren Verdunstung zu langfristigen Drifts führen kann. Arbeitet man in einem sehr empfindlichen Bereich, so kann schon das Herabfallen eines Tropfens Kondensat in den Eluenten zurück eine sichtbare Änderung in der Hintergrundleitfähigkeit bewirken.

6.3.2. Einfluss verschiedener Parameter bei Anionensäulen

- **Konzentration:** Eine Erhöhung der Konzentration führt in der Regel zu kürzeren Retentionszeiten und schnellerer Trennung, aber auch zu höherer Hintergrundleitfähigkeit.
- **pH:** Ein höherer Eluent-pH verkürzt die Retentionszeiten.
- **organische Modifier:** Durch Zugabe eines organischen Lösungsmittels (z.B. Methanol, Aceton, Acetonitril) zu wässrigen Eluenten werden im allgemeinen die Retentionszeiten verlängert. Divalente Anionen werden dabei meist stärker beeinflusst als monovalente Anionen.

6.3.3. Eluentenwechsel

Beim Wechsel des Eluenten muss sichergestellt werden, dass **keine Ausfällungen** auftreten können. Direkt aufeinanderfolgende Lösungen müssen also mischbar sein. Falls das System organisch gespült werden muss, sind daher eventuell mehrere Lösungsmittel mit steigender bzw. fallender Lipophilie zu verwenden (z.B. Wasser ⇌ Aceton ⇌ Chloroform).

6.4. Ionenchromatograph 690

6.4.1. Passivierung

Eine Passivierung des ganzen IC-Systems (ohne Säule) durch Spülen mit 20 ... 50 mL 0.2 mol/L HNO₃ ist in folgenden Fällen sinnvoll:

- vor dem Umstellen auf Kationen-Chromatographie
- nach dem Arbeiten mit Ethylendiamin-Eluenten
- wenn ausserordentliche Änderungen in den Messeigenschaften der Zelle beobachtet werden

Für die Passivierung wird die Trennsäule aus dem Ionenchromatographen 690 entfernt. Die beiden Anschlüsse (60) und (64) [bzw. (68)/(70) oder (73)/(75) beim Ionenchromatograph 690.0030] werden mit der dem Zubehör beiliegenden Kupplung 6.2620.060 direkt miteinander verbunden.

6.4.2. Verbindungen

Sämtliche Verbindungen zwischen Injektor, Säule und Detektor müssen möglichst kurz, totvolumenarm und absolut dicht sein. Die Teflonkapillare nach dem Detektorblock muss frei durchgängig sein (die Messzelle ist geprüft auf 50 bar Gegendruck).

6.4.3. Auto Zero

Die Auto Zero-Taste funktioniert nur ordnungsgemäss, wenn während der Nullung der Messwert relativ stabil bleibt (z.B. nicht während dem Injektionspeak). Während der Nullung wird der Ausgang auf 0 V gesetzt.

6.4.4. Recycling (Kreislauf)

Um den Eluenten-Verbrauch im Ruhezustand zwischen den Injektionen (z.B. über Nacht) möglichst gering zu halten, kann das sog. "Recycling"-Verfahren angewendet werden. Beim Recycling wird der am Anschluss (30) [bzw. (45) und (47) beim Ionenchromatograph 690.0030] austretende Eluent direkt in den Eluenten-Vorratsbehälter zurückgeleitet. Das IC-System ist so schnell bereit für neue Injektionen, ohne dass lange konditioniert werden muss.

Achtung: Das Recycling-Verfahren darf **nicht** angewendet werden

- mit alkalischen Eluenten
- bei der Kationensäule SUPER-SEP 6.1009.020

6.4.5. Stilllegung

Wird der Ionenchromatograph 690 für längere Zeit stillgelegt, so muss das ganze IC-System (ohne Säule) mit dest. Wasser **salzfrei gespült** werden, um ein Auskristallisieren von Eluentsalzen mit entsprechenden Folgeschäden zu vermeiden.

Zur Spülung wird die Trennsäule entfernt; die beiden Anschlüsse (60) und (64) [bzw. (68)/(70) oder (73)/(75) beim Ionenchromatograph 690.0030] werden mittels Kupplungsstück 6.2620.060 miteinander verbunden. Gespült wird mit dest. Wasser solange, bis die Leitfähigkeit unter 10 µS/cm abfällt.

Anschliessend wird das System noch mit Methanol/Wasser (1:4) gespült.

6.5. Störungen und deren Behebung

Treten bei den Analysen mit dem IC-System Schwierigkeiten auf, so werden deren Ursachen am besten in der Reihenfolge **Trennsäule** → **Pumpe** → **Eluent** → **Ionenchromatograph 690** gesucht. Einige der auftretenden Störungen sind in der folgenden Tabelle mit Angabe von möglichen Gründen und Gegenmassnahmen speziell aufgeführt.

Störung	Ursache	Behebung
Stark verrauschte Grundlinie, Pulsation	<ul style="list-style-type: none"> • verschmutzte Pumpenventile • defekte Kolbendichtungen • Qualität der Pumpe reicht für die gewählte Empfindlichkeit nicht aus 	<ul style="list-style-type: none"> • Reinigung der Ventile (siehe Kap. 6.2) • Austausch der Kolbendichtungen (siehe Kap. 6.2) • Pulsationsdämpfer verwenden, leistungsfähigere Pumpe verwenden oder die Empfindlichkeit verringern
Drift der Grundlinie	<ul style="list-style-type: none"> • thermisches Gleichgewicht noch nicht erreicht • Leck im System • Verdunsten des organischen Lösungsmittels im Eluenten 	<ul style="list-style-type: none"> • System bei eingeschalteter Heizung konditionieren • Verbindungen kontrollieren und abdichten • Eluenten-Vorratsbehälter besser verschliessen
Markanter Druckabfall	<ul style="list-style-type: none"> • Leck im System 	<ul style="list-style-type: none"> • Verbindungen kontrollieren und abdichten
Markanter Druckanstieg	<ul style="list-style-type: none"> • Verschmutzung des Säuleneinlassfilters • Verschmutzung des Filters in der Filter-Einheit Manufit 6.2821.000 • Veränderung der Säulenpackung durch Injektion verschmutzter Proben 	<ul style="list-style-type: none"> • Stahlsieb(e) 6.2821.020 reinigen bzw. ersetzen • Stahlsieb(e) 6.2821.020 reinigen bzw. ersetzen • Regenerierung der Säule (siehe Kap. 6.1) oder Säule ersetzen <i>Hinweis: Proben sollten immer mikrofiltriert werden</i>
Chromatogramme mit schlechter Auflösung, Veränderung der Retentionszeiten	<ul style="list-style-type: none"> • verschlechterte Trennleistung der IC-Säule 	<ul style="list-style-type: none"> • Regenerierung der Säule (siehe Kap. 6.1) oder Säule ersetzen
Extreme Peakverbreiterung, Splitting (Doppelpeaks)	<ul style="list-style-type: none"> • Totvolumen an den Säulenenden 	<ul style="list-style-type: none"> • Auffüllen der Säule mit Glasbeads ($\varnothing \leq 100 \mu\text{m}$) oder Säule ersetzen

7. Technische Daten

7.1. Technische Daten des Ionenchromatographen 690

- **Messbereich (Range)** 0...10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000 $\mu\text{S/cm}$

- **Empfindlichkeit (Sensitivity)** 1 \times , 2 \times , 5 \times , 10 \times , 20 \times , 50 \times , 100 \times , 200 \times , 500 \times , 1000 \times , 2000 \times

- **Anzeigen**
 - Eluent Conduct. Leitfähigkeit des Eluenten in $\mu\text{S/cm}$
 - Full Scale Skala-Vollausschlag in $\mu\text{S/cm}$ (Full Scale = Range/Sensitivity)
 - Minimaler Wert = 0.1 $\mu\text{S/cm}$

- **Detektor**
 - Prinzip Thermostatischer Leitfähigkeitsdetektor mit 2 ringförmigen Stahlelektroden, Wechselstrom-Messung (Messfrequenz = 1 kHz)
 - Zellvolumen 1.5 μL
 - Zellkonstante 17 cm^{-1}
 - Max. Gegendruck für Messzelle 50 bar
 - Linearität Bis $\pm 150\%$ jedes Full-Scale-Bereiches Abweichungen $< 0.5\%$ des Full-Scale-Bereiches
 - Drift (elektronisch) $< 0.0013\%$ des eingestellten Messbereichs/ $^{\circ}\text{C}$
 - Rauschen (elektronisch) Typisch: $< 0.0003\%$ des eingestellten Messbereiches

- **Blockheizung**
 - Einschaltung Manuell, Betrieb wird durch grüne LED-Lampe angezeigt
 - Blocktemperatur 35 ± 1 $^{\circ}\text{C}$ (kann auf 25...45 $^{\circ}\text{C}$ eingestellt werden)
 - Temperaturstabilität $\leq \pm 0.01$ $^{\circ}\text{C}$ bei konstanter Umgebungstemperatur

- **Temperaturkorrektur** Automatische Korrektur der gemessenen Leitfähigkeit auf 20 $^{\circ}\text{C}$ mit einem Temperaturkoeffizienten von 2.3%/ $^{\circ}\text{C}$

- **Ausgangssignal**
 - Analogsignal 0...1 V/Full Scale und 0...10 mV/Full Scale mit 50% Bereichsreserve
 - Polarität Manuell umschaltbar

- **Marker** Ca. 10% des Full-Scale-Bereiches, manuell oder extern auslösbar

- **Auto Zero** Automatische Nullsetzung (elektronische Untergrundkompensation) im ganzen wählbaren Messbereich, manuell oder extern auslösbar
Max. Fehler: $\pm 0.6\%$ des Full-Scale-Bereiches

- **Dämpfung (Damping)** Tiefpass-Filter (Butterworth, 4. Ordnung)
 - Stufe 0: $\tau = 0.125 \text{ s}$
 - Stufe 1: $\tau = 0.5 \text{ s}$
 - Stufe 2: $\tau = 1 \text{ s}$
 - Stufe 3: $\tau = 2 \text{ s}$

- **Gehäuse** Polyurethan(PUR)-Hartschaum, thermisch isolierter Innenraum für Injektor, Säule und Detektor

- **Injektor**
 - Version 690.0010: Manuell betätigtes Valco-Schleifeninjektionsventil mit 100 μL -Loop (andere Probenschleifen anschliessbar)
 - Version 690.0020: Elektrisch betätigtes Valco-Schleifeninjektionsventil mit 100 μL -Loop (andere Probenschleifen anschliessbar)
 - Version 690.0030: 2 elektrisch betätigte Valco-Schleifeninjektionsventile
 - Injektor A: 100 μL -Loop
 - Injektor B: 10 μL -Loop (andere Probenschleifen anschliessbar)

- **Sicherheitsvorschriften** Gemäss IEC-Publikation 348 (Geräteschutzklasse 1)

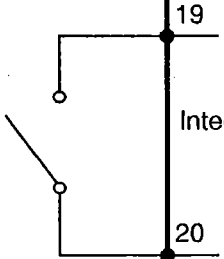

- **Netzanschluss**
 - Netzspannung $U_n = 100, 120, 220, 240 \text{ V} \pm 10 \%$, umschaltbar
 - Netzfrequenz $f = 50 \dots 60 \text{ Hz}$
 - Leistungsaufnahme
 - Version 690.0010: maximale Dauerleistungsaufnahme ca. 50 VA
 - Version 690.0020/30: maximale Dauerleistungsaufnahme ca. 50 VA (beim Umschalten des Aktuators treten während max. 180 ms Stromspitzen von max. 0.5 A Mittelwert und 1.2 A Spitzenwert auf.)
 - Sicherung 5 mm \varnothing , 20 mm lang
 - 100 und 120 V: 0.63 A (träge)
 - 220 und 240 V: 0.315 A (träge)

- **Abmessungen**
 - Breite 435 mm
 - Höhe 430 mm
 - Tiefe 370 mm

- **Gewicht** 15 kg

7.2. Steuer-Eingänge und -Ausgänge

3.690.0030	extern	Funktion
<p>Eingänge</p>		<p>L = Auto Zero on</p> <p>L = Marker</p>
<p>Analog-Ausgang</p>		<p>Analogausgang 0...1 V</p> <p>Analogausgang 0...10 mV</p>
<p>Datum 14.5.87/pa</p>	<p>Steuer-Ein- und Ausgänge Ionenchromatograph 690</p>	
	<p style="text-align: right;">3.690.0030/690 4 E 1</p>	

Aktuator A.601.0010	extern	Funktion
<p>Eingänge</p> <p>0V —●— 2 / Ground</p> <p>5V TTL-Pegel —●— 5 / Fill</p> <p>5V TTL-Pegel —●— 6 / Inject</p>		<p>Das Injektionsventil wird in die Position "Fill" umgeschaltet.</p> <p>Das Injektionsventil wird in die Position "Inject" umgeschaltet.</p>
<p>Ausgänge</p>  <p>19</p> <p>Integrator Start</p> <p>20</p>		<p>Wenn das Injektionsventil die Position "Inject" erreicht hat, bleibt der Schalter während 100 ms geschlossen.</p>
<p>Datum 27.4.89/um</p> 	<p>Steuer-Ein- und Ausgänge</p> <p>Autoinjektor 6.5848.000 zu Ionenchromatograph 690.0020/30</p> <p style="text-align: right;">A.601.0010/690 4 E 2</p>	

8. Lieferumfang und Bestellbezeichnungen

8.1. Ionenchromatograph 690.0010

Ionenchromatograph mit manuell betätigtem Injektor	2.690.0010
inklusive dem folgenden Zubehör:	
1 × PTFE-Ansaugschlauch mit Anschlussstück, i.D. = 0.9 mm, ä.D. = 1.5 mm, Länge L = 40 cm	6.1822.000
1 × PTFE-Mikro-Kapillarschlauch (Auslassschlauch), mit Nippel und Flansch, i.D. = 0.3 mm, ä.D. = 1.5 mm, Länge L = 1 m	6.1822.010
1 × Druckschraube für 1/16"-Stahlkapillaren, Set von 5 Stck.	6.2620.000
1 × Ringkeil für 1/16"-Stahlkapillaren, Set von 5 Stck.	6.2620.010
1 × Stahl-Kapillare, i.D. = 0.25 mm, ä.D. = 1/16", Länge L = 3 m	6.2620.020
1 × Kupplung für 1/16"-Stahlkapillare	6.2620.060
1 × Rollgabelschlüssel, max. Öffnung 20 mm	6.2621.000
1 × Gabelschlüssel 1/4" × 5/16" für Druckschraube 6.2620.000	6.2621.010
1 × Schlüssel für Kunststoffnippel zu Ansaug- und Auslassschlauch	6.2739.000
1 × Spritze, Volumen V = 10 mL	6.2816.020
1 × Nadel zu Spritze 6.2816.020	6.2816.030
1 × Netzkabel Kabelsteckdose Typ CEE (22), V; Kabelstecker nach Kundenangabe:	
Typ SEV 12 (Schweiz ...)	6.2122.020
Typ CEE (7), VII (Bundesrepublik Deutschland ...)	6.2122.040
Typ NEMA/ASA (USA ...)	6.2122.070
1 × Gebrauchsanweisung (deutsch)	8.690.1031
1 × Applikationsordner (deutsch)	8.690.2011

8.2. Ionenchromatograph 690.0020

Ionenchromatograph mit elektrisch betätigtem Injektor	2.690.0020
inklusive dem folgenden Zubehör:	
1 × PTFE-Ansaugschlauch mit Anschlussstück, i.D. = 0.9 mm, ä.D. = 1.5 mm, Länge L = 40 cm	6.1822.000
1 × PTFE-Mikro-Kapillarschlauch (Auslassschlauch), mit Nippel und Flansch, i.D. = 0.3 mm, ä.D. = 1.5 mm, Länge L = 1 m	6.1822.010
1 × Druckschraube für 1/16"-Stahlkapillaren, Set von 5 Stck.	6.2620.000
1 × Ringkeil für 1/16"-Stahlkapillaren, Set von 5 Stck.	6.2620.010
1 × Stahl-Kapillare, i.D. = 0.25 mm, ä.D. = 1/16", Länge L = 3 m	6.2620.020
1 × Kupplung für 1/16"-Stahlkapillare	6.2620.060
1 × Rollgabelschlüssel, max. Öffnung 20 mm	6.2621.000
1 × Gabelschlüssel 1/4" × 5/16" für Druckschraube 6.2620.000	6.2621.010
1 × Schlüssel für Kunststoffnippel zu Ansaug- und Auslassschlauch	6.2739.000
1 × Spritze, Volumen V = 10 mL	6.2816.020
1 × Nadel zu Spritze 6.2816.020	6.2816.030
1 × Verbindungskabel Ionenchromatograph 690 – Integrator (für automatischen Integrator-Start)	6.2115.030
1 × Netzkabel Kabelsteckdose Typ CEE (22), V; Kabelstecker nach Kundenangabe:	
Typ SEV 12 (Schweiz ...)	6.2122.020
Typ CEE (7), VII (Bundesrepublik Deutschland ...)	6.2122.040
Typ NEMA/ASA (USA ...)	6.2122.070
1 × Gebrauchsanweisung (deutsch)	8.690.1031
1 × Applikationsordner (deutsch)	8.690.2011

8.3. Ionenchromatograph 690.0030

**Ionenchromatograph mit 2 elektrisch betätigten Injektoren
und manuell bedientem Säulenumschaltventil 2.690.0030**

inklusive dem folgenden Zubehör:

1 ×	PTFE-Ansaugschlauch mit Anschlussstück, i.D. = 0.9 mm, ä.D. = 1.5 mm, Länge L = 40 cm	6.1822.000
3 ×	PTFE-Mikro-Kapillarschlauch (Auslassschlauch), mit Nippel und Flansch, i.D. = 0.3 mm, ä.D. = 1.5 mm, Länge L = 1 m	6.1822.010
1 ×	Druckschraube für 1/16"-Stahlkapillaren, Set von 5 Stck.	6.2620.000
1 ×	Ringkeil für 1/16"-Stahlkapillaren, Set von 5 Stck.	6.2620.010
1 ×	Stahl-Kapillare, i.D. = 0.25 mm, ä.D. = 1/16", Länge L = 3 m	6.2620.020
2 ×	Kupplung für 1/16"-Stahlkapillare	6.2620.060
1 ×	Rollgabelschlüssel, max. Öffnung 20 mm	6.2621.000
1 ×	Gabelschlüssel 1/4" × 5/16" für Druckschraube 6.2620.000	6.2621.010
1 ×	Schlüssel für Kunststoffnippel zu Ansaug- und Auslassschlauch	6.2739.000
1 ×	Druckschraube aus PVDF für 1/16"-Kapillaren, Set von 5 Stck.	6.2744.000
1 ×	Spritze, Volumen V = 10 mL	6.2816.020
1 ×	Nadel zu Spritze 6.2816.020	6.2816.030
2 ×	Verbindungskabel Ionenchromatograph 690 - Integrator (für automatischen Integrator-Start)	6.2115.030
1 ×	Netzkabel Kabelsteckdose Typ CEE (22), V; Kabelstecker nach Kundenangabe:	
	Typ SEV 12 (Schweiz ...)	6.2122.020
	Typ CEE (7), VII (Bundesrepublik Deutschland ...)	6.2122.040
	Typ NEMA/ASA (USA ...)	6.2122.070
1 ×	Gebrauchsanweisung (deutsch)	8.690.1031
1 ×	Applikationsordner (deutsch)	8.690.2011

Änderungen vorbehalten!

8.4. Optionen

Zusätzlich und gegen Mehrpreis sind lieferbar:

8.4.1. IC-Pumpe 697	2.697.0010
IC-Pumpe mit minimaler Restpulsation und hervorragender Flusskonstanz; inkl. Zubehör	
Wichtige Ersatzteile:	
Werkzeug zur Montage der Kolbendichtung 6.2741.000	6.2617.010
Kolbendichtung	6.2741.000
Saphirkolben	6.2824.000
Auslassventil	6.2824.010
Einlassventil	6.2824.020
Saphirstützring	6.2824.030
Pumpenkopf komplett	6.2824.040
Feder für Hauptkolben	6.2824.050
Feder für Hilfskolben	6.2824.060
8.4.2. Pulsationsdämpfer Portmann	6.2620.050
Pulsationsdämpfer zur Schonung der Trennsäulen	
8.4.3. Autosampler 698	2.698.0010
Für die Automatisierung der Probenzugabe. Kapazität: 64 Probengefäße mit einem nutzbaren Volumen von je 700 µL; inkl. Zubehör	
Wichtige Ersatzteile:	
Probengefäße aus PP für Autosampler 698, 1000 Stück	6.2743.000
Probengefäße aus Glas für Autosampler 698, 1000 Stück	6.2413.000
Stopfen aus Polyethylen (ohne Weichmacher), 1000 Stück	6.2743.010
8.4.4. Labograph 586	
Einkanal-Präzisions-Linienschreiber für die Aufzeichnung von Ionenchromatogrammen zur manuellen Auswertung	
Schreiber, inkl. Zubehör, für Netzfrequenz $f = 50$ Hz	2.586.0012
Schreiber, inkl. Zubehör, für Netzfrequenz $f = 60$ Hz	2.586.0013
8.4.5. Elektrochemischer Detektor (ELCD)	
Als Zweit- oder Alternativ-Detektor, bestehend aus:	
VA Detector 641 für die Signalerfassung	2.641.0010
Elektrochemischer Detektor 656	2.656.0020
(einsetzbar im Innenraum des Ionenchromatographen 690)	
Kohlepaste-Arbeits Elektrode für Elektrochemischen Detektor 656	6.0807.000
Kohlepaste für Arbeits Elektrode 6.0807.000	6.2801.020
8.4.6. Umbausatz	6.5848.000
Für den Umbau des Ionenchromatographen 2.690.0010 mit manuell betätigtem Injektor in die Version 2.690.0020 mit elektrisch betätigtem Injektor	

8.4.7. Säulen und Vorsäulen

Für die geläufigsten Anionen (Halogenide, Nitrat, Phosphat, Sulfat, ...):	
IC-Anionensäule PRP-X100	6.1005.000
IC-Vorsäulenkartusche PRP-X100	6.1005.020
(Einbau mittels Kartuschenkopf 6.2821.040 oder Doppelkartuschenhalter 6.2821.050)	
Für geläufige Anionen und Spezialanwendungen:	
IC-Anionensäule SUPER-SEP	6.1009.000
IC-Anionenvorsäule SUPER-SEP	6.1009.010
IC-Vorsäulenkartusche PRP-1	6.1005.050
(Einbau mittels Kartuschenkopf 6.2821.040 oder Doppelkartuschenhalter 6.2821.050)	
Für Carbonsäuren und Hydroxycarbonsäuren:	
IC-Ionenausschlussäule PRP-X300	6.1005.030
IC-Vorsäulenkartusche PRP-X300	6.1005.040
(Einbau mittels Kartuschenkopf 6.2821.040 oder Doppelkartuschenhalter 6.2821.050)	
Für Erdalkali-Ionen und gewisse andere zweiwertige Kationen:	
IC-Kationensäule Nucleosil 5SA	6.1007.000
IC-Vorsäulenkartusche Nucleosil 5SA	6.1007.010
(Einbau mittels Kartuschenkopf 6.2821.040 oder Doppelkartuschenhalter 6.2821.050)	
Für Alkali- und Ammonium-Ionen:	
IC-Kationensäule Vydac 400	6.1008.000
Für Alkali- und Erdalkali-Ionen sowie Ammonium-Ionen:	
IC-Kationensäule SUPER-SEP (nach Schomburg)	6.1009.020
IC-Kationen-Vorsäulenkartusche SUPER-SEP	6.1009.030
(Einbau mittels Kartuschenkopf 6.2821.040 oder Doppelkartuschenhalter 6.2821.050)	

8.4.8. Weiteres Zubehör

Verbindung 1/16"-Kapillare / 1/4"-Gewinde	6.2620.040
(Verbindungsstück für Kunststoffsäulen mit 1/4"-Gewinde)	
Probenschleife 10 µL	6.2620.080
Probenschleife 100 µL	6.2620.090
Kapillarschneidezange	6.2621.040
Filter-Einheit Manufit; komplett	6.2821.000
Ersatzteile:	
PTFE-Ringdichtung für Filter-Einheit Manufit und IC-Säulen 6.1005.000, 6.1005.030, 6.1007.000 und 6.1009.020, Set von 4 Stück	6.2821.010
Stahlsieb für Filter-Einheit Manufit und IC-Säulen 6.1005.000, 6.1005.030, 6.1007.000 und 6.1009.020, Set von 10 Stück	6.2821.020
Kartuschenkopf zur Halterung von Vorsäulenkartuschen; komplett	6.2821.040
(wird direkt auf die Trennsäule montiert)	
Ersatzteile:	
PTFE-Zwischenstück für Kartuschenkopf 6.2821.040 (5 Stück)	6.2821.070
Stahlzwischenstück für Kartuschenkopf 6.2821.040	6.2821.080
Doppelkartuschenhalter zur Halterung von Vorsäulenkartuschen	6.2821.050
(wird in die Eingangskapillare der Trennsäule eingebaut)	
Ansaugfilter mit 1/16"-Kapillare (wird mit der IC-Pumpe 697 mitgeliefert)	6.2821.060

9. Gewährleistung

Die Gewährleistung auf unseren Erzeugnissen beschränkt sich darauf, dass Defekte, die nachweisbar auf Material-, Konstruktions- oder Fabrikationsfehler zurückzuführen sind und innerhalb von 12 Monaten, vom Tage der Lieferung an gerechnet, auftreten, in unseren Werkstätten kostenlos behoben werden. Transportkosten gehen zu Lasten des Bestellers.

Bei Tag- und Nachtbetrieb beträgt die Gewährleistung 6 Monate.

Glasbruch bei Elektroden oder anderen Glasteilen sind von der Gewährleistung ausgenommen. Kontrollen, die nicht durch Material- oder Fabrikationsfehler bedingt sind, werden auch während der Gewährleistungszeit verrechnet. Für Fremdfabrikate, soweit diese einen wesentlichen Teil unseres Gerätes ausmachen, gelten die Gewährleistungsbestimmungen des Herstellers.

Für die Genauigkeitsgewährleistung sind die in der Gebrauchsanweisung genannten technischen Daten massgebend.

Wegen Mängeln in Material, Konstruktion oder Ausführung, sowie wegen Fehlens zugesicherter Eigenschaften hat der Besteller keine Rechte und Ansprüche ausser den oben genannten.

Sind beim Empfang einer Sendung an der Verpackung Beschädigungen sichtbar, oder zeigen sich nach dem Auspacken Transportschäden an der Ware, so ist der Frachtführer unverzüglich zu benachrichtigen und die Aufnahme eines Schadenprotokolls zu verlangen. Das Fehlen eines offiziellen Schadenprotokolls entbindet METROHM von jeder Ersatzpflicht.

Bei Rücksendungen irgendwelcher Geräte und Teile ist nach Möglichkeit die Originalverpackung zu verwenden. Dies gilt vor allem für Geräte, Elektroden, Bürettenzylinder und PTFE-Kolben. Vor dem Einbetten in Holzwolle oder ähnliches Material sind die Teile staubdicht einzupacken (für Apparate unbedingt Plastiksack verwenden). Sind im Lieferumfang offene Baugruppen beige packt, die empfindlich sind gegen elektrostatische Spannungen (z.B. Datenschnittstellen usw.), so sind diese in der zugehörigen Original-Schutzverpackung, z.B. leitende Schutzbeutel, zurückzusenden. (Ausnahme: Baugruppen mit eingebauter Spannungsquelle gehören in nicht leitende Schutzverpackung.) Für Schäden, die durch Nichtbeachtung dieser Vorschriften entstehen, lehnt METROHM eine Gewährleistungspflicht ab.

10. Index

A

Abfallbehälter	19
Abmessungen	47
Analogsignal-Ausgang	4,8,12,26,46,48
Ansaugfilter 6.2821.060	43,53
Ansaugschlauch 6.1822.000	
Anschluss am IC 690	26
Anschluss (15)	2,6,10
Bestellbezeichnung	50
Füllen der Probenschleife	34ff
Anschluss am IC 690	
Abfallbehälter	19
Abfallschlauch	4,8,12,19
Ansaugschlauch	2,6,10,26
Autosampler 698	28
Eluentenzuführung	4,8,12
IC-Pumpe 697	16ff
Integrator	4,8,12,27
PC	27
Schreiber	4,8,12,26
Spritze	2,6,10,26
Zusatz-Detektor	28
Anschlussbuchsen (18) (Output)	4,8,12
Anschluss (15) für	
Ansaugschlauch	2,6,10
Anschluss (16) für Spritze	2,6,10
Anschluss (35) "Integrator Start"	7,11
Anschluss (36) "Ground" für	
Autosampler 698	7,11
Anschluss (37) "Fill" für	
Autosampler 698	7,11
Anschluss (38) "Inject" für	
Autosampler 698	7,11
Anschlussleiste A (48)	12,27
Anschlussleiste A/B (50)	12,27
Anschlussleiste B (49)	12,27
Anschlussstücke aus PVDF	16
Anschlussstücke aus Stahl	15
Anschlussstücke für	
Kapillaren	15f
Anzeige (23) der Netzspannung	4,8,12
Anzeigelampe "Fill" (32)	6,10
Anzeigelampe "Fill" (39)	10
Anzeigelampe "Inject" (33)	6,10
Anzeigelampe "Inject" (40)	10
Anzeigen	
Auto Zero	2,6,10,33
Betriebsbereitschaft	2,6,10,15
Full Scale	2,6,10,31
Messbereich	2,6,10,31
Netzspannung	4,8,12,14
Thermostat	2,6,10,32
Applikationsordner	1,50
Arbeitsbereich	siehe Full Scale
Arbeitstemperatur	32
Aufstellen des Gerätes	14
Auslasskapillare mit Endstück für	
Vorsäulenkartusche	20
Auslassventil 6.2824.010	
zu IC-Pumpe 697	52
Automatischer Integratorstart	27
Autosampler 698	28,52

Auto Zero	
Anzeigelampe (6)	2,6,10
Auslösen	33
Ausschalten	33
Einschalttaste (7)	2,6,10
Einstellung für Konditionierung	28
Externe Auslösung	48
Funktion	33
Technische Daten	46
Auto Zero (7)	2,6,10
Auto-Zero-Anschluss (22)	4,8,12
Auto-Zero-Anzeige (6)	2,6,10

B

Bedienung	30ff
Bedienungselemente	2ff
Bedienungsschema	30
Beispiel	37ff
Bestellbezeichnungen	50ff
Bestimmung von Chlorid, Nitrat	
und Sulfat in Trinkwasser	37ff
Bestimmung und Auswertung	40
Kalibrierung	39
Vorbereitungen	37
Blockheizung	siehe Thermostatierung
Blockschema des IC-Systems	1

D

Dämpfung	
Einstellknopf (5)	2,6,10
Stufen	32,47
Technische Daten	47
Damping (5)	2,6,10
Daten der Sicherung und	
Leistungsaufnahme (24)	4,8,12
Detektor (Abbildung)	22,24
Detektorblock (54)	22,24
Detektorblock lösen	
und verschieben	23
Dichtigkeitsprüfung	26
Dichtung (PTFE) 6.2821.010	17,20,53
Doppelkartuschenhalter	
6.2821.050	20,21,53
Doppelpeaks	42,45
Drehschraube (62) zur Arretierung	
des Säulenhalters (61)	22,24
Drift	45
Druckabfall	45
Druckanstieg	45
Druckschraube 6.2620.000	
aus Stahl	15,50
Druckschraube 6.2744.000	
aus PVDF	16,51
D	
Einlasskapillare mit Endstück für	
Vorsäulenkartusche	20
Einlassventil 6.2824.020	
zu IC-Pumpe 697	52

E

Einleitung	1
Einschalten des Gerätes	15
Einsetzen der Säule	23ff
Einstellen von Messbereich und	
Empfindlichkeit	31
Einstellschraube (19)	4,8,12
Elektrochemischer	
Detektor 656	28,52
Eluent Conduct. (1)	2,6,10
Eluenten	
Behandlung	43
Einfluss verschiedener Parameter	43
Eluentenwechsel	43
Entgasen	43
Mikrofiltration	43
Praktische Hinweise	43
Vorratsbehälter	43
Wahl	16
Empfindlichkeit (Sensitivity)	
Einstellknopf (4)	2,6,10
Einstellen	31
Einstellung für Konditionierung	28
Stufen	31,46
Entgasen	43
Erdung	15
Erdungsbuchse (27)	4,8,12,15

F

Feder 6.2824.050 zu	
Hauptkolben der IC-Pumpe 697	52
Feder 6.2824.060 zu	
Hilfskolben der IC-Pumpe 697	52
Fill	34ff
Filter-Einheit Manufit 6.2821.000	
Bestellbezeichnung	53
Montieren	17
Fixierhebel (51) zur Arretierung der	
Hebebühne	22,24
Flügelmutter (55) für Transport-	
sicherungsschraube (57)	22,24
Füllen der Kapillare bis	
zum Säulenanschluss	18
Füllen der Probenschleife	34ff
Full Scale	
Anzeige (2)	2,6,10
Bereich	31
Definition	31
Einstellung für Konditionierung	28
Full Scale (2)	2,6,10

G

Gabelschlüssel 6.2621.010	15,50
Garantie	siehe Gewährleistung
Gerätenummer	4,8,12
Gewährleistung	54
Gewicht	47

H	
Hebebühne (52)	22,24
Heizung	<i>siehe Thermostatierung</i>
I	
IC-Pumpe 697	
Bedienung	16
Bestellbezeichnung	52
Fluss	26
Inbetriebnahme	16
Kolbendichtung 6.2741.000 ..	43,52
Maximaler oberer Druck	26
Praktische Hinweise	43
Pulsationsdämpfer	43
Reinigung der Ventile	43
Störungen und deren Behebung ..	45
Verbindung mit IC 690	17
Verschmutzung	43
Wartung	43
IC-Trennsäulen	
Allgemeines zu Trennsäulen	23
Aufbewahrung	42
Bestellbezeichnungen	53
Einsetzen im IC 690	23ff
Kenndaten	42
Montieren	23ff
Praktische Hinweise	42
Regenerierung	42
Schutz	42
Totvolumen	42
Trennleistung	42
Verschmutzung	42
Inhaltsverzeichnis	1ff
Injekt	34ff
Injektionsventil-Schalter (14)	2
Injektionsventil-Schalter (34) ..	6,10,34
Injektionsventil-Schalter (41) ..	10,34
Injektion von Proben	34ff
Injektor	
Bedienung	34ff
Funktionsweise	34
Technische Daten	47
Ventilstellungen	34f
Injektorwahlschalter (42) zur	
Wahl der Anschlussleiste (50)	10,36
Inlet (31)	4,8
Inlet A (46)	12
Inlet B (44)	12
In-Line-Filter Manufit	17
Installation	14ff
Integrator	
Anschluss am IC 690	27
Anschlussbuchsen (18)	4,8,12
Automatischer Integratorstart ..	27
Integrator-kabel	27
Ionenchromatograph 690	
Anschluss des Autosamplers 698 ..	28
Anschluss eines Integrators	27
Anschluss eines Schreibers	26
Aufstellen	14
Einschalten des Gerätes	15
Einschalttaste (12)	2,6,10
Installation	14ff
Konditionierung	28
Passivierung	44
Praktische Hinweise	44
Recycling	44
Rückseite	4,8,12
Stilllegung	44
Technische Daten	46ff
Verbindung mit Abfallbehälter ..	19
Verbindung mit IC-Pumpe 697 ..	17
Vorderseite	2,6,10

K	
Kabel 6.2115.010	26
Kabel 6.2115.030	27,50
Kapillare mit Gegen-Endstück	17
Kapillare mit Siebhalterungs-	
Endstück	17
Kapillarschneidezange	
6.2621.040	15,53
Kapillarverbindungen	15f
Kapillarverbindung (59) zum	
Detektorblock	22
Kapillarverbindung (65) zum Injektor	22
Kapillarverbindung (66) zum	
Detektorblock	24
Kapillarverbindung (67) zwischen	
Säule A und Säulenumschaltventil	24
Kapillarverbindung (71)	
zum Injektor A	19,24
Kapillarverbindung (72) zwischen	
Säule B und Säulenumschaltventil	24
Kapillarverbindung (76)	
zum Injektor B	19,24
Kartuschenkopf 6.2821.040 ..	20,21,53
Kolbendichtung 6.2741.000 ..	43,52
Konditionierung des Systems	28
Kupplung 6.2620.060 ..	18,21,44,50
L	
Labograph 586	
Anschluss am IC 690	26
Bestellbezeichnung	52
Leistungsaufnahme	
Daten (24)	4,8,12
Technische Daten	47
Leitfähigkeitsdetektor	
Drift	46
Linearität	46
Max. Arbeitsdruck	46
Prinzip	46
Rauschen	46
Technische Daten	46
Zellkonstante	46
Zellvolumen	46
Lieferumfang	50ff
Loch (56) für Transport-	
sicherungsschraube	22,24
Lösen und Verschieben des	
Detektorblocks	23
M	
Manufit-Andruckschraube	17
Manufit-Filter-Einheit	17
Manufit-Gehäuse	17
Marker	
Auslösen	32
Auslösetaste (11)	2,6,10
Externe Auslösung	48
Technische Daten	46
Marker (11)	2,6,10
Marker-Anschluss (21)	4,8,12

Messbereich (Range)	
Einstellen	31
Einstellknopf (3)	2,6,10
Einstellung für Konditionierung ..	28
Stufen	31,46
Mikrofiltration	42,43
Montieren der Trennsäule	23ff
Montieren der Vorsäule	19ff
N	
Netzanschluss	15
Anschlusssteckdose (25)	4,8,12
Anzeige der Netzspannung (23)	4,8,12
Erdung	15
Leistungsaufnahme	47
Netzfrequenz	47
Netzkabel	15
Netzspannung	47
Technische Daten	47
Umstellung der Netzspannung ..	14
Netzanschluss (25)	4,8,12
Netzkabel	15,50
Netzscharter (12)	2,6,10
Nullung	<i>siehe Auto Zero</i>
O	
Öffnung (58) für externen	
Temperaturfühler	22
ON / OFF (12)	2,6,10
Optionen	52f
Outlet A (47)	12
Outlet B (45)	12
Output (18)	4,8,12
Overload	33
Overload-Anzeige (8)	2,6,10
P	
Passivierung	44
PC-Anschluss	27
Peakverbreiterung	45
Polaritätsumschalter (20)	4,8,12
Polaritäts-Umschaltung	26
Praktische Hinweise zur	
Ionenchromatographie	42ff
Probengefäß 6.2413.000	
für Autosampler 698	52
Probengefäß 6.2743.000	
für Autosampler 698	52
Probenschleifen	34,53
PTFE-Mikrokapillarschlauch	
6.1822.010	16,19,28,50
PTFE-Ringdichtung	
6.2821.010	17,53
PTFE-Zwischenstück	
6.2821.070	20,21
Pulsationen	43,45
Pulsationsdämpfer	
6.2620.050	16,43,52
Pumpe	<i>siehe IC-Pumpe 697</i>
Pumpenkopf 6.2824.040	
zu IC-Pumpe 697	52

R

Range *siehe Messbereich*
 Range (3) 2,6,10
 Recycling 44
 Regenerierung von Trennsäulen .. 42
 Ringdichtung 6.2821.010 ... 17,20,53
 Ringkeil 6.2620.010 15,50
 Rollgabelschlüssel 6.2621.000 ... 50
 Rückseite des IC 690 4,8,12
 Rückwand-Öffnung (17) 4,8,12
 Rückwand-Öffnungen (29) 4,8,12

S

Saphirkolben 6.2824.000
 zu IC-Pumpe 697 52
 Saphirstützring 6.2824.030
 zu IC-Pumpe 697 52
 Säulen *siehe IC-Trennsäulen*
 Säulenanschluss
 oberer Säulenanschluss (60) ... 22
 oberer Säulenanschluss A (68) .. 24
 oberer Säulenanschluss B (73) .. 24
 unterer Säulenanschluss (64) ... 22
 unterer Säulenanschluss A (70) . 24
 unterer Säulenanschluss B (75) . 24
 Säulenbefestigung 25
 Säulenhalter (61) 22,25
 Säulenwahlschalter (43) 10,36
 Schleifeninjektionsventil 34
 Schlüssel 6.2739.000
 für Kunststoffnippel 50
 Schneiden von Stahlkapillaren 15
 Schreiber
 Anschluss am IC 690 26
 Anschlussbuchsen (18) 4,8,12
 Bestellbezeichnung 52
 Sensitivity *siehe Empfindlichkeit*
 Sensitivity (4) 2,6,10
 Seriennummer 4,8,12
 Sicherheitsvorschriften 47
 Sicherung
 Daten der Sicherung (24) 4,8,12
 Ersetzen der Sicherung 14
 Hinweis (26) 4,8,12
 Technische Daten 47
 Skala-Vollausschlag . *siehe Full Scale*

Splitting 42,45
 Spritze 6.2816.020
 Anschluss am IC 690 26
 Anschluss (16) 2,6,10
 Bestellbezeichnung 50
 Füllen der Probenschleife 34f
 Spülen der Kapillare bis
 zum Säulenanschluss 18
 Stahl-Anschlussstück
 für Ringkeil 20,21
 Stahlkapillare 6.2620.020 . 14,18,21,50
 Stahlkapillarverbindungen 14
 Stahlsieb 6.2821.020 17,20,53
 Stahlzwischenstück 6.2821.080 20,21
 Stativstange (53) 22,24
 Steuer-Eingänge und -Ausgänge . 48f
 Störungen und deren Behebung ... 45

T

Technische Daten 46ff
 Temperaturkoeffizient 46
 Thermosicherung 15
 Thermostat (10) 2,6,10
 Thermostat-Anzeige (9) 2,6,10
 Thermostatierung
 Anzeigelampe (9) 2,6,10
 Arbeitstemperatur 32
 Arbeitstemperatur verändern 32
 Ausschalten 32
 Einschalten 32
 Einschalttaste (10) 2,6,10
 Einstellschraube (19) 4,8,12
 Technische Daten 46
 Temperaturstabilität 32
 Transportschäden 54
 Transportsicherung 14,22,23
 Transportsicherungs-
 schraube (57) 22,24
 Trennsäulen .. *siehe IC-Trennsäulen*
 Trennsäule (63) 22
 Trennsäule A (69) 24,25
 Trennsäule B (74) 24,25
 Totvolumen 42
 Türe (13) für Nassteil/Innenraum 2,6,10
 Typennummer 4,8,12
 Typenschild (28) 4,8,12

U

Umbausatz 6.5848.000 28,52

V

VA Detector 641 52
 Ventilschalter (43)
 für Wahl der Säule 10,36
 Verbindung IC 690 –
 Abfallbehälter 19
 Verbindung IC 690 –
 IC-Pumpe 697 17,18
 Verbindungsstück 6.2620.040 ... 23ff
 Verpackung des Gerätes 14
 Verschieben der Hebebühne 23
 Verzeichnis der Abbildungen IV
 Vorderseite des IC 690 2,6,10
 Vorsäulen
 Allgemeines zu Vorsäulen 19
 Bestellbezeichnungen 53
 Montieren 19ff
 Vorsäulenkartuschen
 Bestellbezeichnungen 53
 Montieren 21

W

Waste (30) 4,8,12

Z

Zellkonstante 46
 Zellvolumen 46
 Zubehör 50ff
 Zusatz-Detektoren 28