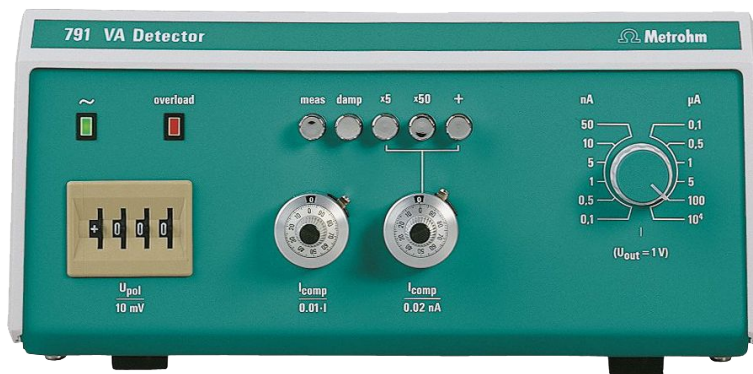


791 VA Detector



Handbuch
8.791.1011



Metrohm AG

CH-9101 Herisau

Switzerland

Phone +41 71 353 85 85

Fax +41 71 353 89 01

info@metrohm.com

www.metrohm.com

791 VA Detector

Handbuch

Teachware
Metrohm AG
CH-9101 Herisau
teachware@metrohm.com

Diese Dokumentation ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte vorbehalten.

Diese Dokumentation wurde mit grösster Sorgfalt erstellt. Dennoch sind Fehler nicht vollständig auszuschliessen. Bitte richten Sie diesbezügliche Hinweise an die obenstehende Adresse.

Dokumente in weiteren Sprachen finden Sie auf
<http://products.metrohm.com> unter **Literature/Technical documentation**.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Gerätebeschreibung	1
1.2	Bedienungselemente	2
1.3	Angaben zur Gebrauchsanweisung	4
1.3.1	Aufbau	4
1.3.2	Notation und Piktogramme	5
1.4	Sicherheitshinweise	6
1.4.1	Elektrische Sicherheit	6
1.4.2	Allgemeine Vorsichtsregeln	6
2	Installation	7
2.1	Aufstellen des Gerätes	7
2.1.1	Verpackung	7
2.1.2	Kontrolle	7
2.1.3	Aufstellungsort	7
2.1.4	Anordnung des Gerätes	7
2.2	Netzanschluss	8
2.2.1	Einstellen der Netzspannung	8
2.2.2	Sicherungen	9
2.2.3	Netzkabel und Netzanschluss	9
2.2.4	Ein-/Ausschalten des Gerätes	9
2.3	Elektrochemischer Detektor 656	10
2.3.1	Installation und Inbetriebnahme	10
2.3.2	Anschluss am VA Detektor 791	10
2.4	ELCD-Zelle 6.5303.030 für IC	11
2.4.1	Montieren der ELCD-Zelle	11
2.4.2	Anschluss am VA Detektor 791	13
2.5	Anschluss am Analogausgang	14
3	Bedienung	15
3.1	Elektrochemische Detektion	15
3.1.1	Bestimmbare Substanzklassen	15
3.1.2	Signalabhängigkeit	16
3.1.3	Wahl der Polarisationsspannung	17
3.1.4	Vorgehen bei unbekanntem Substanzen	17
3.1.5	Praktische Hinweise zur ELCD	18
3.2	Elektroden	20
3.2.1	Arbeitselektroden	20
3.2.2	Bezugselektrode	22
3.2.3	Hilfsselektrode	22
3.3	Funktionen der Bedienungselemente	23
3.4	Inbetriebnahme	26
3.4.1	Vorbereitung der ELCD-Zelle	26
3.4.2	Nullabgleich und Einlaufphase	27
3.4.3	Messvorgang	29

4	Wartung – Störungen	31
4.1	Wartung und Unterhalt	31
4.2	Stillegung	31
4.3	Störungen und deren Behebung	32
4.4	Gerätetest mit der Dummy Cell	34
4.4.1	Kontrolle der Schalter "meas" und "damp" und des Stromverstärkeroffsets	34
4.4.2	Kontrolle der Ausgangsspannung	35
4.4.3	Kontrolle der Stromkompensation	36
4.4.4	Überprüfung des Strom- und Spannungsoverloads	38
4.4.5	Überprüfung des Empfindlichkeitsschalters 8	39
4.4.6	Überprüfung des Rauschens der Stromverstärker	40
5	Anhang	41
5.1	Technische Daten	41
5.2	Lieferumfang	43
5.2.1	VA Detektor 2.791.0010 für HPLC	43
5.2.2	VA Detektor 2.791.0020 für IC	44
5.3	Optionales Zubehör	45
5.4	Gewährleistung und Konformität	46
5.4.1	Gewährleistung	46
5.4.2	EU-Konformitätserklärung	47
5.4.3	Zertifikat für Konformität und Systemvalidierung	48
5.5	Index	49

Verzeichnis der Abbildungen

<u>Abb. 1:</u>	Vorderseite des VA Detektors 791	2
<u>Abb. 2:</u>	Rückseite des VA Detektors 791	3
<u>Abb. 3:</u>	Einstellen der Netzspannung	9
<u>Abb. 4:</u>	Anschluss 656 – 791	10
<u>Abb. 5:</u>	Aufbau der ELCD-Zelle	12
<u>Abb. 6:</u>	Anschluss der ELCD-Zelle am IC-Detektorblock	13
<u>Abb. 7:</u>	Anschluss der ELCD-Zelle am VA Detektor 791	13
<u>Abb. 8:</u>	Wahl der Polarisationsspannung	17
<u>Abb. 9:</u>	Aufbau der Dummy Cell 6.2813.020	34

1 Einleitung

1.1 Gerätebeschreibung

Der **VA Detector 791** erlaubt den Einsatz der elektrochemischen/amperometrischen Detektion in der IC und HPLC, wobei je nach Anwendung verschiedene Arbeitselektroden zur Verfügung stehen. Er kann in Serie mit einem anderen Detektor (z.B. Leitfähigkeitsdetektor 732) oder aber als «Stand alone»-Detektor betrieben werden.

Die selbstentlüftende Messzelle arbeitet nach dem bewährten Wall-Jet-Prinzip mit Drei-Elektroden-Technik. Als Referenzelektrode wird ein Silber/Silberchlorid-System und als Hilfselektrode ein fester Goldstift eingesetzt. Als Arbeitselektroden haben sich vor allem die Kohlepaste-Elektrode sowie die Silberelektrode bewährt. Weitere Elektrodenmaterialien wie Glassy Carbon, Gold, Platin und imprägnierter Graphit stehen für spezielle Applikationen zur Verfügung.

Der VA Detector 791 ist in den beiden folgenden Versionen erhältlich:

- **2.791.0010 VA Detector für HPLC**
Die Messzelle ist im Elektrochemischen Detektor 656 eingebaut.
- **2.791.0020 VA Detector für IC**
Die Messzelle gehört zum Zubehör und wird im IC Separation Center 733 eingebaut.

1.2 Bedienungselemente

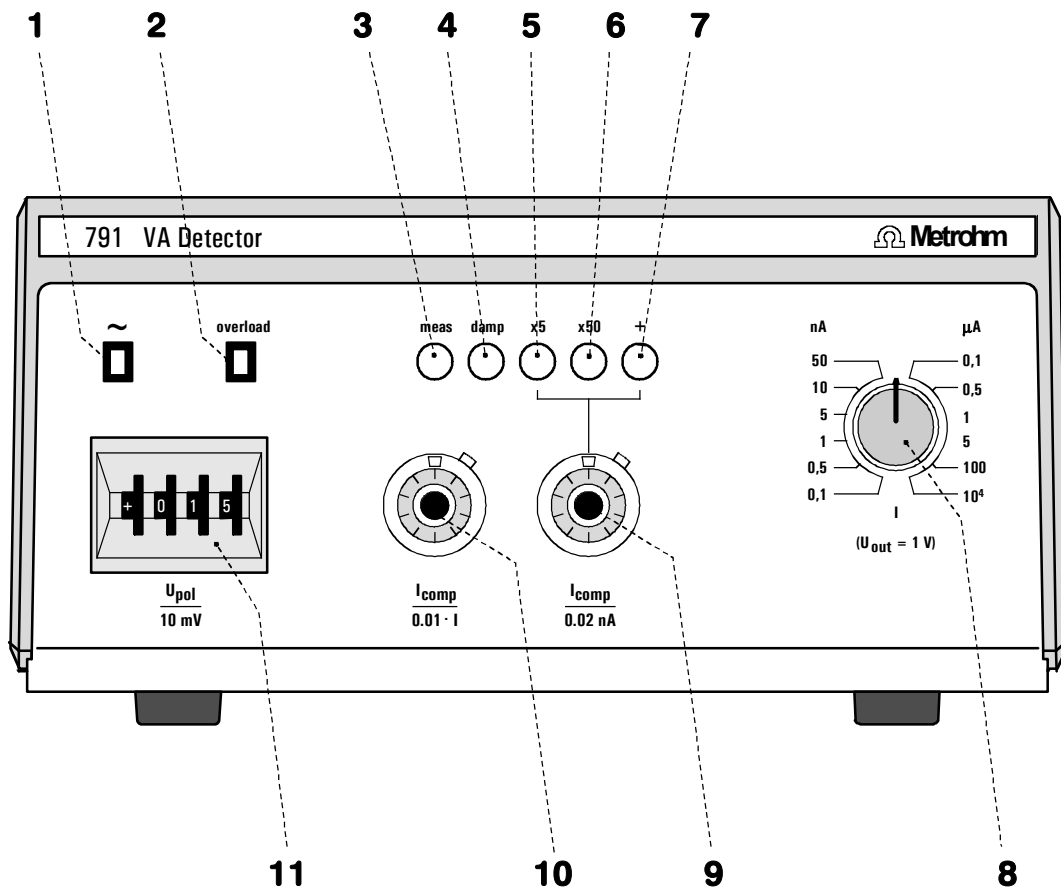


Abb. 1: Vorderseite des VA Detektors 791

1 Netzlampe Brennt bei eingeschaltetem Gerät	7 Umschaltknopf Umschaltung der Polarität von I_{comp}
2 Overload-Anzeige	8 Einstellknopf Einstellung der Empfindlichkeit der Strommessung
3 Umschaltknopf Umschaltung Stand-by/Measure	9 Potentiometer Einstellung des absoluten Kompensationsstroms I_{comp}
4 Umschaltknopf Ein-/Ausschalten der Dämpfung	10 Potentiometer Einstellung des relativen Kompensationsstroms I_{comp}
5 Umschaltknopf Ein-/Ausschalten der Multiplikation von I_{comp} um den Faktor 5	11 Zifferschalte Einstellung der Polarisationsspannung
6 Umschaltknopf Ein-/Ausschalten der Multiplikation von I_{comp} um den Faktor 50	

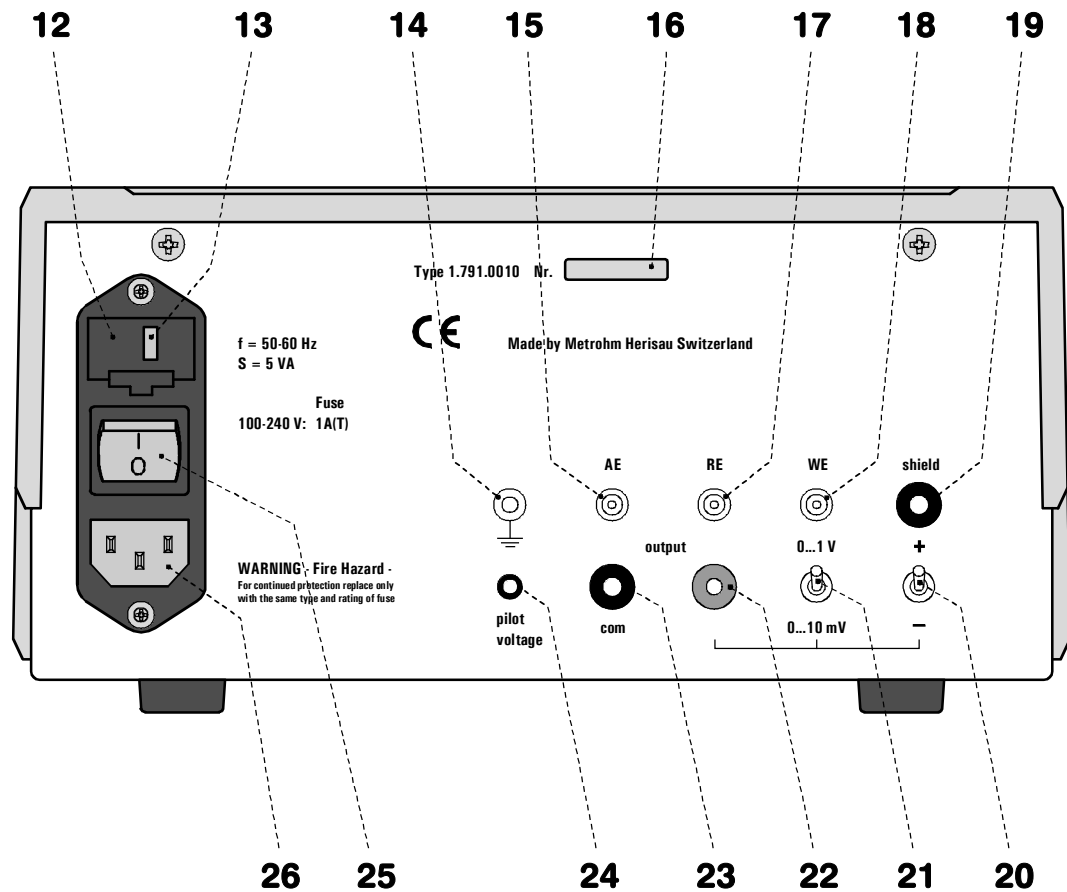


Abb. 2: Rückseite des VA Detektors 791

12	Sicherungshalter Auswechseln der Sicherungen siehe Kap. 2.2	20	Schalter Umschaltung der Polarität für Analogausgang
13	Spannungsanzeige	21	Schalter Umschaltung des Vollausschlagbereichs für Analogausgang
14	Erdungsbuchse	22	Analogausgang (live)
15	Anschluss AE Anschluss der Hilfselektrode	23	Analogausgang (common)
16	Fabrikationsnummer	24	Spannungseingang Eingang für externe Spannung zur Steuerung des Potentiostaten
17	Anschluss RE Anschluss der Bezugselektrode	25	Netzschalter Schalter zum Ein- und Ausschalten des Gerätes: I = ON 0 = OFF
18	Anschluss WE Anschluss der Arbeitselektrode	26	Netzanschlusstecker Netzanschluss siehe Kap. 2.2
19	Anschluss für Abschirmungen		

1.3 Angaben zur Gebrauchsanweisung



Lesen Sie bitte die vorliegende Gebrauchsanweisung sorgfältig durch, bevor Sie den VA Detector 791 in Betrieb nehmen. Die Gebrauchsanweisung enthält Informationen und Warnungen, welche vom Benutzer befolgt werden müssen, um den sicheren Betrieb des Gerätes zu gewährleisten.

1.3.1 Aufbau

Die vorliegende **Gebrauchsanweisung 8.791.1011** für den VA Detector 791 gibt einen umfassenden Überblick über Installation, Inbetriebnahme, Bedienung, Fehlerbehebung und technische Spezifikationen dieses Gerätes. Die Gebrauchsanweisung weist folgenden Aufbau auf:

- Kap. 1 Einleitung**
Allgemeine Gerätebeschreibung, Bedienungselemente, Sicherheitshinweise
- Kap. 2 Installation**
Montieren des Zubehörs, Anschluss am IC-System
- Kap. 3 Bedienung**
Elektroden, Funktionen der Bedienungselemente, Inbetriebnahme
- Kap. 4 Wartung – Störungen**
Wartungsarbeiten, Beheben von Störungen
- Kap. 5 Anhang**
Technische Daten, Lieferumfang, Optionen, Gewährleistung, Konformitätserklärungen, Index

Um die gewünschte Information über die Geräte zu finden, benutzen Sie mit Vorteil entweder das **Inhaltsverzeichnis** oder den am Schluss aufgeführten **Index**.

1.3.2 Notation und Piktogramme

In der vorliegenden Gebrauchsanweisung werden folgende Notationen und Piktogramme (Zeichen) verwendet:

15	Bedienungselement 791
	<p>Gefahr Dieses Zeichen weist auf eine mögliche Lebens- oder Verletzungsgefahr hin, falls die zugehörigen Hinweise nicht korrekt beachtet werden.</p>
	<p>Warnung Dieses Zeichen weist auf eine mögliche Beschädigung von Geräten oder Geräteteilen hin, falls die zugehörigen Hinweise nicht korrekt beachtet werden.</p>
	<p>Achtung Dieses Zeichen markiert wichtige Informationen. Lesen Sie zuerst die zugehörigen Hinweise, bevor Sie weiterfahren.</p>
	<p>Anmerkung Dieses Zeichen markiert zusätzliche Informationen und Ratschläge.</p>

1.4 Sicherheitshinweise

1.4.1 Elektrische Sicherheit

Die elektrische Sicherheit beim Umgang mit dem VA Detector 791 ist im Rahmen der Vorschriften IEC 1010-1 (Schutzklasse 1, Schutzgrad IP40) gewährleistet. Folgende Punkte sind aber zu beachten:

- **Netzanschluss**



Die Einstellung der **Netzspannung**, die Überprüfung der **Netzspannung** und der **Netzanschluss** muss gemäss den Vorschriften in Kap. 2.2 erfolgen.

- **Öffnen des VA Detectors 791**



Falls der VA Detector 791 am Netz angeschlossen ist, darf das Gerät weder geöffnet noch Teile davon abmontiert werden, da sonst die Gefahr besteht, mit unter Strom stehenden Bauteilen in Kontakt zu kommen. Trennen Sie das Gerät deshalb vor jedem Öffnen von allen Spannungsquellen und stellen Sie sicher, dass das **Netzkabel aus dem Netzanschlusstecker 26 ausgezogen ist!**

- **Schutz gegen statische Ladungen**



Elektronische Bauteile sind empfindlich gegenüber statischer Ladung und können durch Entladungen zerstört werden. Bevor Sie irgendwelche Bauteile innerhalb des VA Detectors 791 berühren, sollten Sie sich und Ihr Werkzeug durch Anfassen eines geerdeten Gegenstandes (z.B. Gehäuse des Gerätes oder Heizkörper) erden, um allfällig vorhandene statische Aufladung zu eliminieren.

1.4.2 Allgemeine Vorsichtsregeln

- **Umgang mit Lösungen**



Überprüfen Sie periodisch alle Zu- und Ableitungen auf allfällige Lecks. Beachten Sie die entsprechenden Vorschriften bezüglich Umgang mit entflammaren und/oder giftigen Lösungen und deren Entsorgung.

2 Installation

2.1 Aufstellen des Gerätes

2.1.1 Verpackung

Der VA Detector 791 wird zusammen mit dem gesondert verpackten Zubehör in einer sehr gut schützenden Spezialverpackung geliefert. Diese enthält stossabsorbierende Schaumstoffauskleidungen. Das Gerät selber ist in einem evakuierten Polyethylensack staubdicht eingepackt. Bewahren Sie alle diese Spezialverpackungen auf, denn nur sie gewährleisten einen schadlosen Transport des Gerätes.

2.1.2 Kontrolle

Kontrollieren Sie sofort nach Erhalt, ob die Sendung vollständig und ohne Schäden angekommen ist (mit Lieferschein und Zubehörliste in *Kap. 5.2* vergleichen). Im Falle von Transportschäden siehe Wegleitung in *Kap. 5.4.1* "Gewährleistung".

2.1.3 Aufstellungsort

Stellen Sie das Gerät an einem für die Bedienung günstigen, erschütterungsfreien Arbeitsplatz auf, geschützt vor korrosiver Atmosphäre und Verschmutzung durch Chemikalien.

2.1.4 Anordnung des Gerätes

Der VA Detector 791 kann auf den IC Detector 732 oder das IC Separation Center 733 gestellt werden.

2.2 Netzananschluss



Befolgen Sie die nachstehend aufgeführten Vorschriften zum Netzananschluss. Beim Betrieb des Gerätes mit falsch eingestellter Netzspannung und/oder falscher Netzsicherung besteht Brandgefahr!

2.2.1 Einstellen der Netzspannung

Überprüfen Sie vor dem erstmaligen Einschalten des VA Detectors 791, ob die am Gerät eingestellte Netzspannung (siehe *Abb. 3*) mit der vorhandenen Netzspannung übereinstimmt. Wenn dies nicht der Fall ist, müssen Sie die Netzspannung wie folgt umstellen:

1 Netzkabel ausziehen

Netzkabel aus Netzanschlussstecker **26** des VA Detectors 791 ausziehen.

2 Sicherungshalter entfernen

Mit Hilfe eines Schraubenziehers Sicherungshalter **12** lösen und ganz herausziehen.

3 Netzspannung umstellen

Spannungswähleinsatz **13** von Hand ganz herausziehen, um 180° drehen und wieder einsetzen. Die gewünschte Netzspannung (115 oder 230 V) muss jetzt vorne lesbar sein.

4 Sicherungen überprüfen

Die beiden Sicherungen aus dem Sicherungshalter **12** nehmen und ihre Spezifikationen überprüfen:

100...240 V 1 A (träge) Metrohm-Nr. U.600.0016

5 Sicherungen einsetzen

Beide Sicherungen falls nötig austauschen und wieder im Sicherungshalter **12** einsetzen.

6 Sicherungshalter einsetzen

Sicherungshalter **12** von Hand wieder in die Öffnung des VA Detectors 791 einschieben, bis er ganz einschnappt.

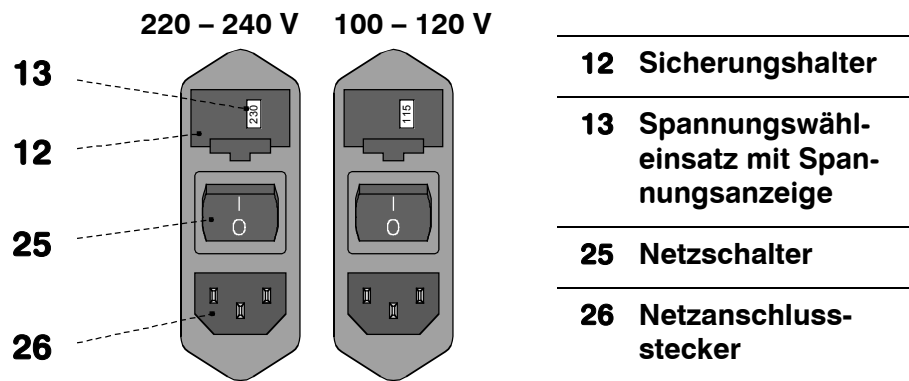


Abb. 3: Einstellen der Netzspannung

2.2.2 Sicherungen

Im Sicherungshalter **12** des VA Detectors 791 sind standardmässig zwei Sicherungen 1 A/träger für 100...240 V eingebaut.



Stellen Sie sicher, dass das Gerät niemals mit Sicherungen eines andern Typs in Betrieb genommen wird, sonst besteht Brandgefahr!

Zur Überprüfung oder zum Auswechseln von Sicherungen gehen Sie gemäss Kap. 2.2.1 vor.

2.2.3 Netzkabel und Netzanschluss

Netzkabel

Das wahlweise zum Gerät gelieferte Netzkabel

- 6.2122.020 mit Stecker SEV 12 (Schweiz, ...)
- 6.2122.040 mit Stecker CEE(7), VII (Deutschland, ...)
- 6.2133.070 mit Stecker NEMA 5-15 (USA, ...)

ist dreiadrig 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 (Schutzklasse 1).



Jede Unterbrechung der Erdung innerhalb oder ausserhalb des Gerätes kann dieses gefährlich machen!

Netzanschluss

Stecken Sie das Netzkabel in den Netzanschlussstecker **26** des VA Detectors 791 ein (siehe Abb. 3).

2.2.4 Ein-/Ausschalten des Gerätes

Der VA Detector 791 wird mit dem Netzschalter **25** ein- und ausgeschaltet. Nach dem Einschalten des Gerätes leuchtet die Netzlampe **1** auf.

2.3 Elektrochemischer Detektor 656

2.3.1 Installation und Inbetriebnahme

Das Einsetzen der Detektorzelle in das Abschirmgehäuse, das Einsetzen der Elektroden und die Inbetriebnahme des Elektrochemischen Detektors 656 (Bestellnummer 2.656.0020) sind in der zugehörigen Gebrauchsanweisung 656 beschrieben.

2.3.2 Anschluss am VA Detektor 791

Die in der Detektorzelle eingesetzten Elektroden werden gemäss *Abb. 4* je mit einem Elektrodenkabel 6.2120.020 am entsprechenden Anschluss des VA Detektors 791 angeschlossen. Zusätzlich werden noch die beiden Erdungsbuchsen mit dem Kabel 6.2106.020 verbunden.

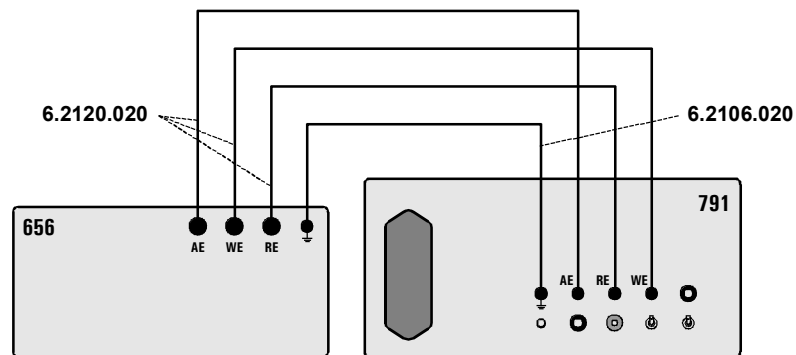


Abb. 4: Anschluss 656 – 791

2.4 ELCD-Zelle 6.5303.030 für IC

2.4.1 Montieren der ELCD-Zelle

Bei der mit dem VA Detektor 2.791.0020 mitgelieferten ELCD-Zelle 6.5303.030 müssen Bezugs- und Arbeitselektrode eingesetzt werden. Anschliessend wird die Zelle an dem im IC Separation Center 733 eingebauten Detektorblock festgeschraubt. Gehen Sie dazu wie folgt vor (siehe *Abb. 5* und *Abb. 6*):

1 Bezugselektrode einsetzen

Die mitgelieferte Bezugselektrode **39** (6.0727.000, Details siehe *Kap. 3.2.2*) ist bereits mit $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ gefüllt und mit einer Verschlusskappe geschützt. Sie wird wie folgt montiert (siehe *Abb. 5*):

- Verschlusskappe vom Elektrolytvorratsgefäss **41** der Bezugselektrode **39** abschrauben. Normalerweise bleibt dabei die PTFE-Dichtung **31** in der Verschlusskappe und kann dort belassen werden.
- Eine der mitgelieferten PTFE-Dichtungen **31** in die entsprechende Öffnung des Zellkörpers **32** einsetzen und Bezugselektrode **39** in dieser Öffnung einschrauben.

2 Arbeitselektrode einsetzen

Die Arbeitselektrode **28** gehört nicht zum Lieferumfang des VA Detektors 791 und muss separat bestellt werden. Details zu den Arbeitselektroden und Angaben zu deren Vorbehandlung (z.B. Polieren) finden Sie in *Kap. 3.2.1*. Eine Arbeitselektrode wird wie folgt montiert (siehe *Abb. 5*):

- Arbeitselektrode **28** in Schraubnippel **29** einsetzen.
- Eine der mitgelieferten PTFE-Dichtungen **31** von unten her genügend weit über die Arbeitselektrode schieben.
- Arbeitselektrode **28** von oben vorsichtig in die entsprechende Öffnung des Zellkörpers **32** einsetzen und bis zum deutlich wahrnehmbaren Anschlag hineindrücken.
- Schraubnippel **29** nach unten schieben und einschrauben.

3 ELCD-Zelle am Detektorblock anschliessen

Die ELCD-Zelle wird an dem im Innenraum des Separation Centers 733 montierten Detektorblock 1.733.0X10 festgeschraubt. Gehen Sie dazu wie folgt vor (siehe *Abb. 5* und *Abb. 6*):

- Zellkörper **32** mit Hilfe der beiden roten Rändelschrauben **43** am Detektorblock **42** anschrauben.
- Eine der mitgelieferten PTFE-Dichtungen **31** über den Schraubnippel **33** schieben und diesen in der entsprechenden Öffnung des Zellkörpers **32** einschrauben.
- Auf das Auslassende der am Detektorblock **42** fest angeschlossenen Auslasskapillare **37** einen Schraubnippel **36** und eine PTFE-Dichtung **35** aufsetzen.

- Auslasskapillare **37** mit aufgesetztem Schraubnippel **36** in Schraubnippel **33** einführen und Auslasskapillare **37** bis zum Anschlag hineindrücken.
- Schraubnippel **36** am Schraubnippel **33** festschrauben und damit Auslasskapillare **37** fixieren.

4 Ableitung

- Die bereits am Zellkörper **32** montierte Auslasskapillare **38** durch eine der Öffnungen an der Rückwand des IC Separation Centers 733 aus dem Innenraum herausziehen.
- Auslasskapillare **38** in einen genügend grossen Abfallbehälter führen und dort befestigen.

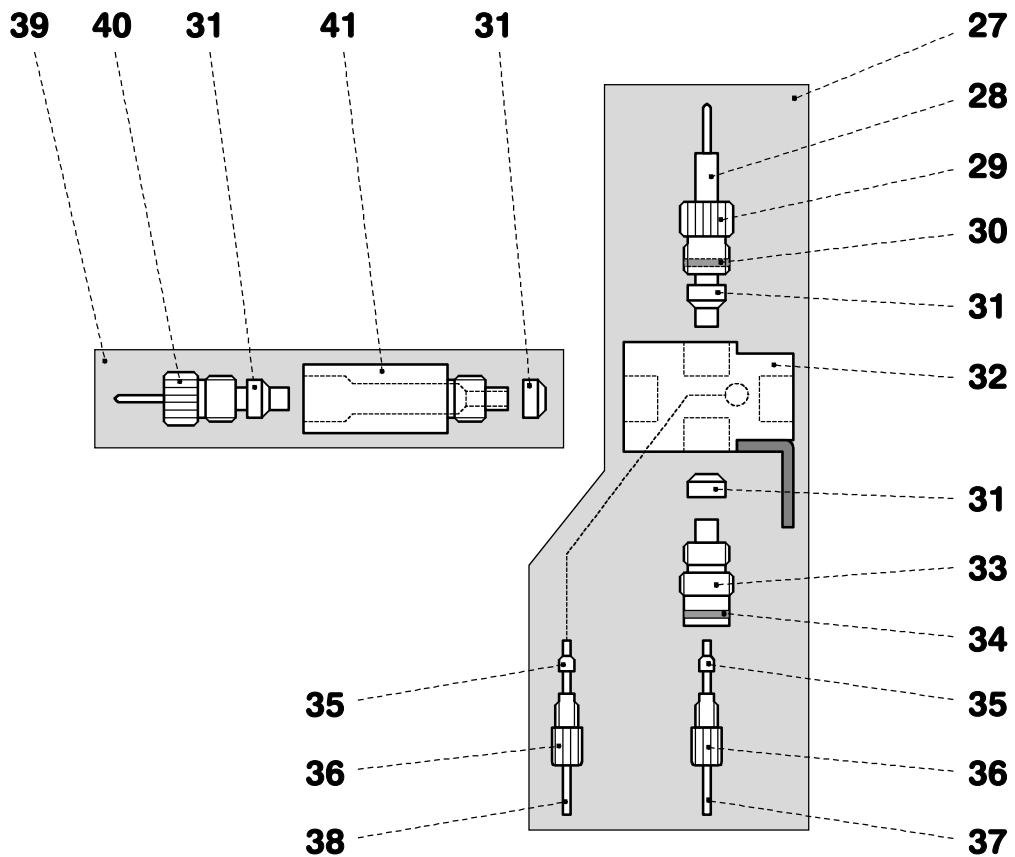


Abb. 5: Aufbau der ELCD-Zelle

27	ELCD-Zelle 6.5303.030	35	PTFE-Dichtung 6.2704.020
28	Arbeitselektrode	36	Schraubnippel 4.420.2580
29	Schraubnippel 6.2730.00	37	PEEK-Auslasskapillare vom Detektorblock 1.733.0X10
30	Dichtungsring E.301.0028	38	PTFE-Auslasskapillare 6.1803.000
31	PTFE-Dichtung 6.2704.010	39	Bezugselektrode 6.0727.000
32	Zellkörper	40	Ag/AgCl-Bezugssystem
33	Schraubnippel 6.2731.030	41	Elektrolytgefäss
34	Dichtungsring E.301.0004		

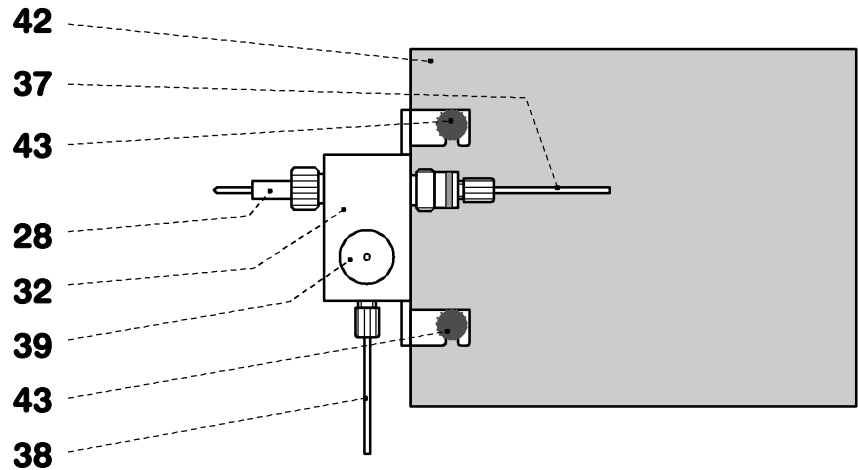


Abb. 6: Anschluss der ELCD-Zelle am IC-Detektorblock

28	Arbeitselektrode	39	Bezugselektrode 6.0727.000
32	Zellkörper	42	Detektorblock 1.733.0X10
37	PEEK-Auslasskapillare vom Detektorblock 1.733.0X10	43	Rändelschraube V.900.4006
38	PTFE-Auslasskapillare 6.1803.000		

2.4.2 Anschluss am VA Detektor 791

Die Elektroden der ELCD-Zelle werden gemäss *Abb. 7* je mit einem Elektrodenkabel 6.2120.020 am entsprechenden Anschluss des VA Detektors 791 angeschlossen. Der VA Detektor 791 muss dabei ausgeschaltet und in Stellung "stand-by" sein.

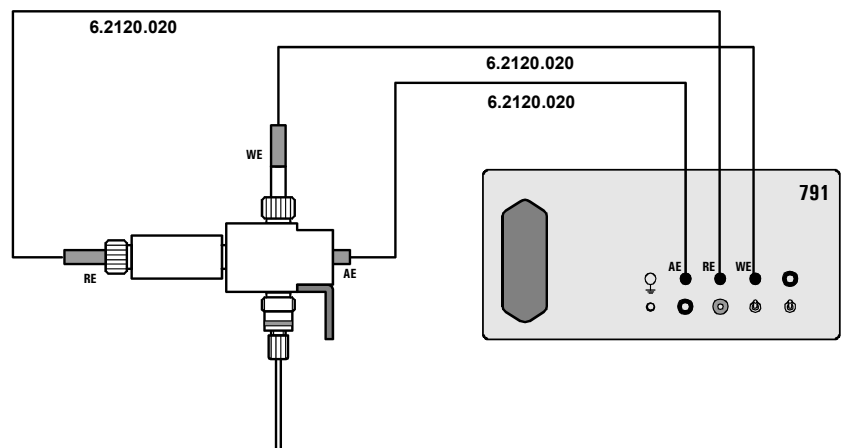


Abb. 7: Anschluss der ELCD-Zelle am VA Detektor 791

2.5 Anschluss am Analogausgang

Der VA Detektor 791 besitzt zwei Analogausgangsbuchsen **22** (live) und **23** (common) für den Anschluss eines Linienschreibers eines anderen Datenaufzeichnungsgerätes. Der Vollausschlagbereich für den Analogausgang (1 V oder 10 mV) kann mit dem Schalter **21** eingestellt werden, die Polarität kann mit dem Schalter **20** gewechselt werden (siehe Kap. 3.3).

Für den Anschluss von Schreibern mit Bananenanschlussbuchsen kann das Kabel 6.2115.010, für Datenaufzeichnungsgeräte mit Klemmbuchsen kann das Kabel 6.2115.060 verwendet werden

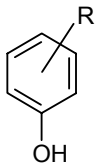
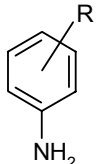
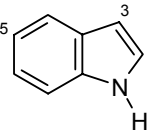
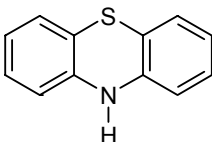
3 Bedienung

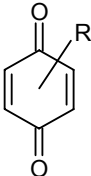
3.1 Elektrochemische Detektion

3.1.1 Bestimmbare Substanzklassen

Voraussetzung für die Anwendung der elektrochemischen Detektion ist, dass die zu bestimmenden Substanzen an der jeweils eingesetzten Arbeitselektrode elektrochemisch aktiv sind, d.h. sich leicht oxidieren oder reduzieren lassen. Der durch diesen Stoffumsatz bedingte elektrische Strom ist in einem weiten Bereich proportional zur Stoffkonzentration. Er wird mit dem VA Detektor 791 gemessen, verstärkt und als Funktion der Zeit in einem Chromatogramm aufgezeichnet.

Die folgende Tabelle zeigt eine Übersicht über Stoffklassen und Ionen, welche oxidativ oder reduktiv detektiert werden können. Angegeben ist die ungefähre Polarisierungsspannung beim Einsatz der Bezugs-elektrode $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{c}(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$, wobei diese stark von den verwendeten Arbeitselektroden und Eluenten abhängt (siehe Kap. 3.2). Die erzielbaren Nachweisgrenzen liegen dabei im untersten ppb-Bereich.

Strukturformel	Stoffklasse/Substanz	Polarisationsspannung
	Aromatische Hydroxiverbindungen Antioxidantien Catechole Flavone Halogenierte Phenole Hydroxibiphenyle Hydroxicumarine Methoxiphenole Östrogene Phenole Tocopherole	+800 ... +1200 mV + 800 mV + 1000 mV + 1200 mV + 800 mV + 1000 mV + 800 mV + 1000 mV + 1200 mV + 800 mV
	Aromatische Amine Aniline Benzidine Sulfonamide	+ 1000 mV + 600 mV + 1200 mV
	Indole Indolyl-3-Verbindungen 5-Hydroxi-Indole	+ 1000 mV + 800 mV
	Phenothiazine	+ 1000 mV

Strukturformel	Stoffklasse/Substanz	Polarisationsspannung
R-SH	Mercaptane	+ 800 mV
	Verschiedene Ascorbinsäure Carotine Purinderivate Vitamin A	+ 800 mV + 800 mV + 1000 mV + 1000 mV
	Chinone Vitamin K ₁	- 700 mV
R-NO ₂	Nitroverbindungen Nitrophenol Nitroglyzerin Isosorbitdinitrat	- 700 mV - 800 mV - 800 mV
R ⁻	Anorganische Anionen Nitrit Sulfid Thiosulfat Chlorit Bromid Iodid Cyanid Thiosulfat Thiocyanat	+ 1100 mV + 0 mV + 1100 mV + 1100 mV + 150 mV + 150 mV + 0 mV + 1100 mV + 1200 mV

3.1.2 Signalabhängigkeit

Die Empfindlichkeit bzw. die Höhe des Signals und des Grundstroms eines elektrochemischen Detektors sind von den folgenden Parametern abhängig:

- Polarisationsspannung
- Temperatur (ca. 1.5 %/°C)
- Durchflussgeschwindigkeit des Eluenten
- Oberfläche der Elektroden und Zellgeometrie
- Zusammensetzung des Eluenten
(pH-Wert, Art und Konzentration des Leitsalzes,
Art und Konzentration der organischen Komponenten, etc.)

Jede Änderung eines dieser Parameter hat eine entsprechende Änderung des Grundstromes und des Detektorsignals zur Folge. Dies bedeutet, dass bei jeder Parameteränderung eine gewisse Warte- und

Assimilierungszeit abgewartet werden muss, die im allgemeinen bei Strommessbereichen von grösser als 5 nA nur wenige Minuten beträgt. Besonders beachtet werden muss der Einfluss beim Eluenten- und Probelösungswechsel: Eluenten von "gleicher" Zusammensetzung ergeben in der Regel verschieden grosse Grundströme, da eben gewisse Parameter wie Ionenstärke oder pH-Wert doch nie exakt gleich sind.

3.1.3 Wahl der Polarisationsspannung

Aus den hydrodynamischen Strom-Spannungs-Kurven geht hervor, dass eine Substanz ab einer gewissen Spannung oxidiert bzw. reduziert wird. Dieser Spannungswert ist im allgemeinen wegen Hemmungen der Elektrodenreaktion grösser als aufgrund der Thermodynamik erwartet wird. Mit höheren Spannungswerten nimmt die Stromstärke zu bis zu einem Maximalwert, dem sogenannten Diffusionsgrenzstrom.

Bei einer Spannung U_2 werden im Beispiel von *Abb. 8* alle drei Substanzen mit maximaler Empfindlichkeit detektiert; bei der Spannung U_1 hingegen wird selektiv die Komponente a detektiert. Die gewählte Polarisationsspannung ist daher oft ein Kompromiss zwischen Empfindlichkeit und Selektivität.

Neben der Art der Analyten spielt bei der Wahl der Polarisationsspannung auch die Art und Beschaffenheit der Arbeitselektrode (siehe *Kap. 3.5*) sowie die Zusammensetzung des Eluenten eine Rolle. Die drei verschiedenen Kurven in *Abb. 8* könnten beispielsweise auch von einer einzigen Substanz, aufgenommen bei verschiedenen pH-Werten des Eluenten, stammen.

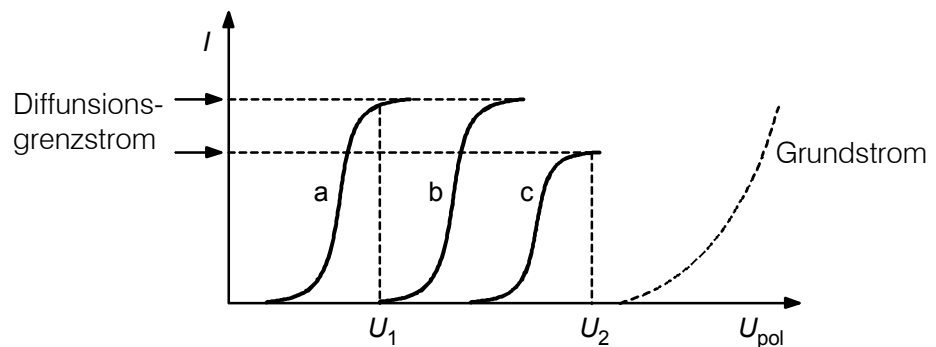


Abb. 8: Wahl der Polarisationsspannung

3.1.4 Vorgehen bei unbekanntem Substanzen

Soll eine Substanz mit unbekanntem elektrochemischem Verhalten detektiert werden, nimmt man ihre hydrodynamische Strom-Spannungs-Kurve wie folgt auf:

- System kurz schliessen, d.h. der Injektor direkt (ohne Trennsäule) an den elektrochemischen Detektor anschliessen

- Strommessbereich des VA Detektors 791 auf 100 ... 500 nA stellen
- Polarisationsspannung am VA Detektor 791 auf +1200 mV stellen
- Substanz injizieren (20 ... 100 ng)

Falls kein Signal beobachtet werden kann, wird der pH-Wert des Eluenten geändert (vielleicht kann die Substanz in ihrer protonierten bzw. deprotonierten Form leichter oxidiert werden). Im allgemeinen wird bei tieferen pH-Werten eine höhere Polarisationsspannung benötigt (ca. 50 ... 100 mV pro Einheit).

- 1. Versuch mit Eluent pH \approx 6
- 2. Versuch mit Eluent pH \approx 3

Wird immer noch kein Signal beobachtet, so ist die Substanz "inaktiv", d.h. ungeeignet für die elektrochemische Detektion.

Sobald jedoch ein Signal auftritt, wird der Wert der Polarisationsspannung schrittweise erniedrigt (z.B. in 100 mV-Schritten) und die hydrodynamische Strom-Spannungs-Kurve aufgenommen.

Für die Detektion wird die niedrigste Polarisationsspannung U_{pol} gewählt, bei der noch ein gutes Signal beobachtet werden kann.

3.1.5 Praktische Hinweise zur ELCD

Der elektrochemische Detektor kann grundsätzlich an alle HPLC- und IC-Systeme angeschlossen werden. Für ein erfolgreiches Arbeiten, besonders im Spurenbereich, müssen alle Teile wie Pumpe, Dämpfungssystem, Injektor, Trennsäule, Kapillaren, Kupplungen etc. in einwandfreiem Zustand sein. Bei der elektrochemischen Detektion können auch Störungen auftreten, die sich z.B. bei der UV- oder Leitfähigkeitsdetektion nicht bemerkbar machen. Es handelt sich dabei oft um Verunreinigungen aus dem Leitungssystem (z.B. Fe(II)-Ionen), Verunreinigungen aus der Trennsäule (z.B. organische Rückstände) oder um Druckschwankungen durch undichte Verbindungsteile.

Auf die folgenden Punkte sei noch besonders hingewiesen:

Sauberkeit

Es gelten die allgemeinen Anforderungen, die an Arbeiten in der Spurenanalytik gestellt werden. Jede Möglichkeit zur Korrosion von Stahlteilen ist zu vermeiden, da Fe(II)-Ionen stören können. Der Eluent sollte auch keine Komplexbildner enthalten.

Pulsation

Das Rauschen des Detektorsignals hängt von den Druckschwankungen in der Zelle und vom Rückdruck (max. 1 bar) ab, welcher durch die Länge der Auslasskapillare **38** (i.D. 0.3 mm) bestimmt wird. Der Einsatz eines Pulsationsdämpfers (z.B. Metrohm Pulsationsdämpfer 6.2620.150) zur Dämpfung solcher Pulsationen hat sich bewährt und ist auch bei Verwendung von Einkolbenpumpen ausreichend.

Eluent

Die meisten der in der HPLC und IC üblichen Lösungsmittel können zur Herstellung von Eluenten verwendet werden. Die zur Detektion notwendige Leitfähigkeit wird durch Zugabe eines Leitsalzes erreicht. Dabei genügen im allgemeinen Konzentrationen von 1...10 g/L, was eine Leitfähigkeit von ca. 1...10 mS/cm ergibt. Eingesetzt werden können dazu u.a. Sulfate, Nitrate, Phosphate, Essigsäure, Schwefelsäure, Perchlorsäure, Lithiumperchlorat. Chloride und Hydroxycarbonsäuren sollten nicht, ionenpaarbildende Reagenzien können zum Teil verwendet werden.

Lösungsmittelgradienten können in den weniger empfindlichen Bereichen gefahren werden (Strombereich > 100 nA). Der Eluent wird wie üblich am Vakuum oder durch Einleiten von Helium entgast.

Stationäre Phase

Grundsätzlich können alle Reversed-Phase- und Ionenaustauschermaterialien verwendet werden. Neue Säulen müssen gut und ausreichend lange gespült werden, um allfällige Verunreinigungen auszuwaschen. Diese "Einlaufphase" einer Säule kann in den empfindlichsten Bereichen mehr als 24 Stunden dauern.

Probelösung

Wenn immer möglich sollte der verwendete Eluent als Lösungsmittel für die Probe verwendet werden, um Störungen durch Milieuänderungen minimal zu halten (möglichst kleiner Frontpeak). Von der Aktivsubstanz sollten geringe Mengen verwendet werden, im allgemeinen < 100 ng.

3.2 Elektroden

3.2.1 Arbeitselektroden

Die Güte einer Arbeitselektrode (englisch: Working Electrode, WE) kann anhand folgender Kriterien beurteilt werden:

- **Grundstrom** (nach hinreichend langer Einlaufzeit):
er soll klein und konstant sein
- **Störpegel** (schnelles Rauschen, "Noise"):
er soll klein sein
- **Einstellverhalten:**
nach dem Einschalten sollen kleine Grundstromwerte schon nach kurzer Zeit erreicht werden

Es ist zu beachten, dass sowohl erhöhter Grundstrom wie erhöhtes Rauschen durchaus noch andere Ursachen haben können als bloss eine minderwertige Arbeitselektrode (z.B. wegen Verunreinigungen aus dem HPLC-System, wegen Störungen bei der Pulsationsdämpfung, etc.). Grundstrom und Rauschen nehmen im allgemeinen mit steigender Polarisationsspannung zu, und sie sind in Lösungsmittelgemischen grösser als in rein wässrigen Eluenten.

Glassy-Carbon-Elektrode

Bestellbezeichnung 6.0805.010

Sensormaterial Glassy Carbon, GC

Beständigkeit gut beständig in Acetonitril, Methanol, Wasser u.a.m.

Spannungsbereich (-800) ... 0 ... +1200 mV (pH < 7)

Regeneration

Wenig Al₂O₃-Pulver (0.3 µm) auf das Poliertuch streuen (Bestellbezeichnung beider Teile: 6.2802.000) und mit H₂O dest. anfeuchten. Die Glassy-Carbon-Elektrode senkrecht halten und unter leichtem Drücken durch Kreisbewegungen während 20...60 s polieren, mit dest. Wasser spülen und mit sauberem Tuch abwischen. Eine GC-Elektrode sollte unmittelbar vor dem Einsetzen in die Detektorzelle immer kurz poliert werden.

Ultra-Trace-Graphit-Elektrode

Bestellbezeichnungen 6.1204.100 Ultra-Trace-Graphit-Tip
+ 6.2103.110 Kontaktstift

Sensormaterial Graphit (drei mal grösserer Stoffumsatz als GC-Elektrode, muss nicht gestopft werden)

Beständigkeit gut beständig in Acetonitril, Methanol, Wasser u.a.m.

Spannungsbereich -800 ... 0 ... +1200 mV (pH < 7)

Regeneration

Mit Trimmwerkzeug 6.2827.000 (siehe Elektrodenbeiblatt).

Kohlenpaste-Elektrode

<i>Bestellbezeichnung</i>	6.0807.000
<i>Sensormaterial</i>	Kohlepaste, d.h. Gemenge aus Kohlepulver (Spektralqualität) und Paraffin (englisch: Carbon Paste, CP)
<i>Beständigkeit</i>	gut beständig in wässrigen Lösungen; bedingt beständig in Wasser-/Acetonitril- sowie Wasser-/Methanol-Mischungen
<i>Spannungsbereich</i>	(-200) ... 0 ... +1200 mV (pH < 7)

Regeneration

Die CP-Sensorfläche ist gegen mechanische Beschädigungen und gegen chemische Angriffe empfindlicher als die GCE, sie kann aber leicht wieder erneuert werden. Oft genügt es die Elektroden-Spitzenfläche mit der CP auf einem gewöhnlichen Papier mit glatter Oberfläche kurz hin und her zu bewegen (polieren), oder es wird die oberste Schicht erneuert (siehe unten) und anschliessend poliert.

Füllen

Die alte Kohlepaste wird mit einer geeigneten Spitze sorgfältig aus dem etwa 2.5 mm tiefen Loch herausgekratzt. Der am Boden des Loches eingelassene Platindraht darf nicht beschädigt werden. Die neue Paste 6.2801.020 wird mit einem kleinen Spatel portionenweise eingefüllt und mit dem Stopfwerkzeug 6.2826.000 gut hineingedrückt; die Vertiefung wird bis über den Rand hinaus aufgefüllt. Die vorstehende Kohlepaste wird anschliessend auf einem Papier mit geschlossener, glatter und harter Oberfläche abgerieben: die unter leichtem Druck durchgeführten Kreisbewegungen polieren gleichzeitig die Pastenoberfläche, die am Schluss glatt und glänzend erscheinen muss. Die Randzone, d.h. der Übergang von der Kohlepaste zum Kunststoff des Schaftes muss einwandfrei und ohne Risse sein.

Metall-Elektroden

<i>Bestellbezeichnungen</i>	6.1204.120 Platin-Tip 6.1204.130 Silber-Tip 6.1204.140 Gold-Tip + 6.2103.110 Kontaktstift
<i>Beständigkeit</i>	gut beständig in Acetonitril, Methanol, Wasser u.a.m.
<i>Spannungsbereich</i>	Pt: (-1200) ... 0 ... +200 mV (pH < 7) Ag: (-800) ... 0 ... +400 mV (pH > 7) Au: (-400) ... 0 ... +1200 mV (pH < 7)

Regeneration

Wenig Al₂O₃-Pulver (0.3 µm) auf das Poliertuch streuen (Bestellbezeichnung beider Teile: 6.2802.000) und mit H₂O dest. anfeuchten. Die Metallelektrode senkrecht halten und unter leichtem Drücken durch Kreisbewegungen während 20...60 s polieren, mit dest. Wasser spülen und mit sauberem Tuch abwischen. Eine Metallelektrode sollte unmittelbar vor dem Einsetzen in die Detektorzelle immer kurz poliert werden.

Amalgamierte Elektrode

Amalgamierte Elektroden werden selbst hergestellt:

<i>Grundmaterial</i>	Gold-Elektrodentyp 6.1204.140
<i>Herstellung</i>	Auf die Stirnseite einige Tropfen Quecksilber geben und einige Minuten stehen lassen. Überschüssiges Hg gut abklopfen und Elektrode mit dest. Wasser spülen.
<i>Beständigkeit</i>	gut beständig in Acetonitril, Methanol, Wasser
<i>Spannungsbereich</i>	-1200 ... 0 mV
<i>Regeneration</i>	Polieren mit Alox und neu amalgamieren

3.2.2 Bezugselektrode

Die Bezugselektrode 6.0727.000 (englisch Reference Electrode, RE) basiert auf dem System $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{c}(\text{KCl}) = 3 \text{ mol /L}$ (siehe Abb. 5). Das Elektrolytgefäß **41** ist nachfüllbar. Die KCl-Elektrolytlösung muss je nach Arbeitsbedingungen alle 1...2 Monate erneuert werden.

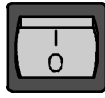
Bestellbezeichnung für KCl-Lösungen: 6.2308.020 (250 mL)
6.2313.000 (1 L)

3.2.3 Hilfsselektrode

Als stromaufnehmende dritte Elektrode – als Hilfsselektrode (englisch: Auxiliary Electrode, AE) – ist ein Goldstift fest in die Detektorzelle eingebaut.

3.3 Funktionen der Bedienungselemente

Netzschalter



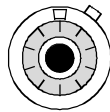
Der VA Detektor 791 wird mit dem Netzschalter **25** auf der Rückseite des Gerätes ein- und ausgeschaltet (siehe Abb. 2):

- I **Gerät eingeschaltet**
- 0 **Gerät ausgeschaltet**



Nach dem Einschalten des Gerätes zeigt das Aufleuchten der Netzlampe **1** die Betriebsbereitschaft an.

Relativer Kompensationsstrom

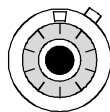


$$\frac{I_{comp}}{0.01 \cdot I}$$

Der relative Kompensationsstrom $I_{comp\ rel.}$ wird mit dem Potentiometer **10** eingestellt (siehe Abb. 1). Der Wert ist auf den am Einstellknopf **8** eingestellten Strom I bezogen.

- Einstellbereich** -500 (rot) ... $+500$ (weiss) $\times 0.01 \cdot I$
- Auflösung** $0.01 \cdot I$ pro Skalenteil

Absoluter Kompensationsstrom



$$\frac{I_{comp}}{0.02\ nA}$$

Der absolute Kompensationsstrom $I_{comp\ abs.}$ wird mit dem Potentiometer **9** eingestellt (siehe Abb. 1). Der Wert ist nicht auf den am Einstellknopf **8** eingestellten Strom I bezogen.

- Einstellbereich**
 - direkt $0 \dots 1000 \times 0.02\ nA = 20\ nA$
 - mit Umschaltknopf **5** $5 \times 20\ nA = 100\ nA$
 - mit Umschaltknopf **6** $50 \times 20\ nA = 1000\ nA$
- Auflösung**
 - direkt $0.02\ nA$ pro Skalenteil
 - mit Umschaltknopf **5** $0.10\ nA$ pro Skalenteil
 - mit Umschaltknopf **6** $1.00\ nA$ pro Skalenteil

Die Polarität des absoluten Kompensationsstroms wird separat mit dem Umschaltknopf **7** eingestellt.

Umschaltung Stand-by/Measure



Die Umschaltung erfolgt mit dem Umschaltknopf **3** (siehe Abb. 1).

- Knopf gedrückt**
Measure-Stellung, d.h. die Messzelle ist zugeschaltet.
- Knopf nicht gedrückt**
Stand-by-Stellung, d.h. die Messzelle ist weggeschaltet.



Dämpfung

Die Umschaltung erfolgt mit dem Umschaltknopf **4** (siehe *Abb. 1*).

Knopf gedrückt

Signaldämpfung eingeschaltet, wirksam auf allen eingestellten Strommessbereichen **8** zur Unterdrückung eventueller Störsignale.

Knopf nicht gedrückt

Keine Signaldämpfung (mit Ausnahme des empfindlichsten Strommessbereichs von 0.1 nA, bei dem immer eine gewisse Signaldämpfung wirkt).



Multiplikation von $I_{\text{comp abs.}}$ um den Faktor 5

Die Umschaltung erfolgt mit dem Umschaltknopf **5** (siehe *Abb. 1*).

Knopf gedrückt

Multiplikation des absoluten Kompensationsstroms um den Faktor 5.

Knopf nicht gedrückt

Keine Multiplikation des absoluten Kompensationsstroms.



Multiplikation von $I_{\text{comp abs.}}$ um den Faktor 50

Die Umschaltung erfolgt mit dem Umschaltknopf **6** (siehe *Abb. 1*).

Knopf gedrückt

Multiplikation des absoluten Kompensationsstroms um den Faktor 50.

Knopf nicht gedrückt

Keine Multiplikation des absoluten Kompensationsstroms.



Polarität von $I_{\text{comp abs.}}$

Die Umschaltung erfolgt mit dem Umschaltknopf **7** (siehe *Abb. 1*).

Knopf gedrückt

Alle am Potentiometer **9** eingestellten Stromwerte haben positives Vorzeichen.

Knopf nicht gedrückt

Alle am Potentiometer **9** eingestellten Stromwerte haben negatives Vorzeichen.

Overload-Anzeige

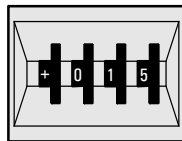


Bei überlasteter Strommess-Elektronik leuchtet die rote Kontroll-lampe **2** (siehe Abb. 1).

Abhilfe

Anderen, weniger empfindlichen Strommessbereich mit Schalter **8** wählen oder Strom mit Potentiometer **9** und/oder **10** kompensieren (weitere Massnahmen siehe Kap. 4.3).

Polarisationsspannung



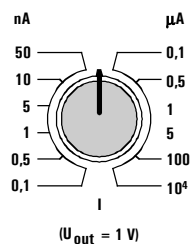
U_{pol}
10 mV

Die Detektionsspannung U_{pol} wird mit dem Zifferschalter **11** eingestellt (siehe Abb. 1).

Einstellbereich -1990 ... 0 ... +1990 mV

Auflösung 10 mV

Strommess-Empfindlichkeit



Die Empfindlichkeit der Strommessung wird mit dem Einstellknopf **8** eingestellt (siehe Abb. 1). Der eingestellte Bereich gilt für den Vollausschlag des Analogsignals an den Buchsen **22** und **23** (1 V oder 10 mV je nach Stellung des Schalters **21**).

Einstellbereiche 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 50 nA
 0.1, 0.5, 1, 5, 100, 10'000 μA

Polarität des Analogausgangs



Die Polarität (+ oder -) des Analogausgangssignals wird mit dem Schalter **20** eingestellt (siehe Abb. 2).

Vollausschlag des Analogausgangs



Der Vollausschlag (1 V oder 10 mV) des Analogausgangssignals wird mit dem Schalter **21** eingestellt (siehe Abb. 2).

3.4 Inbetriebnahme

3.4.1 Vorbereitung der ELCD-Zelle

Die ELCD-Zelle muss vor dem Füllen korrekt an das HPLC- bzw. IC-System angeschlossen werden (siehe *Kap. 2.3* bzw. *Kap. 2.4*). Gehen Sie anschliessend wie folgt vor:

1 Bezugselektrode füllen (nur bei Bedarf)

Die Bezugselektrode **39** (6.0727.000) wird in gefülltem Zustand ausgeliefert. Die KCl-Elektrolytlösung muss aber alle 1 bis 2 Monate ausgewechselt werden. Gehen sie in diesem Fall wie folgt vor:

- Ag/AgCl-Bezugssystem **40** aus dem Elektrolytgefäss **41** herausschrauben (siehe *Abb. 5*).
- Elektrolytgefäss **41** randvoll mit $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ füllen.
- Ag/AgCl-Bezugssystem **40** wieder auf Elektrolytgefäss **41** aufschrauben. Darauf achten, dass sich keine Luftblasen im Elektrolytgefäss befinden (Kontrolle: Bezugselektrode gegen Licht halten).

2 Bezugselektrode anschliessen

- Bezugselektrode **39** im Zellkörper **32** einsetzen (siehe *Abb. 5*).
- Bezugselektrode **39** mit Kabel 6.2120.020 am Anschluss **17** des VA Detektors 791 anschliessen (siehe *Abb. 7*).

3 Hilfselektrode anschliessen

- Hilfselektrode im Zellkörper **32** mit Kabel 6.2120.020 am Anschluss **15 "AE"** des VA Detektors 791 anschliessen (siehe *Abb. 7*).

4 Arbeitselektrode vorbereiten

- Arbeitselektrode **28** gemäss *Kap. 3.2.1* vorbereiten und polieren.
- Arbeitselektrode **28** im Zellkörper **32** einsetzen (siehe *Abb. 5*).
- Arbeitselektrode **28** vorläufig noch nicht am VA Detektor 791 anschliessen.

5 Pumpe starten

- Förderantrieb der HPLC- bzw. IC-Pumpe einschalten.

3.4.2 Nullabgleich und Einlaufphase

Vor der ersten Messung muss die Einlaufphase der Arbeitselektrode abgewartet und der Linienschreiber bzw. das Datenaufzeichnungsgerät auf Null abgeglichen werden. Gehen Sie dazu folgendermassen vor:

1 Einstellungen mit Linienschreiber

Falls Sie zur Aufzeichnung des Analogsignals einen Linienschreiber verwenden, gehen Sie wie folgt vor (die Arbeitselektrode darf dazu nicht am VA Detektor 791 angeschlossen sein):

- VA Detektor 791 einschalten.
- Umschaltknopf **3** am VA Detektor 791 auf "**Stand-by**" stellen.
- Mit dem Schalter **20** die gewünschte Polarität (+ oder -), mit dem Schalter **21** den gewünschten Spannungsbereich (**1 V** oder **10 mV**) für den Analogausgang am VA Detektor 791 einschalten.
- Potentiometer **9** am VA Detektor 791 auf **0** einstellen.
- Strommessempfindlichkeit am VA Detektor 791 mit dem Einstellknopf **8** auf **0.5 μ A** einstellen.
- Schreiber einschalten.
- Spannungsbereich am Schreiber je nach Einstellung am VA Detektor 791 auf **1 V** oder **10 mV** einstellen.
- Schreibstift mit dem Potentiometer **10** am VA Detektor 791 auf den Nullpunkt des Schreibers abgleichen.

2 Einstellungen mit Datenaufzeichnungsprogramm

Falls Sie zur Aufzeichnung des Analogsignals ein PC-Aufzeichnungs- und Auswerteprogramm verwenden, gehen Sie wie folgt vor (die Arbeitselektrode darf dazu nicht am VA Detektor 791 angeschlossen sein):

- VA Detektor 791 einschalten.
- Umschaltknopf **3** am VA Detektor 791 auf "**Stand-by**" stellen.
- Mit dem Schalter **20** die gewünschte Polarität (+ oder -), mit dem Schalter **21** den gewünschten Spannungsbereich (**1 V** oder **10 mV**) für den Analogausgang am VA Detektor 791 einschalten.
- Potentiometer **9** und **10** am VA Detektor 791 auf **0** einstellen.
- Strommessempfindlichkeit am VA Detektor 791 mit dem Einstellknopf **8** auf **0.5 μ A** einstellen.
- Datenaufzeichnungsprogramm am PC einschalten und Datenaufzeichnung starten.
- Falls erwünscht, mit dem Potentiometer **10** am VA Detektor 791 Nullpunkt einstellen (mV-Anzeige auf dem PC auf 0 bringen).

3 Overload-Test

Für diesen Test darf die Arbeitselektrode nicht am VA Detektor 791 angeschlossen sein:

- Polarisationsspannung am VA Detektor 791 mit dem Ziffernschalter **11** auf den gewünschten Wert für die nachfolgenden Bestimmungen einstellen.
- Umschaltknopf **3** am VA Detektor 791 auf "**meas**" stellen. Danach sollte die Overload-Anzeige **2** kurz aufleuchten und dann wieder löschen.
- Falls die Overload-Anzeige **2** längere Zeit aufleuchtet, deutet dies auf einen fehlerhaften elektrischen Kontakt hin zwischen Bezugs- und Hilfselektrode hin. Beseitigen Sie die Ursachen (z.B. Luft im System oder in der Bezugselektrode, verstopftes Diaphragma, fehlerhafte Kabelverbindung) und wiederholen Sie den Test.
- Ist der Overload-Test ok., Umschaltknopf **3** am VA Detektor 791 wieder auf "**Stand-by**" stellen.

4 Einlauf der Arbeitselektrode

- Arbeitselektrode **28** mit dem Kabel 6.2120.020 am Anschluss **18** des VA Detektors 791 anschliessen.
- Umschaltknopf **3** am VA Detektor 791 auf "**meas**" stellen.
- Einlaufkurve beobachten: Die Kurve sollte relativ schnell (innerhalb 10...20 min) deutlich abflachen, ansonsten muss die Arbeitselektrode neu poliert bzw. gefüllt werden.
- Bei Strommessbereichen > 5 nA wird meist innerhalb einer Stunde ein konstanter Grundstromwert erreicht. Bei höherer Empfindlichkeit sollte die Arbeitselektrode über Nacht eingelaufen lassen werden.

5 Nullabgleich des Grundstroms (nur für Schreiber)

- Strommessempfindlichkeit am VA Detektor 791 mit dem Einstellknopf **8** auf den gewünschten Wert einstellen.
- Mit dem Potentiometer **9** am VA Detektor 791 den Grundstrom auf den Nullpunkt des Schreibers abgleichen. Reicht der Einstellbereich des Potentiometers **9** dazu nicht aus, kann dieser Bereich mit den Umschaltknöpfen **5** ($\times 5$) oder **6** ($\times 50$) erweitert werden.

3.4.3 Messvorgang

Bedingung für die Durchführung von Bestimmungen ist, dass die Arbeitselektrode einen stabilen Grundstromwert erreicht hat (siehe Kap. 3.4.2). Solange der Grundstromwert nach der Bestimmung wieder erreicht wird, können beliebig viele Bestimmungen durchgeführt werden. Beachten Sie dabei folgende Punkte:

1 Bestimmung durchführen

- Probelösung in das HPLC- bzw. IC-System injizieren.
- Stromverlauf aufzeichnen und auswerten.

2 ELCD-System über Nacht laufen lassen

- Soll das ELCD-System am nächsten Tag wieder benutzt werden, so sollte der VA Detektor 791 über Nacht nicht ausgeschaltet werden. Die Arbeitselektrode bleibt so ständig an der Polarisationsspannung und ist schnell wieder für neue Messungen bereit.
- Die HPLC- bzw. IC-Pumpe wird über Nacht auf minimalen Fluss gestellt. Der Grundstrom stabilisiert sich so nach wenigen Minuten.

3 ELCD-System ausschalten

- Umschaltknopf **3** am VA Detektor 791 auf "**Stand-by**" stellen.
- Arbeitselektrode **28** ausstecken.
- VA Detektor 791 ausschalten.

4 Wartung – Störungen

4.1 Wartung und Unterhalt

Pflege

Der VA Detektor 791 bedarf einer angemessenen Pflege. Eine übermäßige Verschmutzung des Gerätes führt unter Umständen zu Funktionsstörungen und verkürzter Lebensdauer der an und für sich robusten Mechanik und Elektronik.

Verschüttungen von Chemikalien und Lösungsmitteln sollten unverzüglich behoben werden. Vor allem sollten die Steckeranschlüsse auf der Geräterückseite (insbesondere der Netzstecker) vor Kontaminationen bewahrt werden.



Obwohl dies durch konstruktive Massnahmen weitgehend verhindert wird, sollte bei Eindringen von aggressiven Medien in das Innere der Geräte unverzüglich der Netzstecker am VA Detektor 791 ausgezogen werden, um eine massive Schädigung der Geräteelektronik zu verhindern. Bei derartigen Schadenfällen ist der Metrohm-Service zu benachrichtigen.



Das Gerät darf nicht von ungeschultem Personal geöffnet werden. Beachten Sie bitte die Sicherheitshinweise in Kap. 1.4.1.

Wartung durch Metrohm-Service

Die Wartung des VA Detektors 791 erfolgt am besten im Rahmen eines jährlichen Services, der vom Fachpersonal der Firma Metrohm ausgeführt wird. Wenn häufig mit ätzenden und korrosiven Chemikalien gearbeitet wird, kann sich auch ein kürzeres Wartungsintervall aufdrängen.


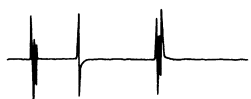
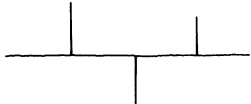
Die Metrohm-Serviceabteilung bietet jederzeit fachliche Beratung zu Wartung und Unterhalt aller Metrohm-Geräte.

4.2 Stilllegung

Wird die ELCD-Zelle für längere Zeit stillgelegt, so muss das ganze HPLC- bzw. IC-System (ohne Säule und Suppressor) mit Methanol/Wasser (1:4) **salzfrei gespült** werden, um ein Auskristallisieren von Eluentensalzen mit entsprechenden Folgeschäden zu vermeiden.

4.3 Störungen und deren Behebung

Störung	Ursache	Behebung
Kein Signal	<ul style="list-style-type: none"> • Der VA Detektor befindet sich in der Funktion "Stand-by". • Der VA Detektor ist ausgeschaltet oder gar nicht am Netz angeschlossen. • Das Aufzeichnungsgerät ist ausgeschaltet oder gar nicht am Netz angeschlossen. • Das Aufzeichnungsgerät ist nicht am VA Detektor angeschlossen. • Die Elektroden sind nicht angeschlossen. • Die Verbindungskabel sind defekt. 	<ul style="list-style-type: none"> • Am VA Detektor den Knopf "meas" drücken. • VA Detektor anschliessen und einschalten. • Aufzeichnungsgerät am Netz anschliessen und einschalten. • Aufzeichnungsgerät am VA Detektor anschliessen. • Elektroden anschliessen. • Neue Verbindungskabel verwenden.
Anzeige "overload" am VA Detektor	<ul style="list-style-type: none"> • Der eingestellte Strommessbereich wird wegen allzu hoher Stoffkonzentration überschritten. • Der VA Detektor ist falsch oder gar nicht abgeglichen. • Die Bezugsselektrode ist nicht angeschlossen. • Die Hilfselektrode ist nicht angeschlossen. • Die Polarisationsspannung ist falsch eingestellt. 	<ul style="list-style-type: none"> • Warten oder am VA Detektor einen höheren Strommessbereich einstellen. • Aufzeichnungsgerät und VA Detektor korrekt abgleichen. • Bezugsselektrode anschliessen. • Hilfselektrode anschliessen. • Polarisationsspannung richtig einstellen.
Zu hoher Grundstrom	<ul style="list-style-type: none"> • Die Polarisationsspannung ist zu hoch. • Der Eluent ist verunreinigt. • Die mobile Phase ist z.B. durch Fe(II)-Ionen aus korrodierten Stahlteilen verunreinigt (Spuren!). 	<ul style="list-style-type: none"> • Die Polarisationsspannung soll im allgemeinen nicht über 1200 mV eingestellt werden. • Der Eluent muss neu zubereitet werden, dabei dürfen nur reinste Chemikalien verwendet werden. • Gesamtes HPLC- bzw. IC-System auf Korrosion kontrollieren und betroffene Teile ersetzen.
Unstabile Grundlinie 	<ul style="list-style-type: none"> • Stark retardierte oder angereicherte Komponenten aus der Trennsäule. • Störende Druckschwankungen wegen undichten Verbindungen, verstopften Filtern oder Kapillaren, Pumpenstörungen. • Die mobile Phase ist z.B. durch Fe(II)-Ionen aus korrodierten Stahlteilen verunreinigt (Spuren!). • Defekte Bezugsselektrode. 	<ul style="list-style-type: none"> • Säule mit Eluent gut spülen oder regenerieren, ev. neue Säule einsetzen. • HPLC- bzw. IC-System kontrollieren und betroffene Teile ersetzen. • HPLC- bzw. IC-System auf Korrosion kontrollieren und betroffene Teile ersetzen. • Bezugsselektrode auswechseln.

Störung	Ursache	Behebung
Hoher Störpegel (schnelles Rauschen, "Noise") 	<ul style="list-style-type: none"> • Ungenügende Pulsationsdämpfung. • Die elektrostatische Abschirmung ist nicht in Ordnung. • Zu hoher Grundstrom. • Der Auslassschlauch zur Eluenten-Wegführung wird elektrostatisch beeinflusst. • Defekte Arbeitselektrode. • Defekter VA Detektor 791. 	<ul style="list-style-type: none"> • Pulsationsdämpfer verwenden. • Abschirmung kontrollieren, ev. Stahlsäule und/oder deren Anschluss mit einem Kabel an der Erdungsbuchse 14 des VA Detektors anschliessen. • siehe oben • Den Auslassschlauch in die verbrauchte Lösung im Gefäss eintauchen, ev. Schlauch ersetzen. • Arbeitselektrode ersetzen. • VA Detektor 791 mit Dummy Cell kontrollieren (siehe Kap. 4.1.4)
Spikes in der Grundlinie 	<ul style="list-style-type: none"> • Luft in der Detektorzelle. • Luft tritt in die Detektorzelle ein. • Bei Kohlepastenelektroden: Die Kohlepaste ist nicht in Ordnung. 	<ul style="list-style-type: none"> • Arbeitselektrode herausschrauben und die Detektorzelle entlüften. • Den Eluenten entgasen oder entsprechend behandeln. • Kohlepasteelektrode neu füllen, die Paste gut stopfen.
Einzelne Spikes in der Grundlinie 	<ul style="list-style-type: none"> • Elektrische Entladung von elektrostatisch aufgeladenen Personen auf die Apparatur. • Netzstörungen. • Elektromagnetische Störungen aus der Umgebung. 	<ul style="list-style-type: none"> • Diese Entladungen lassen sich nicht vollständig vermeiden, treten aber bei normaler, nicht allzu tiefer Luftfeuchtigkeit kaum auf. • Alle Geräte über ein Netzfilter, z.B. Metrohm-Netzfilter 615, an das Netz anschliessen. • "Umgebung" wechseln.
Kleiner oder überhaupt kein Stoffumsatz	<ul style="list-style-type: none"> • Die Polarisationsspannung ist zu niedrig. • Die aktive Fläche der Arbeitselektrode ist durch Substanzen abgedeckt. 	<ul style="list-style-type: none"> • Polarisationsspannung erhöhen. • Arbeitselektrode polieren bzw. CP-Elektrode neu füllen.
Der Stoffumsatz nimmt ab	<ul style="list-style-type: none"> • Die aktive Fläche der Arbeitselektrode wird bedeckt. • Die Substanzmengen sind zu gross. 	<ul style="list-style-type: none"> • Arbeitselektrode polieren bzw. CP-Elektrode neu füllen. • Die Probemenge sollte weniger als 100 ng pro Injektion sein, denn bei diesen geringen Mengen sind störende Bedeckungen unwahrscheinlich.
Grosser Frontpeak	<ul style="list-style-type: none"> • Milieuänderung durch die Probelösung. • Die mobile Phase ist z.B. durch Fe(II)-Ionen aus korrodierten Stahlteilen verunreinigt (Spuren!). 	<ul style="list-style-type: none"> • Als Lösungsmittel für die Probe sollte, wenn immer möglich, Eluent verwendet werden. • HPLC- bzw. IC-System auf Korrosion kontrollieren und betroffene Teile ersetzen.

4.4 Gerätetest mit der Dummy Cell

Die richtige Funktionsweise des VA Detektors 791 kann mit der mitgelieferten Dummy Cell 6.2813.020 überprüft werden. Mit dieser stark vereinfachten elektrischen Nachbildung einer Detektorzelle können einige einfache Kontrollen durchgeführt werden.

Abb. 9 zeigt den Aufbau der Dummy Cell. Die Kontrollen, wie sie im folgenden beschrieben sind, können mit dem angeschlossenen Aufzeichnungsgerät (Linienschreiber, Integrator, PC-Datenaufzeichnungsprogramm) oder, für präzise Messungen, mit einem Spannungsmessgerät, das an den Analogausgangsbuchsen **22** und **23** angeschlossen wird, ausgeführt werden. Die Dummy Cell wird anstelle der Elektroden an die entsprechenden Kabel angeschlossen. Jeder Test kann separat ausgeführt werden. Die Einstellung der jeweils nicht erwähnten Bedienelemente ist dabei gleichgültig.

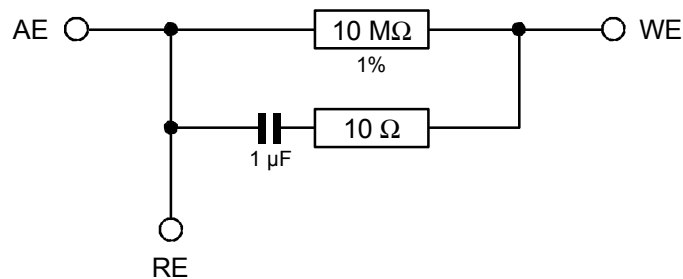
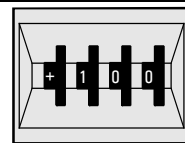


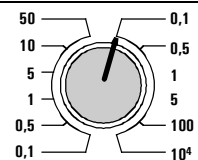
Abb. 9: Aufbau der Dummy Cell 6.2813.020

4.4.1 Kontrolle der Schalter "meas" und "damp" und des Stromverstärkeroffsets

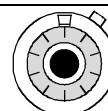
- 1** Zifferschalter **11** U_{pol} auf **+1000 mV** einstellen.





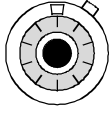



- 2** Einstellknopf **8** auf **0.1 μA** einstellen.



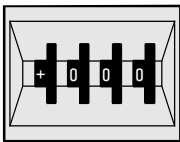
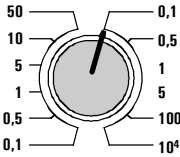
- 3** Potentiometer **9** I_{comp} abs. auf **0** einstellen.




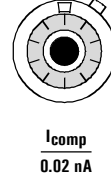
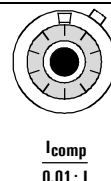
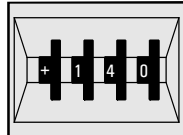
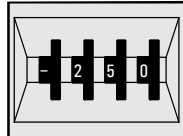


I_{comp}
0.02 nA

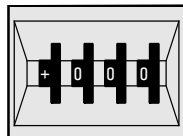
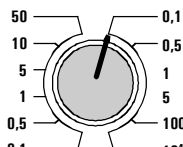
- | | | |
|-----------|---|--|
| 4 | Alle Druckschalter 3 ... 7 in " Aus "-Stellung bringen (d.h. nicht eingedrückte Stellung). | +

- |
| 5 | Schalter 20 auf der Rückwand auf + einstellen. | 0...1 V

0...10 mV |
| 6 | Schalter 21 auf der Rückwand auf 0...10 mV einstellen. | 
$\frac{I_{comp}}{0.01 \cdot I}$ |
| 7 | Mit dem Potentiometer 10 I_{comp} <i>rel.</i> das Aufzeichnungsgerät oder Voltmeter auf 0 abgleichen. Der angezeigte Wert auf der Knopfskala soll dabei nicht mehr als 120 Skalateilstriche von 0 abweichen. | meas
 |
| 8 | Umschaltknopf 3 "meas" drücken: Das Aufzeichnungsgerät oder Voltmeter sollte -10 mV anzeigen. | damp
 |
| 9 | Umschaltknopf 4 "damp" drücken und abwarten, bis sich Aufzeichnungsgerät bzw. Voltmeter eingestellt haben. | meas
 |
| 10 | Umschaltknopf 3 "meas" in "Aus"-Stellung bringen: Die zu messende Zeitkonstante τ , d.h. die Zeit bis zum Erreichen von 63.2% des Vollausschlages, sollte etwa 3 s betragen (wobei das τ des Aufzeichnungsgerätes oder Voltmeters zu berücksichtigen ist). | |




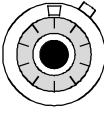
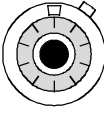
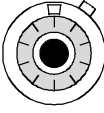
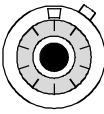

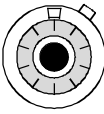
4.4.2 Kontrolle der Ausgangsspannung

- | | | |
|----------|---|---|
| 1 | Zifferschalter 11 U_{pol} auf 0 mV einstellen. |  |
| 2 | Einstellknopf 8 auf 0.1 μA einstellen. |  |
| 3 | Druckschalter 4 ... 7 in " Aus "-Stellung bringen (d.h. nicht eingedrückte Stellung). | |

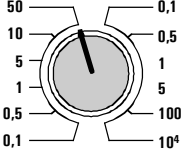


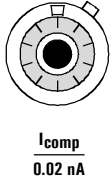
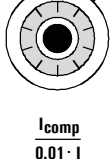

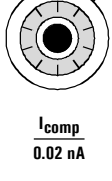
- | | |
|---|---|
| <p>4 Schalter 20 auf der Rückwand auf - einstellen.</p> |  |
| <p>5 Schalter 21 auf der Rückwand auf 0...1 V einstellen.</p> |  |
| <p>6 Aufzeichnungsgerät auf Empfindlichkeit 1000 mV einstellen.</p> | |
| <p>7 Umschaltknopf 3 "meas" in "Ein"-Stellung bringen (d.h. eingedrückte Stellung).</p> |  |
| <p>8 Potentiometer 9 I_{comp} <i>abs.</i> auf 0 einstellen.</p> |  |
| <p>9 Mit dem Potentiometer 10 I_{comp} <i>rel.</i> das Aufzeichnungsgerät oder Voltmeter auf 0 abgleichen.</p> |  |
| <p>10 Zifferschalter 11 U_{pol} in Schritten von 100 mV und 10 mV verändern: Die eingestellten Spannungen müssen auch vom Aufzeichnungsgerät bzw. Voltmeter angezeigt werden (Toleranz <12.5 mV bzw. <1.25 mV).</p> |  |
| <p>11 Zifferschalter 11 U_{pol} auf - umschalten und negative Werte in Schritten von 100 mV und 10 mV verändern: Die eingestellten Spannungen müssen auch vom Aufzeichnungsgerät bzw. Voltmeter angezeigt werden (Toleranz <12.5 mV bzw. <1.25 mV).</p> |  |

4.4.3 Kontrolle der Stromkompensation

- | | |
|---|---|
| <p>1 Zifferschalter 11 U_{pol} auf 0 mV einstellen.</p> |  |
| <p>2 Einstellknopf 8 auf 0.1 μA einstellen.</p> |  |

3	Schalter 20 auf der Rückwand auf - einstellen.	
4	Schalter 21 auf der Rückwand auf 0...1 V einstellen.	
5	Umschaltknopf 3 "meas" in " Ein "-Stellung bringen (d.h. eingedrückte Stellung).	
6	Potentiometer 9 I_{comp} <i>abs.</i> auf 0 einstellen.	 $\frac{I_{comp}}{0.02 \text{ nA}}$
7	Mit dem Potentiometer 10 I_{comp} <i>rel.</i> das Aufzeichnungsgerät oder Voltmeter auf 0 abgleichen.	 $\frac{I_{comp}}{0.01 \cdot I}$
8	Wird jetzt das Potentiometer 10 I_{comp} <i>rel.</i> um 100 Teilstriche (= 1 Umdrehung) im Gegenuhrzeigersinn verstellt, dann sollte das am Aufzeichnungsgerät bzw. Voltmeter 1000 mV entsprechen.	 $\frac{I_{comp}}{0.01 \cdot I}$
9	Wird jetzt das Potentiometer 9 I_{comp} <i>abs.</i> um 100 Teilstriche (= 1 Umdrehung) im Uhrzeigersinn verstellt, dann sollte das am Aufzeichnungsgerät bzw. Voltmeter folgenden Werten entsprechen: <div style="margin-left: 40px;"> direkt: +20 mV x5-Knopf 5 eingedrückt: +100 mV x50-Knopf 6 eingedrückt: +1000 mV </div>	 $\frac{I_{comp}}{0.02 \text{ nA}}$
10	Umschaltknopf 7 (+) in " Ein "-Stellung bringen (d.h. eingedrückte Stellung).	
11	Funktion des Potentiometers 10 I_{comp} <i>rel.</i> sinngemäss nach Punkt 7...9 überprüfen.	 $\frac{I_{comp}}{0.01 \cdot I}$

4.4.4 Überprüfung des Strom- und Spannungsoverloads

- | | |
|---|---|
| <p>1 Zifferschalter 11 U_{pol} auf +10 mV oder -10 mV einstellen.</p> |  |
| <p>2 Einstellknopf 8 auf 50 nA einstellen.</p> |  |
| <p>3 Schalter 20 auf der Rückwand auf - einstellen.</p> |  |
| <p>4 Schalter 21 auf der Rückwand auf 0...1 V einstellen.</p> |  |
| <p>5 Potentiometer 9 I_{comp} <i>abs.</i> auf 0 einstellen.</p> |  |
| <p>6 Alle Druckschalter 3 ... 7 in "Aus"-Stellung bringen (d.h. nicht eingedrückte Stellung).</p> | |
| <p>7 Mit dem Potentiometer 10 I_{comp} <i>rel.</i> das Aufzeichnungsgerät oder Voltmeter auf 0 abgleichen.</p> |  |
| <p>8 Umschaltknopf 6 "x50" in "Ein"-Stellung bringen (d.h. eingedrückte Stellung).</p> |  |
| <p>9 Potentiometer 9 I_{comp} <i>abs.</i> im Uhrzeigersinn drehen, bis die Overload-Anzeige 2 aufleuchtet: Die Spannung am Analogausgang beträgt dabei ca. 10.5...12 V. Falls kein Voltmeter zur Verfügung steht, kann am Potentiometer 9 der Skalenwert abgelesen werden: Der Wert muss zwischen 500 und 620 Skalenteilstrichen liegen.</p> |  |
| <p>10 Potentiometer 9 I_{comp} <i>abs.</i> wieder auf 0 einstellen: Die Overload-Anzeige 2 löscht.</p> |  |

11 Umschaltknopf **3** "meas" in "**Ein**"-Stellung bringen (d.h. eingedrückte Stellung).

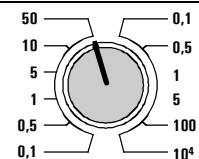


12 Dummy-Cell-Anschluss "AE" ausziehen: Die Overload-Anzeige **2** leuchtet sofort auf.

4.4.5 Überprüfung des Empfindlichkeitsschalters 8

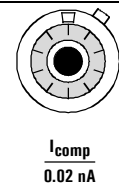
1 Dummy Cell ausstecken.

2 Einstellknopf **8** auf **50 nA** einstellen.



3 Alle Druckschalter **3 ... 7** in "**Aus**"-Stellung bringen (d.h. nicht eingedrückte Stellung).

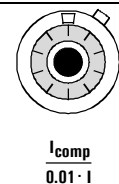
4 Potentiometer **9** I_{comp} *abs.* auf **0** einstellen.



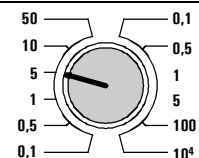
5 Schalter **21** auf der Rückwand auf **0...1 V** einstellen.



6 Mit dem Potentiometer **10** I_{comp} *rel.* das Aufzeichnungsgerät oder Voltmeter auf **0** abgleichen (Linienschreiber vorab auf Skalenmitte stellen).



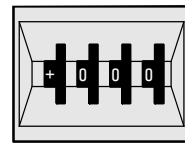
7 Einstellknopf **8** auf alle Stellungen umschalten und (nach ca. 5 s Einpegelzeit) die Abweichung vom Nullpunkt überprüfen. Sie soll $< \pm 1$ V sein.



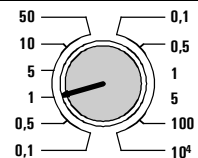
4.4.6 Überprüfung des Rauschens der Stromverstärker

1 Dummy Cell wieder einstecken.

2 Zifferschalter **11** U_{pol} auf **0 V** einstellen.



3 Einstellknopf **8** auf **1 nA** einstellen.



4 Umschaltknopf **3** "meas" in "**Ein**"-Stellung bringen (d.h. eingedrückte Stellung).



5 Alle übrigen Druckschalter **4 ... 7** in "**Aus**"-Stellung bringen (d.h. nicht eingedrückte Stellung).

6 Schalter **21** auf der Rückwand auf **0...1 V** einstellen.



7 Aufzeichnungsgerät längere Zeit aufzeichnen lassen (Linienschreiber vorab auf Skalenmitte stellen). Typische Ausschläge aufgrund des Rauschens sind in der Grössenordnung von 10 mVpp oder kleiner (das Gehäuse 656 muss dabei geerdet sein).

5 Anhang

5.1 Technische Daten

Messgerät

<i>Messtechnik</i>	Gleichstrom-Amperometrie
<i>Polarisationsspannung U_{pol}</i>	Bereich: -1990 ... 0 ... +1990 mV Auflösung: 10 mV Abweichung: $\pm 1 \% \pm 1 \text{ mV}$
<i>Strommessung</i>	Messung: direkt, nicht integrierend Empfindlichkeit: 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 50 nA 0.1, 0.5, 1, 5, 100, 10'000 μA Abweichung: $\pm 15 \%$ für 0.1 nA ... 5 nA $\pm 1.5 \%$ für 10 nA ... 0.1 μA $\pm 1.0 \%$ für 0.5 ... 100 μA $\pm 4.0 \%$ für 10'000 μA Zeitkonstanten: $\approx 5.0 \text{ s}$ für $< 0.1 \text{ nA}$ $\approx 0.6 \text{ s}$ für 0.1 ... 0.5 nA $\approx 0.3 \text{ s}$ für 0.5 ... 1 nA $\approx 0.1 \text{ s}$ für 1 ... 5 nA
<i>Dämpfung</i>	zuschaltbar Zeitkonstante: 1.7 s
<i>Kompensationsstrom I_{comp}</i>	
<i>absolut</i>	Grundbereich: -20 ... 0 ... +20 nA Auflösung: 0.02 nA Multiplikation: 5 \times , 50 \times
<i>relativ</i>	Bereich: -5.00 ... 0 ... +5.00 $\cdot I$ Auflösung: 0.01 $\cdot I$
<i>Potentiostat</i>	Eingangsimpedanz: $10^{12} \Omega$ (typ. Wert) Eingangsstrom: $< 5 \text{ pA}$ (typ. Wert) Nullpunktdrift: 20 $\mu\text{V/K}$ (typ. Wert) Ausgangsspannung: $\pm 10 \text{ V}$ Ausgangsstrom: $\leq 10 \text{ mA}$

Analogausgang

<i>Signal</i>	$U = f(I)$ 1 V bzw. 10 mV Gleichspannung für vollen Strommessbereich I
<i>Polarität</i>	umschaltbar
<i>Belastbarkeit</i>	$< 5 \text{ mA}$
<i>Eingangswiderstand am angeschlossenen Gerät</i>	$> 2 \text{ k}\Omega$

Netzanschluss

<i>Spannung</i>	115 V: 100...120 V \pm 10 % 230 V: 220...240 V \pm 10 % Umschaltung mit Spannungswähleinsatz im Sicherungshalter (siehe Kap. 2.2.1)
<i>Frequenz</i>	50...60 Hz
<i>Leistungsaufnahme</i>	5 VA
<i>Sicherung</i>	5 mm \varnothing , 20 mm lang 100...240 V: 1 A (träge)

Sicherheitsspezifikation

<i>Konstruktion / Prüfung</i>	gemäss IEC 1010 / EN 61010 / UL 3101-1, Schutzklasse 1, Schutzgrad IP40
<i>Sicherheitshinweise</i>	Die Gebrauchsanweisung enthält Informationen und Warnungen, die vom Benutzer befolgt werden müssen, um den sicheren Betrieb des Gerätes zu gewährleisten.

Elektromagnetische Verträglichkeit (EMV)

<i>Störaussendung</i>	Erfüllte Normen: EN55011 (Klasse B), EN55022 (Klasse B), EN 50081-1/2
<i>Störfestigkeit</i>	Erfüllte Normen: IEC801-2/IEC1000-4-2 (Klasse 3), IEC801-4/ IEC1000-4-4 (Klasse 3), IEC1000-3/EN61000-3, IEC1000-4-11/EN61000-4-11

Umgebungstemperatur

<i>Nomineller Funktionsbereich</i>	+5...+40°C (bei 20...80 % Luftfeuchtigkeit)
<i>Lagerung, Transport</i>	-40...+70°C

Gehäuse

<i>Material Deckel</i>	Polyurethan-Hartschaum (PUR) mit Flammschutz für Brandklasse UL94VO, FCKW-frei
<i>Material Boden</i>	Stahl lackiert

Abmessungen

<i>Breite</i>	260 mm
<i>Höhe</i>	129 mm
<i>Tiefe</i>	366 mm
<i>Gewicht</i>	3.6 kg (mit Zubehör)

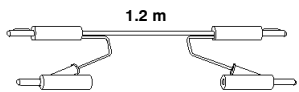
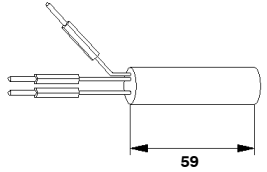
5.2 Lieferumfang



Änderungen vorbehalten !
Alle Masse sind in mm angegeben.

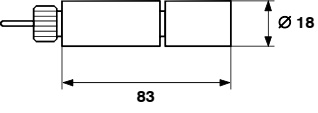
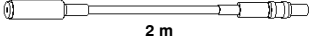
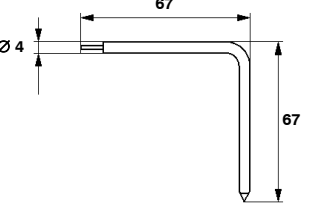
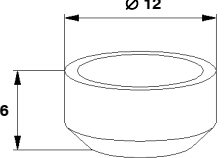
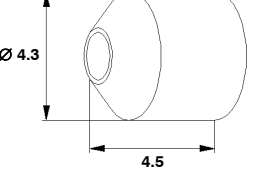
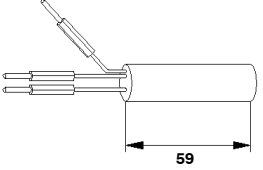
5.2.1 VA Detektor 2.791.0010 für HPLC

Der VA Detektor 2.791.0010 umfasst folgende Zubehörteile:

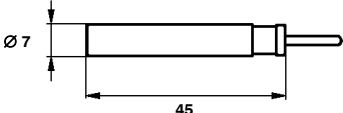
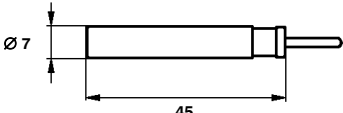
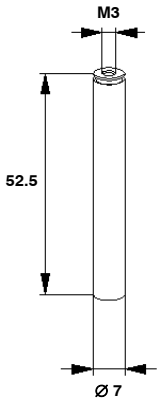
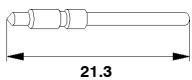
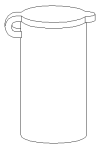
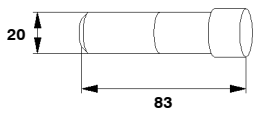
Anzahl	Best.-Nr.	Beschreibung												
1	6.2105.030	Kabel Verbindungskabel VA Detektor 791 (Analogausgang) – Schreiber 												
1	6.2122.0X0	Netzkabel nach Kundenangabe: <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="border: none;"><u>Kabelsteckdose</u></td> <td style="border: none;"><u>Kabelstecker</u></td> <td style="border: none;"></td> </tr> <tr> <td style="border: none;">Typ IEC 320/C 13</td> <td style="border: none;">Typ SEV 12 (CH...)</td> <td style="border: none; text-align: right;">6.2122.020</td> </tr> <tr> <td style="border: none;">Typ IEC 320/C 13</td> <td style="border: none;">Typ CEE (7), VII (D...)</td> <td style="border: none; text-align: right;">6.2122.040</td> </tr> <tr> <td style="border: none;">Typ CEE (22), V</td> <td style="border: none;">Typ NEMA 5-15 (USA...)</td> <td style="border: none; text-align: right;">6.2122.070</td> </tr> </table>	<u>Kabelsteckdose</u>	<u>Kabelstecker</u>		Typ IEC 320/C 13	Typ SEV 12 (CH...)	6.2122.020	Typ IEC 320/C 13	Typ CEE (7), VII (D...)	6.2122.040	Typ CEE (22), V	Typ NEMA 5-15 (USA...)	6.2122.070
<u>Kabelsteckdose</u>	<u>Kabelstecker</u>													
Typ IEC 320/C 13	Typ SEV 12 (CH...)	6.2122.020												
Typ IEC 320/C 13	Typ CEE (7), VII (D...)	6.2122.040												
Typ CEE (22), V	Typ NEMA 5-15 (USA...)	6.2122.070												
1	6.2813.020	Dummy Cell Elektrische Nachbildung der ELCD-Zelle zu Simulations- und Kontrollzwecken 												
1	8.791.1011	Gebrauchsanweisung (deutsch) zum VA Detektor 791												

5.2.2 VA Detektor 2.791.0020 für IC

Der VA Detektor 2.791.0020 umfasst folgende Zubehörteile:

Anzahl	Best.-Nr.	Beschreibung	
1	6.0727.000	Bezugselektrode Mini-Bezugselektrode für ELCD-Zelle mit Bezugssystem $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{c}(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$; inkl. Verschlusskappe	
3	6.2120.020	Elektrodenkabel Elektrodenkabel mit Mini-Buchse für Anschlussstift 2 mm und Mini-Stecker Typ F	
1	6.2122.0X0	Netzkabel nach Kundenangabe: Kabelsteckdose <u>Kabelstecker</u> Typ IEC 320/C 13 Typ SEV 12 (CH...)6.2122.020 Typ IEC 320/C 13 Typ CEE (7), VII (D...)6.2122.040 Typ CEE (22), V Typ NEMA 5-15 (USA...).....6.2122.070	
1	6.2617.000	Werkzeug für PTFE-Dichtungen Zum Entfernen der PTFE-Dichtungen 6.2704.010 und 6.2704.020	
4	6.2704.010	PTFE-Dichtung Dichtung für Bezugselektrode, Arbeitselektrode und Eluenteneinlass	
3	6.2704.020	PTFE-Dichtung Dichtung für Eluenteneinlass	
1	6.2813.020	Dummy Cell Elektrische Nachbildung der ELCD-Zelle zu Simulations- und Kontrollzwecken	
1	6.5303.030	ELCD-Zelle	
1	8.791.1011	Gebrauchsanweisung (deutsch) zum VA Detektor 791	

5.3 Optionales Zubehör

Best.-Nr.	Beschreibung																
6.0805.010	Mini-Glassy-Carbon-Elektrode Durchmesser der aktiven Zone: 2.8 mm.																
6.0807.000	Mini-Kohlenpaste-Elektrode Durchmesser der aktiven Zone: 3 mm.																
6.1204.XXX	Elektrodentip für Arbeitselektrode Ergibt mit Kontaktstift 6.2103.110 zusammen die Arbeitselektrode. Folgende Elektrodentips sind verfügbar: <table border="0" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left;"><i>Bestell-Nr.</i></th> <th style="text-align: left;"><i>Scheiben-Material</i></th> <th style="text-align: left;"><i>Schaft-Material</i></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>6.1204.100</td> <td>Ultra Trace Graphit</td> <td>PVC</td> </tr> <tr> <td>6.1204.120</td> <td>Pt</td> <td>PEEK</td> </tr> <tr> <td>6.1204.130</td> <td>Ag</td> <td>PEEK</td> </tr> <tr> <td>6.1204.140</td> <td>Au</td> <td>PEEK</td> </tr> </tbody> </table> Scheibendurchmesser: 2.0 +0 / -0.05 mm	<i>Bestell-Nr.</i>	<i>Scheiben-Material</i>	<i>Schaft-Material</i>	6.1204.100	Ultra Trace Graphit	PVC	6.1204.120	Pt	PEEK	6.1204.130	Ag	PEEK	6.1204.140	Au	PEEK	
<i>Bestell-Nr.</i>	<i>Scheiben-Material</i>	<i>Schaft-Material</i>															
6.1204.100	Ultra Trace Graphit	PVC															
6.1204.120	Pt	PEEK															
6.1204.130	Ag	PEEK															
6.1204.140	Au	PEEK															
6.2103.110	Kontaktstift Ergibt mit Elektrodentip 6.1204.1X0 zusammen die Arbeitselektrode.																
6.2801.020	Kohlenpaste Kohlenpaste zu Mini-Kohlenpaste-Elektrode 6.0807.000																
6.2826.000	Stopfwerkzeug Stopfwerkzeug zu Mini-Kohlenpaste-Elektrode 6.0807.000																

5.4 Gewährleistung und Konformität

5.4.1 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 dieser 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 die Firma Metrohm eine Gewährleistungspflicht ab.

5.4.2 EU-Konformitätserklärung



EU-Konformitätserklärung

Die Firma Metrohm AG, Herisau, Schweiz bescheinigt hiermit, dass das Gerät:

791 VA Detector

den Anforderungen der EG-Richtlinien 89/336/EWG und 73/23/EWG entspricht.

Erfüllte Spezifikationen:

- | | |
|--------------|---|
| EN 50081-1/2 | Elektromagnetische Verträglichkeit,
Fachgrundnorm Störaussendung |
| EN 61010 | Sicherheitsanforderungen für elektrische
Labor-Mess- und Regelausrüstungen |

Beschreibung des Geräts:



Hochempfindliches Strommessgerät für die elektrochemische Detektion in der HPLC und IC.

Herisau, 11. September 1998

Dr. J. Frank
Leiter Entwicklung

Ch. Buchmann
Leiter Produktion und
Beauftragter Qualitätssicherung

5.4.3 Zertifikat für Konformität und Systemvalidierung

Zertifikat für Konformität und Systemvalidierung	
Die Firma Metrohm AG bescheinigt hiermit die Konformität der Pump Unit 752 zu den Standard-Spezifikationen für elektrische Geräte und Zubehör, sowie zu den Standard-Spezifikationen für Sicherheit und Systemvalidierung der Herstellerfirma.	
Name des Gerätes:	791 VA Detector
Hersteller:	Metrohm AG, Herisau, Schweiz
Technische Spezifikation:	Spannungen: 100...120, 220...240 V Frequenz: 50...60 Hz
Dieses Metrohm-Gerät hat die Typen-Endprüfung folgender Normen erfüllt:	
IEC801-2/IEC1000-4-2 (Klasse 3), IEC801-4/IEC1000-4-4 (Klasse 3), IEC1000-3/EN 61000-3, IEC1000-4-11/EN 61000-4-11, EN55011 (Klasse B), EN55022, (Klasse B), EN50081-1/2	
— <i>Elektromagnetische Verträglichkeit</i>	
IEC1010, EN61010, UL3101-1	
— <i>Sicherheits-Spezifikationen</i>	
Die technischen Spezifikationen sind in dieser Gebrauchsanweisung dokumentiert.	
Die Firma Metrohm AG ist Inhaber des SQS-Zertifikats ISO 9001 für Qualitätssicherung in Planung/Entwicklung, Produktion, Installation und Unterhalt.	
Herisau, 11. September 1998	
 	
Dr. J. Frank	Ch. Buchmann
Leiter Entwicklung	Leiter Produktion und Beauftragter Qualitätssicherung

5.5 Index

A

Abfallbehälter	12
Abmessungen	42
Absoluter Kompensationsstrom	23
Achtung	5
Allgemeine Vorsichtsregeln	6
Amalgamierte Elektrode	22
Analogausgang 22	
Abbildung	3
Anschluss	14
Technische Daten	41
Analogausgang 23	
Abbildung	3
Anschluss	14
Technische Daten	41
Angaben zur Gebrauchsanweisung	4
Anhang	41
Anmerkung	5
Anordnung der Geräte	7
Anschluss 15 "AE"	
Abbildung	3
Anschluss der Hilfelektrode	13,26
Anschluss 17 "RE"	
Abbildung	3
Anschluss der	
Bezugselektrode	13,26
Anschluss 18 "WE"	
Abbildung	3
Anschluss der	
Arbeitslektrode	13,28
Anschluss 19	
Abbildung	3
Anschluss 656 – 791	10
Arbeitselektrode 28	
Abbildung	12,13
Anschluss an 791	26
Einlauf	28
Montieren	11
Übersicht	20
Aufbau	4
Aufstellen des Gerätes	7
Aufstellungsort	7
Ausgangsspannung	35
Auslasskapillare 37	
Abbildung	12,13
Montieren	11
Auslasskapillare 38	
Abbildung	12,13
Montieren	12

B

Bedienung	15
Bedienungselemente	2
Funktionen	23
Bestimmbare Substanzklassen	15
Bezugselektrode 39	
Abbildung	12,13
Anschluss an 791	26
Bestellbezeichnung	44
Füllen	26
Hinweise	22
Montieren	11

Bezugssystem 40	
Abbildung	12
Bezugselektrode füllen	26

D

Dämpfung	24,41
Datenaufzeichnungsgerät	27
Detektionsspannung	25
Detektorblock 42	
Abbildung	13
ELCD-Zelle montieren	11
Dichtungsring 30	
Abbildung	12
Dichtungsring 34	
Abbildung	12
Diffusionsgrenzstrom	17
Dummy Cell	34,43,44

E

Ein-/Ausschalten des Gerätes	9,23
Einlaufphase	27
Einleitung	1
Einstellen der Netzspannung	8,9
Einstellknopf 8	
Abbildung	2
Bedienung	25
Test	39
Einstellverhalten	20
ELCD-Zelle 27	
Abbildung	12
Anschluss am VA Detektor 791	13
Bestellbezeichnung	44
Inbetriebnahme	26
Montieren	11
Elektrische Sicherheit	6
Elektrochemische Detektion	15
Elektrochemischer Detektor 656	
Anschluss am VA Detektor 791	10
Installation	10
Elektroden	20
Elektrodenkabel 6.2120.020	10
Elektrolytgefäß 41	
Abbildung	12
Bezugselektrode füllen	26
Montieren	11
Elektromagnetische Verträglichkeit	42
Eluent	19
Empfindlichkeit	25
EMV	42
Erdung	6,9
Erdungsbuchse 14	
Abbildung	3
EU-Konformitätserklärung	47

F

Fabrikationsnummer 16	
Abbildung	3
Fernbedienung ausschalten	24
Frontpeak	33

Funktionen der	
Bedienungselemente	23

G

Garantie	46
Gebrauchsanweisung 8.791.1011	4
Gefahr	5
Gehäuse	42
Gerät ein-/ausschalten	23
Gerätebeschreibung	1
Gerätetest	34
Gewährleistung	46
Gewicht	42
Glassy-Carbon-Elektrode	20,45
Goldelektrode	21,22,45
Grundstrom	20,29,32

H

Hilfelektrode	
Anschluss an 791	26
Hinweise	22

I

Inbetriebnahme	26
Installation	7

K

Kabel 6.2105.030	43
Kabel 6.2106.020	10
Kabel 6.2115.010	14
Kabel 6.2115.060	14
Kabel 6.2120.020	10,26,44
Kein Signal	32
Kohlenpaste	45
Kohlenpaste-Elektrode	21,45
Kompensationsstrom	41
Konformitätserklärung	47
Kontaktstift 6.2103.110	45
Kontrolle	7

L

Lagerung	42
Lecks	6
Leistungsaufnahme	42
Lieferumfang	43
Linienreiber	14,27

M

Messtechnik	41
Messvorgang	29
Metall-Elektroden	21,45
Metrohm-Service	31
Multiplikation	24

N

Netzanschluss.....	6,8,42
Netzanschlusstecker 26	
Abbildung.....	3,9
Netzanschluss	9
Netzfrequenz.....	42
Netzkabel	9,43,44
Netzlampe 1	
Abbildung.....	2
Betriebsanzeige	9
Betriebsbereitschaft.....	23
Netzschalter 25	
Abbildung.....	3,9
Bedienung.....	23
Ein-/Ausschalten des Gerätes.....	9
Netzspannung.....	42
Notation.....	5
Nullabgleich	27

O

Öffnen des VA Detectors	6
Optionales Zubehör	45
Overload.....	32,38
Overload-Anzeige 2	
Abbildung.....	2
Bedienung.....	25
Overload-Test	28

P

Pflege	31
Piktogramme.....	5
Platinelektrode	21,45
Polarisationsspannung	15,17,25,41
Polarität	24,25,41
Potentiometer 10	
Abbildung.....	2
Bedienung.....	23
Potentiometer 9	
Abbildung.....	2
Bedienung.....	23
Potentiostat	41
Praktische Hinweise zur ELCD	18
Probelösung.....	19
PTFE-Dichtung 31	
Abbildung.....	12
Bestellbezeichnung	44
Montieren	11
PTFE-Dichtung 35	
Abbildung.....	12
Bestellbezeichnung	44
Montieren	11
Pulsation.....	18
Pulsationsdämpfer	18

R

Rändelschraube 43	
Abbildung.....	13
ELCD-Zelle montieren.....	11
Rauschen	18,20,33,40
Relativer Kompensationsstrom	23
Rückdruck.....	18
Rückseite.....	3
Rücktransport.....	7

S

Sauberkeit.....	18
Schalter 20	
Abbildung	3
Bedienung	25
Umachalten	14
Schalter 21	
Abbildung	3
Bedienung	25
Umschalten	14
Schraubnippel 29	
Abbildung	12
Montieren	11
Schraubnippel 33	
Abbildung	12
Montieren	11,12
Schraubnippel 36	
Abbildung	12
Montieren	11
Schutzerde.....	9
Schutzgrad	6,42
Schutzklasse.....	6,9,42
Service	31
Sicherheitshinweise	6,42
Sicherheitsspezifikation	42
Sicherungen.....	8,9,42
Sicherungshalter 12	
Abbildung	3,9
Sicherungen austauschen.....	8
Signalabhängigkeit	16
Silberelektrode	21,45
Spannungsanzeige 13	
Abbildung	3
Spannungseingang 24	
Abbildung	3
Spannungswähleinsatz 13	
Abbildung	9
Sicherungen austauschen.....	8
Spikes	33
Spülen des IC-Systems	31
Stationäre Phase.....	19
Statische Ladungen.....	6
Stillegung	31
Stoffklassen	15
Stoffumsatz.....	33
Stopfwerkzeug	45
Störaussendung	42
Störfestigkeit	42
Störpegel	20
Störungen	32
Stromkompensation	36
Strommess-Empfindlichkeit	25
Strommessung	41
Stromverstärkeroffset	34

T

Technische Daten.....	41
Transportschäden	7,46

U

Ultra-Trace-Graphit-Elektrode	20,45
Umgang mit Lösungen.....	6
Umgebungstemperatur	42

Umschaltknopf 3

Abbildung	2
Bedienung	23
Test	35

Umschaltknopf 4

Abbildung	2
Bedienung	24
Test.....	35

Umschaltknopf 5

Abbildung	2
Bedienung	24

Umschaltknopf 6

Abbildung	2
Bedienung	24

Umschaltknopf 7

Abbildung	2
Bedienung	24

Umschaltung Stand-by/Measure

23

Unstabile Grundlinie

32

Unterhalt

31

V

Verpackung	7
Verschüttungen	31
Vollausschlag	25
Vorderseite.....	2
Vorsichtsregeln.....	6

W

Wahl der Polarisationsspannung	17
Warnung	5
Wartung	31
Werkzeug 6.2617.000.....	44

Z

Zellkörper 32	
Abbildung	12,13
Montieren.....	11
Zertifikat für Konformität und Systemvalidierung	48
Ziffernschalter 11	
Abbildung	2