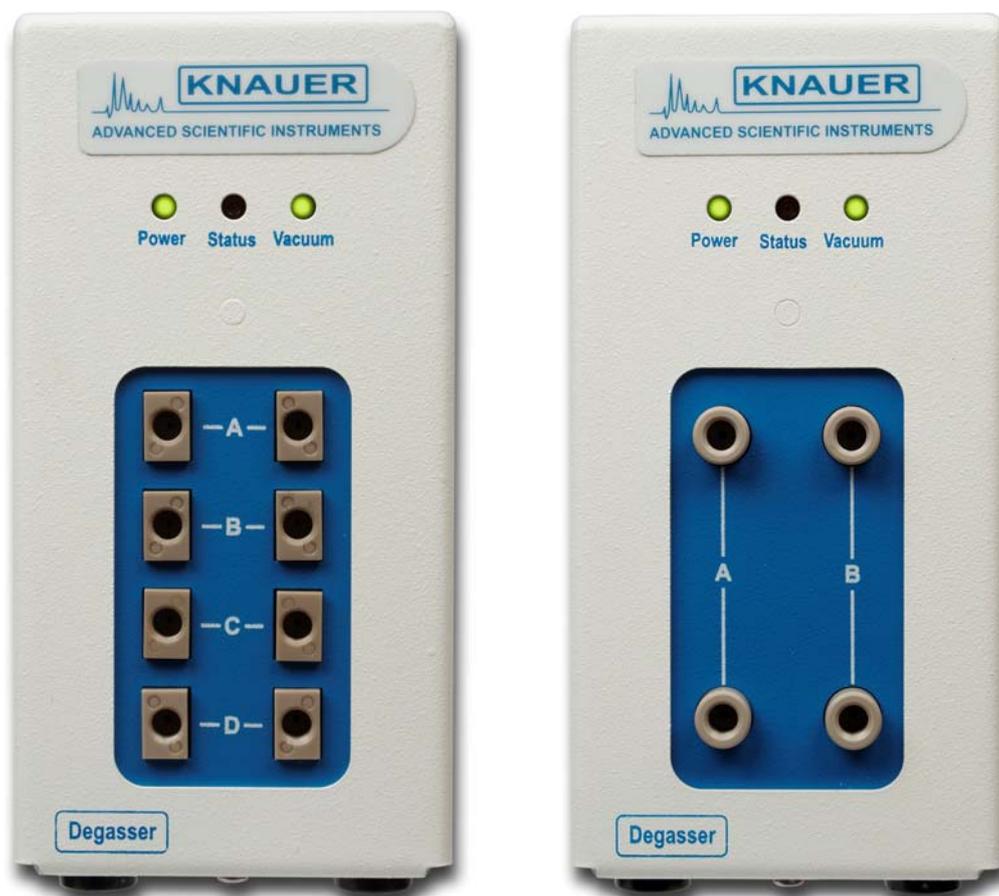


Knauer Online Degasser

Manual / Handbuch

V7620 03/2007



Smartline

Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert Knauer GmbH
Hegauer Weg 38
D - 14163 Berlin, Germany
Tel.: +49 (0)30 809 727 0
Fax.: +49 (0)30 801 50 10
E-Mail: info@knauer.net
Internet: www.knauer.net

CONTENTS

Using this Manual	3
Conventions in this manual.....	3
SOP´s in this manual	3
General Description	4
Front Side of the Online Degassers	4
Rear Side of the Online Degassers.....	5
Principles of Operation	6
Preparing the Degassers for Operation	6
Unpacking	6
System Requirements	7
Operating the 2- and 4-Channel Online Degassers.....	9
Powering up the Online Degasser	9
Smart Leak Detection	10
Principles of Degassing Using Teflon AF® Membranes	10
Operating Summary.....	11
Extending the Degassing Flow Rate Range.....	11
Shutdown	12
Maintenance.....	13
Routine Maintenance.....	13
Troubleshooting	14
Technical Data	15
Warranty statement.....	31
Declaration of conformity	32

INHALT

Benutzung dieses Handbuchs	16
SOP´s in dieser Bedienungsanleitung.....	16
Allgemeine Beschreibung	17
Frontansicht der Online Degasser.....	18
Rückseite des Online- Degassers	19
Funktionsprinzip	19
In Betriebnahme des Degassers.....	20
Auspacken	20
Anschluss und Inbetriebnahme	20
Betrieb der 2- und 4-Kanal - Online Degasser.....	23
Einschalten des Online- Degassers.....	23
Smart- Leckage- Prüfung.....	24
Prinzip des Degassers mit Teflon AF® - Membranen	25
Zusammenfassung für den Degasser- Betrieb.....	25
Erhöhung der maximalen Degasser- Flussrate	26
Abschalten des Degassers	26
Wartung des Online- Degassers.....	27
Fehlerbehebung (Troubleshooting)	29
Technische Daten	30
Gewährleistungsbedingungen	31
Konformitätserklärung.....	32

Using this Manual

This manual refers to the KNAUER 2-channel and 4-channel online degassers.

Conventions in this manual



Important Hints are marked by the marginal hand symbol.



Special warnings are indicated by the marginal warning sign and printed in bold letters.



The marginal lamp symbol indicates **helpful advice's**.

SOP's in this manual



The **Standard Operating Procedures (SOP)** provided with this manual offer a convenient way of structuring complex tasks for operating the KNAUER 2- and 4-channel online degassers. They include step-by-step instructions assisting the user through all routine tasks during operation. They can be used for documentation purposes: They can be copied, applied, signed, and filed to document the performance of the instrument.



It is very important to follow all instructions and SOP's in this manual in order to operate the instrument and accessories. This ensures proper results and longevity of your equipment.

SOP 1	Preparation of a tubing connection	7
SOP 2	Connecting NoOx™-Tubings	8
SOP 3	Operating the Online Degassers	11
SOP 4	Short-term Shutdown (Overnight and Weekends)	12
SOP 5	Long-term Shutdown	12
SOP 6	Preventative Maintenance	13

General Description

The KNAUER online degassers are high-efficiency in-line modules that remove dissolved gasses from HPLC solvents. Their unique design assures reliable continuous operation and the highest level of continuous performance available without the need for helium degassing. Two or four solvent lines respectively may be degassed simultaneously by one unit. The extremely low internal volume of each Teflon AF[®] channel offers very quick equilibration and very short start-up times compared with PTFE degassing channels which have the same degassing efficiency.

Inside the unit, the solvent flows through a short length of Teflon AF[®] tubing which is located in a vacuum chamber. Within this chamber a partial vacuum is maintained by a constantly running, low RPM vacuum pump. Dissolved gasses migrate across the tubing wall under a concentration gradient produced by the vacuum as the solvent flows within the coil. Gasses removed are expelled, and the chamber is maintained at a constant, preset vacuum level by varying the vacuum pump speed as needed.

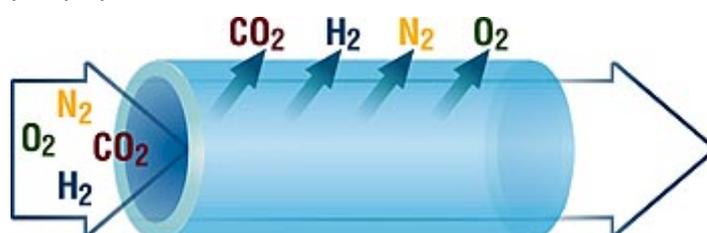


Fig. 1 Degassing principle

A special port in the vacuum pump continually flushes the pump head with a small "bleed" of air to remove any solvent vapors which may enter the pump from the vacuum chamber. This air bleed eliminates the need for any solenoid valves within the system. This patented* design results in zero vacuum "hysteresis". Previous designs allowed the vacuum chamber pressure to fluctuate, with the pump cycling on and then off in response to the vacuum level.

Front Side of the Online Degassers

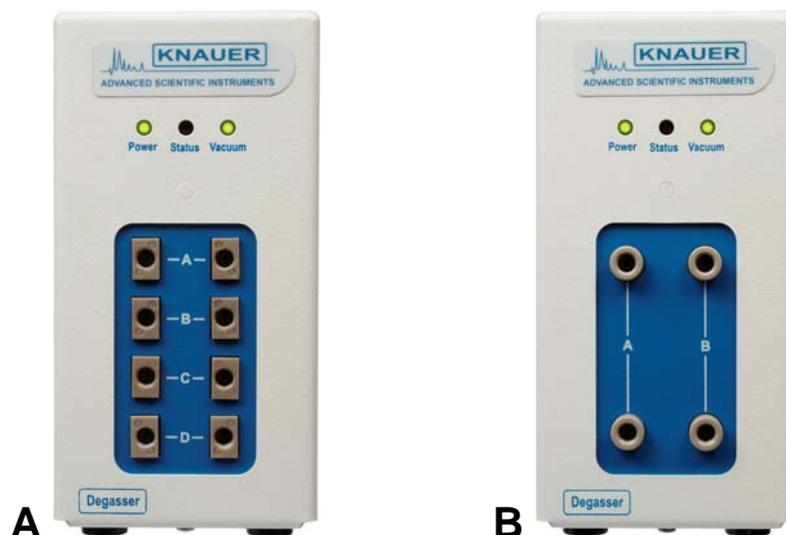


Fig. 2 Front view of the online degassers
A analytical 4-channel degasser
B semi preparative 2-channel degasser

Front Panel Connections

Depending upon the model, there are from 2 or 4 degassing channels. Pairs of female ¼-28 connectors are located on the front of the online degasser cabinet. These are the input and output ports for running up to 4(2) solvent lines through the online degasser. Each channel has an input port and an output port on the same level, labeled on the front panel as "A" through "D". Flow direction is not critical. Plugs are provided to seal the ports of unused channels.

Front Panel Indicators

Three LEDs are located on the front of the instrument above the solvent inlets and outlets:

POWER (Green)

Indicates when power is applied to the online degasser (plugged in and Power switch ON).

STATUS (Yellow)

Indicates when vacuum level is outside acceptable operating range. Normally it will come on at initial power-up and remain on during pump-down. It will go off in a few minutes when the vacuum level goes below 100 mm of Hg absolute. If an error condition occurs, this LED will flash in one of two modes:

- Flashing on and off in even 1-second intervals: pump was not able to reach vacuum set point, indicating a possible leak in the system.
- Flashing on for 1 second and off for 2 seconds indicates a vacuum signal error.

VACUUM (Green)

Indicates when vacuum level is within acceptable operating range. Normally it will come on after the initial pump-down, and remain on as long as the online degasser is powered up and vacuum level is below 100 mm of Hg absolute.

Rear Side of the Online Degassers



Rear Panel Elements

- 1 ON/OFF Switch
- 2 Power socket
- 3 Vacuum output socket, only for service purposes
- 4 Exhaust Port
- 5 Serial Number

Fig. 3 Rear view of the online degassers

Exhaust Port

The gas pumped out of the vacuum chamber leaves the unit through the exhaust port.

Vacuum output socket

The blind plugged vacuum output socket is only used for service purposes.

Principles of Operation

The KNAUER online degassers consists of a vacuum chamber, degassing tube, variable speed vacuum pump, microprocessor controller, sensor, and check valves. The solvent (mobile phase) flows into a degassing tube, which is inside a vacuum chamber. Decreased pressure in the chamber causes the outward movement of gas dissolved in the mobile phase across the tube wall, in accordance to Henry's Law, thus degassing the mobile phase. The pressure in the vacuum chamber is established by the vacuum pump and monitored by the microprocessor through an integrated absolute pressure sensor. Degassed mobile phase exits the vacuum degasser and enters the pump.

Preparing the Degassers for Operation**Unpacking**

After unpacking the degasser, please check the device and accessories thoroughly for any damage that may have occurred during transportation. If necessary, contact the carrier to claim any damages.

Use the standard delivery list to check if the degasser is complete. Please contact our service department if anything is missing or if you need support. It is important to fill out the guarantee card and return it to us as soon as possible.

Standard Delivery List

The delivery consists of:

- Multi channel online degasser
- User manual
- Power supply cable
- 3 (1.5) m PTFE tubing AD 1/8", ID 1.5 mm
- 2 (1) m PTFE NoOx™ tubing
- One way syringe, 2 (10) ml
- 4 (2) NoOx™ fitting kits

Data in brackets are valid for the semi-preparative 2-channel degasser.

System Requirements

Solvents/Mobile Phase

Use only HPLC grade solvents in all analyses.



CAUTION!

The KNAUER online degassers are designed exclusively for use in the suction line of HPLC pumps. Any use in the pressure line (even short time) may damage the Teflon AF[®] membrane. Faults caused by pressure influences are not covered by the guarantee.



The degassing membrane in the vacuum online degasser is manufactured from Teflon AF[®]. As with older membranes manufactured from PTFE, Teflon AF[®] is inert to all solvents normally used in HPLC. However, Teflon AF[®] is soluble in perfluorinated solvents such as Fluorinert[®] FC-75 and FC-40 and Fomblin perfluoro polyether solvents from Ausimont. In addition, Freon[®] solvents will adversely affect Teflon AF[®]. Use of such solvents in the online degasser will result in the dissolution and hence destruction of the membrane.



Use proper care when handling flammable solvents. Make sure that there are no leaks in the solvent lines (see Operation section, page 9, step 2). Ensure that hazardous exhaust gases are properly vented.

Corrosion



All parts that contact the mobile phase are made of PEEK, Glass-filled PTFE or Teflon AF[®]. PEEK is sensitive to Sulfuric acid and certain solvents such as methylene chloride.

Space Requirements:

The Knauer online degassers are designed to sit on a bench top, and are plumbed into the LC system between solvent supply and pump. A space 165 mm. high and 80 mm wide is sufficient. The case is about 310 mm deep (front to back), but additional space is required both in front, to accommodate the tubing connected to the unit, and behind to accommodate the cord.

Electrical Power Requirements

The instrument operates at any AC line voltage from 85 to 265 VAC with a line frequency range of 47 to 63 Hz.

Connecting the Tubing

Solvent lines to be degassed are connected to the online degasser's front panel ports, as detailed described in SOP 1. Unused ports must be plugged to enable the degasser to operate at its peak level of performance.

SOP 1 Preparation of a tubing connection

1. Run a line of 1/8" O.D. x 1/16" I.D. Teflon chromatography tubing from the solvent supply to the online degasser.
2. Push the tubing through a PEEK 1/8" male 1/4-28 fitting and slide a ferrule over the tubing end (see figure below). Cut the Teflon tubing so the end is flat. (tube cutter: order No. A0569)

3. Screw the ¼-28 fitting into one port on the front of the online degasser (Channel A, for example). The direction of flow through the online degasser is not critical. Plastic connectors should be tightened by hand. Overtightening them will damage the threads.
4. Repeat steps 1 through 3 to connect additional lines to be degassed.
5. Connect to each channel outlet a NoOx™ tubing, obeying the SOP 2.
6. Once all desired solvent lines have been connected to the online degasser, any and all unused ports should be plugged. Use the plugs supplied. Press in by hand.
7. Prime each degassing membrane by pulling the solvent from the reservoir through the degassing system. This can be done by connecting a syringe to the tubing or LC pump priming port and drawing air and/or mobile phase into the syringe until no air remains in the tubing, approximately 5 milliliters.

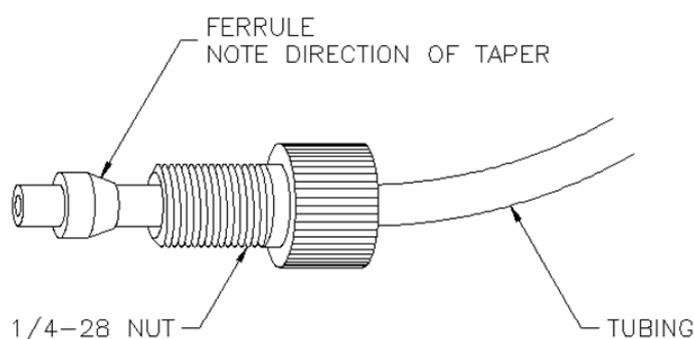


Fig. 4 Configuration of ¼-28 Nut, Ferrule and Tubing



CAUTION:

Do not prime the membranes by pushing solvent through the degassing systems. This technique can generate several hundred pounds of pressure which might rupture the membrane, even though the Teflon AF® membrane is quite rugged. The maximum recommended pressure on the membrane is 1 mPa (100 psig, 7 Bar).

Use of NoOx™-Tubing

Back-degassing of the mobile phase after Helium- or online degassing is one of the most underestimated problems in HPLC. Especially teflon tubing's, frequently used because of their chemical inertness, show a high permeability for oxygen.

This problem can be solved using NoOx™-tubing. The tubing is made by coextrusion of PTFE (inside) and polyvinyliden fluoride (outside). Thus the chemical inertness of PTFE is combined with the low oxygen permeability of PVDF.

SOP 2 Connecting NoOx™-Tubings

A NoOx™ fitting kit is necessary to fix the tubing. It consists of a PEEK nut, a tefzel ferrule for 1/8" OD, and a special PTFE insert ferrule.

1. Push the PEEK nut and the tefzel ferrule on the NoOx™ tubing same way as described for normal tubing.
2. Insert the special PTFE ferrule completely into the tubing. It prevents the NoOx™-tubing of being compressed while tightening. Further it seals the tubing end and prevents the solvent of getting in contact with the outer PVDF tubing.

The PEEK nuts and tefzel ferrules also can be used for any 1/8" OD capillary or tubing. The PTFE insert is not needed in this case.

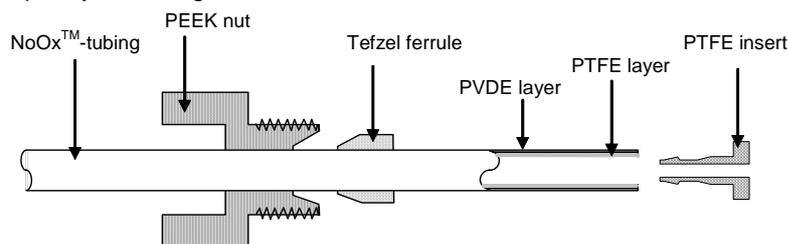


Fig. 5 Connecting NoOx™-tubings

Operating the 2- and 4-Channel Online Degassers

Powering up the Online Degasser

1. Flip on the rear panel power switch.

The green Power LED should illuminate. Immediately upon turning on the instrument, the microprocessor examines the vacuum sensor signal to confirm that it is within an expected range. Following the start-up test, the microprocessor ramps the vacuum pump to high RPM, to quickly exhaust atmosphere from the vacuum chamber. As the vacuum level approaches the preset control value, the pump RPM will slowly ramp down to a low speed (typically 40 to 60 RPM) and will vary slightly as needed under the changing degassing load to maintain a virtually constant vacuum level.

During initial pump-down, the yellow Status LED will be lit. Once the vacuum has reached normal operating level, the yellow LED will extinguish and the green Vacuum LED will illuminate. If you want to confirm that the pump is running, beyond the front panel LEDs, the slight vibration caused by the microstepping of the motor driving the vacuum pump may be felt by placing your hand on the instrument.

2. Start solvent flow through the system and check for leaks around the 1/4-28 connectors.

If a leak occurs at the connection, tighten the fitting an additional 1/8 turn. If the leak persists, disconnect the leaking fitting and inspect it. If the nut and ferrule appear to be in good condition, reconnect the fitting. If the leak persists, replace the nut and ferrule and repeat the procedure until you achieve leak-free operation.

The online degasser maintains a constant vacuum pressure of 50 mm Hg absolute (nominal) by varying the speed of the vacuum pump as needed depending on the degassing load in the system. The pump is designed for at least 5 years of constant running and has integral in-pump venting, which eliminates the need for stop-start running (U.S. Patent 6,248,157). The vacuum level and pump speed is constantly monitored by the microprocessor for changes in operating conditions which might be attributed to chamber internal leaks. If a potential leak is detected, the pump will be shut down and the yellow Status LED will flash. The vacuum is maintained as long as the online degasser is powered on. Solvent flowing through the online degasser will continue to be degassed so long as the instrument is on and running.

3. Turn off the online degasser when the LC to which it is connected is not in use. The vacuum chamber(s) will slowly return to atmospheric pressure when the unit is powered off. This is accomplished by a

small, in-line vacuum bleed and reduces the possibility of solvent vapours condensing in the vacuum tubing or pump head.

4. When flushing a line of solvent, the single lumen coil inside the chamber contains a very small amount of solvent (approximately 480 μ l). When changing from one solvent to another where the final solvent is immiscible with the first, use an intermediate solvent miscible with both the initial and final solvent. Carryover from solvent to solvent is much less than previous PTFE designs. Once air bubbles have been cleared from the solvent line, any further bubbles observed will be coming from the solvent reservoir or from a leaking fitting.



Since there is virtually no solvent retained within the online degasser (~480 μ l per channel), priming the system is relatively simple. Using the Prime mode on the LC system pump, allow the pump to draw each solvent to be used in the analysis at a flow rate of 2 ml/min. for 1-2 minutes. This ensures that the line from the degasser channel being primed through the proportioning valve on the pump has freshly degassed solvent. This dynamic priming method will allow an immediate startup of the analysis upon column equilibration. Contrary to previous PTFE-based degassers, the new online degasser, which uses Teflon AF[®] membranes, fully degasses solvents within the time it takes for the volume to pass through the chamber, and yet degasses the solvents as thoroughly as, or better than, PTFE channels containing 40 times more solvent.

Start-up Test and Pump Operation

Immediately upon turning on the instrument, the microprocessor examines the vacuum sensor signal to confirm that it is within an expected range. Following the start-up test, the microprocessor ramps the vacuum pump to high RPM, to quickly exhaust atmosphere from the vacuum chamber. As the vacuum level approaches the preset control value, the pump RPM will slowly ramp down to a low speed (typically 40 to 60 RPM). Afterwards, the pump RPM will vary slightly, as needed under the changing degassing load, to maintain a virtually constant vacuum level (50 \pm 0.5 mm Hg). This "zero hysteresis, constant run" (ZHCR[®]) mode is necessary, due to the extremely low mass, high response, Teflon AF[®] degassing tubing. Only a ZHCR[®] design ensures a baseline which is unaffected by the degasser.

Smart Leak Detection

An additional benefit of maintaining a constant vacuum level is that a potential leak in the vacuum degassing system can be observed by monitoring the RPM of the pump. This "smart leak detection" is a benefit of the patented design of the degasser. If a leak occurs within the chamber, the microprocessor will increase the pump RPM in an attempt to maintain the vacuum level. If the pump cannot maintain the vacuum level (if it runs at an elevated RPM for more than 2 minutes), the yellow LED will flash, indicating a possible leak condition, and the system will shut down and go into a "safe" mode.

Principles of Degassing Using Teflon AF[®] Membranes

This relatively recent addition to the field of degassing has properties not found in other fluoropolymers. The fully amorphous nature of this fluoropolymer and its molecular structure creates a molecular level porosity unlike the mechanically induced porosity in PTFE extruded tubing. In addition, unlike the process used in extruding PTFE, no extrusion agents are needed (like kerosene, etc.) which contaminate mobile phases until they are extracted by the mobile phase over time.

Likewise, this molecular structure, combined with the very small surface areas required to degas the mobile phase, reduces the possibility of carryover from one solvent or mobile phase to another to virtually zero.

Teflon AF® is so non-polar that it is both solvophobic and hydrophobic. This feature of Teflon AF® reduces the possibility of cross-channel contamination from one channel to another, and when combined with the ultra-low internal volumes of Teflon AF® channels needed for HPLC flow rates, all but eliminates this cross contamination concern by the chromatographer. Teflon AF® has been used in certain optical systems associated with HPLC for a few years without concern for normal HPLC solvents. However, Teflon AF® is soluble in certain solvents (see cautionary statements) and must not be used to degas these types of solvents.

Teflon AF® is permeable to some degree to water vapour whereas PTFE is not. While the vacuum pump in the online degasser contains internal provisions for sweeping water or solvent vapour from the pump continuously, it is possible that over time, high concentration buffers may form crystals within the channel due to the loss of water within the channel. The same precautions should be taken to prevent crystallization within these channels as are taken for the HPLC pump. See the "Short-term Shutdown" procedures.

Operating Summary

SOP 3 Operating the Online Degassers

1. Select and fill each solvent reservoir with the mobile phase for your analysis.
2. Verify that the online degasser is properly installed as described in "Setup."



CAUTION:

Never connect the online degasser to the output side of the HPLC pump. The high pressure may cause permanent damage to the degassing membrane..

3. Verify that the tubing to your injector, column and detector is properly connected. Also verify that plugs are installed in the unused ports.
4. Disconnect and remove the tubing that is connected to the output port, connect the priming syringe to this port, and pull the solvent through the degasser until bubbles no longer appear. Then reconnect the tubing to the output port.
5. Switch on the degasser and start the pump at 1.0 ml/min. Allow the system to equilibrate for 5-10 minutes. The small volumes contained in the online degasser should only be considered in chromatograph equilibration time when flow rates less than 1 ml/min are used.



Use of this product outside the scope of this manual may present a hazard.

Extending the Degassing Flow Rate Range

Certain organic solvents used in reversed phase chromatography outgas upon mixing with water, if not properly degassed. These solvents are generally alcohols (e.g. methanol), acetonitrile and tetrahydrofuran. Passing water and methanol through a single channel is generally sufficient to degas these solvents so outgassing does not occur upon mixing when a 60:40 methanol/water mixture is generated by your online degasser or pump at a flow rate of 3 ml/min. If outgassing does occur, or if a flow rate higher than 3 ml/min. is required, it is a general rule that only

the organic portion of the mobile phase needs to be passed through a second degassing channel to ensure outgassing does not occur. This is due to the ability of all organic solvents (e.g. methanol) to hold at least 10 times more dissolved atmosphere than water can.

To more thoroughly degas a mobile phase, connect the outlet of the organic channel to the inlet a second channel and the outlet of the second channel to the pump. This places the two channels in series and doubles the degassing capacity for the organic portion of the mobile phase.

Shutdown

There are two types of shutdown procedures: long-term and short-term.



Observe all precautions pertaining to hazardous solvents and/or those solvents that form harmful deposits or by-products.

SOP 4 Short-term Shutdown (Overnight and Weekends)

1. Remove harmful mobile phases from the online degasser and other instruments in the system.
2. Flush the column according to the instructions supplied with the column. Flush buffer salts from the system with water. Evaporation leaves salt crystals that may form harmful deposits. Remove chloroform or solvents that can decompose to form hydrochloric acid from the system.



Damage caused by precipitating buffer salts in capillary tubing, or damage resulting from this condition, is specifically excluded from warranty.

3. After removing harmful mobile phases, prepare the detector for most mobile phases by flushing it with isopropanol.



To avoid contaminating the system, refilter or discard solvents (including water) that were exposed to the environment for more than 24 hours before use.

4. For weekend storage we recommend flushing 60/40% MeOH/Water through the online degasser, pump, column, flow cell (provided your column is compatible with MeOH/Water). Then turn off the online degasser, pump and detector.

SOP 5 Long-term Shutdown

1. Follow Short-term Shutdown procedure Steps 1 and 2.
2. Remove the column and direct the pump output tubing to a beaker. Flush the online degasser, first with water and then with isopropanol.
3. Turn off the online degasser. Then disconnect the tubing between the online degasser and solvent reservoirs, and the online degasser and pump. Plug all of the ports on the online degasser.
4. Store the online degasser in a clean, dry location.
5. Before using the online degasser, completely purge it with the correct solvent for the column before reconnecting the column and restarting the system.

Maintenance

You can experience long and trouble-free performance from your online degasser by performing both routine and preventive maintenance procedures.

SOP 6 Preventative Maintenance

Perform preventive maintenance to ensure that your online degasser will perform consistently at an optimal level. To maintain the online degasser in the best condition, the following measures are recommended:

1. Adhere to standard laboratory cleanliness practices.
 - Use only high-purity solvents (preferably HPLC Grade) for mobile phases. Water should be bottled HPLC Grade, or filtered and deionized tap water.
 - Filter all solvents to prevent particulate contamination and tubing blockages.
2. Use only high-purity gases when drying contact areas.
 - Ensure that all new tubing (stainless steel) is passivated and thoroughly flushed before making pump connections.
 - Follow the short- and long-term shutdown procedures that are described above.
3. Routine cleaning of the external surfaces of the instrument can be done using a clean, damp cloth. Immediately clean any spills which occur on or near the instrument using methods appropriate for the type of spill. Some solvents can damage the appearance and function of the instrument.

Routine Maintenance

Routine maintenance is defined as replacing the normal wear items when you notice degradation in performance.



If you have a problem, you can save time and money by referring to the Troubleshooting Guide, below, before calling your Service Representative. Your problem may be minor, and you may be able to correct it yourself using the Troubleshooting Guide to pinpoint the cause.



WARNING:

Damage caused by precipitating buffer salts in capillary tubing, or damage resulting from this condition, is specifically excluded from warranty.

Troubleshooting

Problem	Probable Cause	Solution
Power switch is on, but all 3 LEDs are off, indicating no power to the degasser.	Blown fuse	Contact your Service Representative.
Yellow Status LED is on steadily, pump is running and RPM seems high.	Pump is in initial pull-down phase or system's degassing demand has increased.	Typically normal operation, although if pump speed continues to rise for an extended period of time (as heard by the pitch of the stepper motor) it could indicate a potential fault condition.
Yellow Status LED is flashing approximately 1 second off, 1 second on. Vacuum pump is not running.	Possible system leak.	Contact your Service Representative.
Yellow Status LED is flashing approximately 2 seconds off, 1 second on. Vacuum pump is not running.	Possible sensor or Control Board fault.	Contact your Service Representative.
Is there a way to check whether the system is operating correctly when Power and Vacuum green LEDs are illuminated, but pump can't be heard running?	Due to the design of the pump and degasser, the pump is virtually silent at low RPM, even though vacuum is good and degassing is normal.	Place a hand on the top of the unit. A slight vibration can be felt indicating the pump is operating at low RPM. Monitor the UV absorbance of non-degassed methanol at 215 nM versus degassed methanol coming through the degasser. Proper performance of the degasser should decrease the UV absorbance of the methanol significantly.
Bubbles appear through the output tubing.	Loose fitting(s).	Tighten the input and output fittings.
No solvent flow.	Air in the HPLC pump head. If a buffer solvent was left in the degasser for some time after use, it may plug the degasser elements.	Prime/purge the pump head. Use a different channel, or connect the channel to a beaker of the solvent without the buffer. Draw the solvent through the channel to dissolve the buffer. Do not push the solvent through the channel. If this flushing action does not work, contact your Service Representative.

Technical Data

	A 5327	A 5328
	Analytical	semi-preparative
Dimensions	85 x 165 x 315 mm (W x H x D)	
Weight [kg]	2.3	2.5
Power Supply	85-265 V, 47 – 63 Hz, 20 W	
Channels	4	2
Degassing Process	Gas permeation through a fluoropolymer membrane	
Inner diameter of Teflon AF [®] capillaries [mm]	1.14	1.77
Maximum Recommended Flow Rate ¹ [ml/min]	10.0	50.0
Pressure Drop ² [mm Hg/ml/min]	1.37	
Degassing Capacity	~25% dissolved gases remaining in 60:40 MeOH/Water mixture at 1 ml/min.	
Dead Volume [µl]	~480	~7,700
Eluent contacting Materials	PEEK, Glass-filled PTFE, Teflon AF [®]	
Operating Conditions:		
Solvent Applicability	universal, except hydrochloric acid and halogen carbohydrate especially hexafluoro isopropanol (HFIP)	
Ambient Temperature	10 to 35 °C	
Ambient Relative Humidity (RH)	20 to 80 % RH (without condensation)	
Altitude	0 to 2000 Meters	
Indoor vs. Outdoor Use	Indoor	
Storage Conditions:		
Ambient temperature	-20 to +60 °C	
Ambient Relative Humidity	20 to 80% RH (without condensation)	
Altitude	0 to 12000 M	

- 1) Maximum recommended flow rate to prevent a 60:40 MeOH/Water mixture from outgassing. The estimate assumes low pressure mixing and low flow restriction prior to the HPLC pump. MeOH/Water mixing represents the worst outgassing case and maximum flow rate will likely increase with Acetonitrile/Water mixtures. High pressure mixing will also increase the maximum flow rate. Degassing is still recommended.
- 2) Calculated tubing pressure per unit change in flow assuming laminar flow with a viscosity of 1.0 cP. Inlet and outlet bulkheads may contribute to the overall pressure, but are not included in the estimate.

Benutzung dieses Handbuchs

Dieses Manual gilt für die KNAUER 2-Kanal- und 4-Kanal-Online-degasser.



Besondere Warnhinweise und Hinweise auf mögliche Probleme sind mit dem Warnsymbol gekennzeichnet.



Ein **nützlicher Tip** wird in der Marginalspalte durch das Symbol hervorgehoben.



Wichtige Hinweise werden in der Marginalspalte durch das Hinweissymbol kenntlich gemacht.

SOP's in dieser Bedienungsanleitung



Die Standardarbeitsanweisungen (**Standard Operating Procedures, SOP**) dieses Handbuchs ermöglichen die Strukturierung zusammenhängender Aufgaben beim Betrieb Ihres Online Degassers. Sie beinhalten schrittweise Anweisungen, die den Anwender durch alle Aufgaben führen. Sie können gleichfalls zu Dokumentationszwecken genutzt werden. Sie können kopiert, angewendet, unterzeichnet und abgelegt werden, um so die Leistungsfähigkeit Ihres Gerätes zu dokumentieren.



Bitte betreiben Sie das Gerät inklusive Zubehör gemäß der SOPs in diesem Handbuch. Andernfalls können fehlerhafte Messergebnisse, Beschädigungen oder gesundheitliche Beeinträchtigungen des Anwenders eintreten, obwohl dieses Gerät außerordentlich robust und betriebssicher ist.

SOP 1	Leitungsanschlüsse	21
SOP 2	Anschluss von NoOx TM -Schläuchen	22
SOP 3	Betrieb des Online- Degassers	25
SOP 4	Kurzzeitiges Abschalten (über Nacht und Wochenende)	26
SOP 5	Langfristiges Abschalten	27
SOP 6	Vorbeugende Wartung	27

Allgemeine Beschreibung

Die KNAUER- Online- Degasser stellen hocheffiziente In-line- Module dar, die gelöste Gase aus HPLC- Lösungsmitteln nahezu restlos entfernen. Ihr einzigartiges Design garantiert wartungsfreie und dauerhafte Performance auf höchstem Niveau: der Online- Degasser benötigt kein Helium mehr, sondern nur eine Steckdose zum Betrieb. Zwei oder vier Kanäle können gleichzeitig – aber unabhängig voneinander – entgast werden; beispielsweise Wasser auf einem und Acetonitril auf dem anderen Kanal. Das extrem kleine Totvolumen der Teflon AF[®] - Kanäle eröffnet bei verbesserter Degasser- Effizienz zu herkömmlichen Degassern neben kurzen Einrichtungs- auch sehr kurze Umspülzeiten, falls das Lösungsmittel einmal gewechselt werden muss.

Im Innern wird der Eluent durch ein kurzes Stück Teflon AF[®] - Leitung geleitet, das sich in einer Vakuum- Kammer befindet. Innerhalb dieser Kammer wird ein stabiles Vakuum durch eine ständig mit niedriger Drehzahl laufende Vakuum- Pumpe erhalten. Gelöste Gase wandern durch die Wand der Teflonleitung in Richtung des durch das Vakuum entstandenen Gasgradienten während der Eluent weiter durch die Teflonleitung fließt. Entfernte Gasvolumina werden sofort entfernt und die Kammer bleibt auf einem durch die variable Drehzahl der Vakuumpumpe konstanten, vorab definierten Vakuum.



Abb. 1 Entgasungsprinzip

Durch einen speziellen Port im Kopf der Vakuumpumpe wird diese ständig belüftet, um eventuell vorhandene Lösungsmittelreste aus der Vakuumkammer zu entfernen. Diese Einrichtung führt zum vollständigen Verzicht von Magnetventilen und macht die Anordnung Pumpe / Vakuumkammer praktisch wartungsfrei. Das patentierte System erzeugt hysteresefreies Vakuum, während ältere Designs ein fluktuierendes Vakuum – je nach Ein- und Ausschalten der Vakuumpumpe ansteigend oder fallend – haben.

Frontansicht der Online Degasser

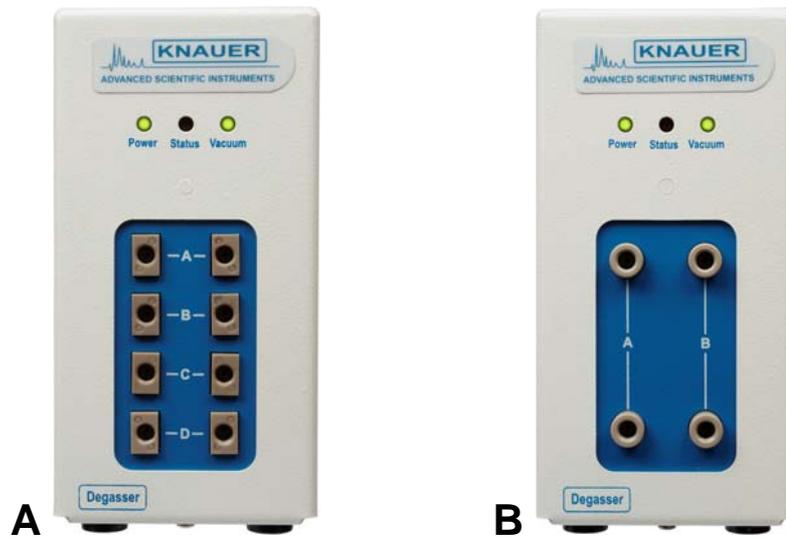


Abb. 2 Frontansicht der KNAUER- Online- Degasser
A Analytischer 4-Kanal- Degasser
B Semi-präparativer 2-Kanal- Degasser

Anschlüsse an der Vorderseite

In Abhängigkeit vom Modell sind entweder 4 analytische oder 2 semi-präparative Degasserkammern über „1/4-28“- Anschlusspaare (female) anschließbar. Diese Ein- und Ausgangspaare sind mit A bis D (B) gekennzeichnet. Die Durchflussrichtung ist ohne Einfluss auf die Funktion. Nicht verwendete Kanäle sollten mit Blindstopfen verschlossen werden, um Verunreinigungen der nicht angeschlossenen Kanäle zu vermeiden.

Anzeigen auf der Vorderseite

Drei LED- Anzeigeleuchten sind oberhalb der Flüssigkeitsein- und Ausgänge zur Anzeige der folgenden Funktionen angeordnet:

POWER (grün)

zeigt an, dass die Stromversorgung des Online- Degassers arbeitet und das Gerät eingeschaltet ist.

STATUS (gelb)

zeigt an, dass das Vakuum noch nicht den Arbeitsbereich erreicht hat. In der Regel leuchtet die gelbe Statusanzeige beim Einschalten auf und erlischt, sobald das Vakuum unter 100 mm Hg (ca. 133 mbar) absinkt. Tritt im Betrieb des Degassers irgend ein Fehler auf, blinkt die gelbe LED in einer der folgend beschriebenen Arten:

- Blinken im 1- Sekundenintervall: das Vakuum konnte nicht erreicht werden, möglicherweise gibt es Undichtigkeiten an Kammer oder Vakuumpumpe.
- Gelbe LED "an" für 1 Sekunde und "aus" für ca. 2 Sekunden zeigt einen Fehler beim Vakuum- Drucksignal an.

VACUUM (grün)

zeigt an, dass das Vakuum im Arbeitsbereich liegt. Normalerweise springt diese Bereitschaftsanzeige nach dem Erzeugen des Vakuums an und bleibt an während der Online- Degasser in Betrieb ist.

Rückseite des Online- Degassers



Elemente auf der Rückseite

- 1 EIN/AUS - Schalter
- 2 Gerätesteckdose
- 3 Vakuumsignalausgang, nur für Servicezwecke
- 4 Gasauslass
- 5 Seriennummer

Abb. 3 Rückansicht des Online- Degassers

Gasauslass (EXHAUST)

Luft und gegebenenfalls Lösungsmittel- Dämpfe werden aus dem Gasauslass herausgepumpt. Bei Bedarf kann dieser mit einer Abzug-Einrichtung (offen) verbunden werden.

Vakuumsignalausgang (VACUUM)

Dieser Signalausgang dient ausschließlich Servicezwecken.

Funktionsprinzip

Der KNAUER Online- Degasser besteht aus Vakuumkammern, Teflonentgasungsleitung, einer Vakuumpumpe mit variabler Geschwindigkeit, Mikroprozessor und Vakuumsensor. Das Lösungsmittel (mobile Phase) wird durch die Degasserleitung geführt, die sich innerhalb der Vakuumkammer befindet. Der Unterdruck in der Vakuumkammer bewirkt, dass gelöstes Gas sich aus der Flüssigkeit entlang dem Konzentrationsgradienten - nach dem Henry'schen Gesetz – in die Vakuumkammer ausgetrieben und dort abgesaugt wird. Letztlich wird dadurch die mobile Phase entgast. Der Unterdruck in der Vakuumkammer wird durch die Vakuumpumpe erzeugt und mikroprozessor-gesteuert mittels Drucksensor überwacht. Die mobile Phase verlässt den Online- Degasser und wird der HPLC- Pumpe zugeführt.

In Betriebnahme des Degassers

Auspacken

Packen Sie vorsichtig den Degasser aus und überprüfen Sie das Gerät auf äußerlich sichtbare Beschädigungen, welche eventuell durch den Transport verursacht worden sind. Melden Sie Beschädigungen bzw. fehlende Teile sofort.

Verwenden Sie die nachfolgende Lieferumfangsliste zur Vollständigkeitsüberprüfung..

Lieferumfang

Die Lieferung besteht aus:

- Mehrkanal Online Degasser
- Benutzerhandbuch
- Netzkabel mit Kaltgerätestecker
- 3 (1,5) m PTFE Schlauch AD 1/8", ID 1,5 mm
- 2 (1) m PTFE NoOx™ Schlauch
- Einmalspritze, 2 (10) ml
- 4 (2) NoOx™ Fittingkits

Die Maß- und Mengenangaben in Klammern stehen für den semipräparativen 2-Kanal Degasser.

Anschluss und Inbetriebnahme

Lösungsmittel/ Mobile Phase

Verwenden Sie ausschließlich Lösungsmittel der Qualität "HPLC" bzw. "Gradient Grade", um Verunreinigungen im gesamten HPLC- System zu vermeiden.



ACHTUNG

Die KNAUER- Online- Degasser sind ausschließlich für die Verwendung im Ansaugbereich von HPLC- Pumpen konzipiert und dürfen nicht im Druck- Bereich – auch nicht kurzzeitig – verwendet werden, da dies zur Zerstörung der Teflon AF® - Membran führen kann. Druckschäden sind daher aus der Gewährleistung ausgenommen.



Die Degassermembran im Online- Degasser besteht aus Teflon AF®. Wie bei älteren Fabrikaten mit PTFE- Material, so ist auch Teflon AF® inert gegenüber allen herkömmlichen HPLC- Lösungsmitteln. Teflon AF® ist hingegen löslich in perfluorierten Lösungsmitteln wie Fluorinert® FC-75, FC-40 und Fomblin Perfluor- Polyether (Hersteller: Ausimont). Außerdem reagieren Freon® haltige Lösungen mit Teflon AF®. Die Verwendung oben genannter Lösungen führt zur Reaktion und Auflösung der Degasser-Membran und macht damit den Degasser funktionsunfähig !



Handhaben Sie brennbare Flüssigkeiten mit der nötigen Vorsicht! Stellen Sie sicher, dass keine Leckagen in den Lösemittel-Leitungen vorhanden sind (vgl. "Betrieb der 2- und 4-Kanal - Online Degasser", Seite 23, Abschnitt 2). Stellen Sie insbesondere sicher, dass brennbare Gase ausreichend entlüftet werden!

Korrosion



Alle mit der mobilen Phase in Kontakt tretenden Teile sind aus den Materialien Polyether- Ether- Keton (PEEK), Glasfaser- verstärktem Teflon (PTFE) oder Teflon AF® gefertigt. PEEK ist empfindlich gegen Schwefelsäure und einige Lösungsmittel wie beispielsweise Methylenchlorid.

Platzbedarf:

Die Knauer Online Degasser sind als Tischgeräte ausgeführt und werden in einem HPLC- System zwischen Lösungsmittelflasche und HPLC- Pumpe geschaltet. Eine Aufstellhöhe von 165 mm und -breite von 80 mm ist ausreichend. Das Gehäuse ist ca. 310 mm tief (Abmessungen von Front- bis Rückplatte; ohne Anschlüsse). Nach vorn und hinten besteht weiterer Platzbedarf für die Anschlüsse.

Stromversorgung

Das Gerät arbeitet mit jeder Wechselspannung im Bereich von 85 bis 265 V und einer Frequenz im Bereich von 47 bis 63 Hz.

Anschluß der Lösungsmittel- Leitungen

Die Lösungsmittelleitungen werden paarweise gemäß SOP 1 an die Ein- und Ausgangsanschlüsse eines Kanals angeschlossen. Nicht benutzte Kanäle sind mit einem Blindstopfen zu verschließen.

SOP 1 Leitungsanschlüsse

1. Legen Sie eine Standard- HPLC- Teflon- Leitung (1/8" Außendurchmesser/ O.D. x 1/16" Innendurchmesser/ I.D.) vom Lösungsmittel- Gefäß bis zum Online- Degasser.
2. Drücken Sie ein Schlauchende auf eine 1/8"- PEEK- ¼-28- Verschraubung und führen Sie am Ende eine konische Dichtung gemäß Abbildung unten über den Schlauch. Schneiden Sie unter Zuhilfenahme eines Schlauchschneiders (KNAUER Best.-Nr. A0569) das Schlauchende exakt gerade ab.
3. Schrauben Sie die ¼-28- Verschraubung in einen vorderseitigen Anschluß des Degassers. (zum Beispiel Kanal A). Die Flußrichtung durch den Degasser spielt dabei keine Rolle. Kunststoff- Verschraubungen sollten per Hand angezogen werden. Ein Überziehen der Verschraubung – beispielsweise unter Verwendung von Werkzeug - kann zur Zerstörung der Gewinde führen.
4. Wiederholen Sie die Schritte 1 bis 3 bis alle Einlassverschraubungen des Degassers angeschlossen sind.
5. An die Auslassverschraubungen werden in analoger Weise die NoOx™ Schläuche angeschlossen, wobei die SOP 2 zu beachten ist.
6. Wenn alle notwendigen Schläuche am Online- Degasser angeschlossen sind, sollen alle nicht verwendeten Ein- und Ausgänge mit Blindstopfen verschlossen werden. Verwenden Sie die mitgelieferten Stopfen und schrauben Sie diese per Hand auf die offenen Ports.
7. Befüllen Sie anschließend alle Arbeits- Leitungen und Spülen Sie die Teflon- Membranen des Degassers. Dies kann durch Anschluss einer Spritze an die Teflon- Leitung oder an den Spül-Anschluss der HPLC- Pumpe erfolgen. Es sollen ca. 2x 2ml Flüssigkeit beim analytischen oder 2x 10ml beim präparativen Degasser oder so lange Flüssigkeit durchgespült werden, bis die Leitungen luftblasenfrei sind.

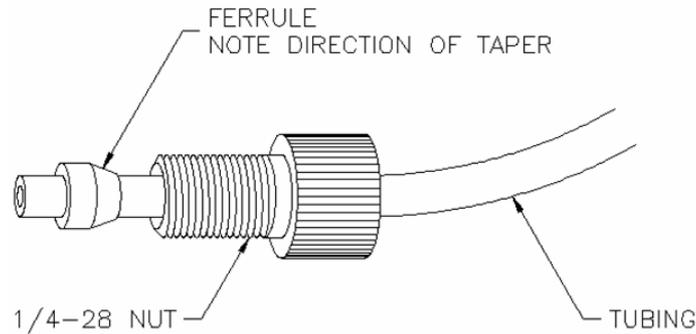


Abb. 4 Anbringen der 1/4-28 – Verschraubung mit Dichtring (Ferrule) auf 1/8“-Standardleitung



VORSICHT:

Spülen Sie die Degasser-Membranen **NIE** indem Sie Flüssigkeit durch den Degasser **DRÜCKEN!** Diese Vorgehensweise kann erheblichen Überdruck erzeugen, der die Degassermembran zerstören kann, obwohl die Teflon AF[®] - Membranen sehr widerstandsfähig sind. Der Maximaldruck auf die Membran beträgt 7 bar (100 psig, 1 mPa).

Verwendung von NoOx[™]-Schläuchen

Die Rückbegasung der mobilen Phase nach einer Online Entgasung ist ein häufig unterschätztes Problem der HPLC. Insbesondere die wegen ihrer chemischen Beständigkeit oft eingesetzten PTFE-Schläuche weisen eine recht hohe Sauerstoffdurchlässigkeit auf.

Die Lösung des Problems bietet die Verwendung von NoOx[™]-Schläuchen. Diese Schläuche werden durch Coextrusion von PTFE (innen) und Polyvinylidenfluorid (außen) hergestellt. So wird die chemische Beständigkeit des PTFE mit der geringen Sauerstoffpermeabilität des PVDF kombiniert.

SOP 2 Anschluss von NoOx[™]-Schläuchen

Zur Befestigung der NoOx[™]-Schläuche ist das NoOx[™]-Fitting Kit erforderlich, das aus einer PEEK-Verschraubung mit Tefzel-Schneidring für 1/8“ AD und einem speziellen PTFE-Einsatz besteht.

1. Führen Sie die PEEK-Verschraubung und den Tefzelschneidring wie bei einem normalen Schlauch auf das Schlauchende.
2. Führen Sie den Einsatz vollständig in das Schlauchende ein. Er verhindert, das Zusammendrücken des NoOx[™]-Schlauches beim Verschrauben sowie den Kontakt des Lösungsmittels mit der äußeren PVDF-Schicht

Die PEEK-Verschraubungen und Tefzel-Schneidringe können auch für andere 1/8“ AD Kapillaren oder Schläuche verwendet werden. Der PTFE-Einsatz wird dann nicht benötigt

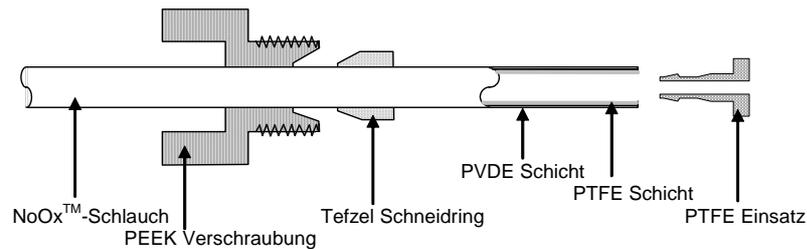


Abb. 5 Anschluss von NoOx™ Schläucheng

Betrieb der 2- und 4-Kanal - Online Degasser

Einschalten des Online- Degassers

1. Schalten Sie das Gerät am Netzschalter auf der Geräterückseite ein.

Sobald das Gerät eingeschaltet ist, kontrolliert ein Mikroprozessor das Signal vom Vakuumsensor, um zu gewährleisten, dass das Vakuum innerhalb des vorgegebenen Bereiches liegt. Während der Anfangsphase regelt der Mikroprozessor die Geschwindigkeit der Vakuumpumpe (hohe Umdrehungszahlen), um schnell den eingestellten Wert für das Vakuum zu erreichen. Sobald das Vakuum unter 100 mg Hg fällt, wird die Pumpengeschwindigkeit langsam reduziert (auf 40 bis 60 Umdrehungen pro Minute). Durch ein leichtes Variieren der Umdrehungszahl kann das Vakuum somit trotz wechselnder Bedingungen konstant gehalten werden.

Während der Startphase, bis zum Erreichen des vorgegebenen Vakuumwertes, leuchtet die orangefarbige STATUS LED. Dieser Vorgang dauert in der Regel maximal 30 Sekunden. Sobald der Vakuumwert erreicht ist, erlischt die orange LED und die grüne VACUUM LED leuchtet auf. Es kann von der Betriebsbereitschaft des Degassers ausgegangen werden.

Wenn Sie überprüfen möchten, ob die Vakuumpumpe arbeitet, können Sie auch einfach überprüfen, indem Sie Ihre Hand auf die Gehäuseoberseite legen. Eine leichte Vibration des Motors ist dort spürbar.

2. Fördern Sie Lösungsmittel durch das System und kontrollieren Sie, ob Lecks / Undichtigkeiten an den Degasseranschlüssen zu beobachten sind.

Falls eine undichte Stelle zu beobachten ist, versuchen Sie, mit einer 1/8 Umdrehung vorsichtig die Verschraubung anzuziehen. Sollte die Undichtigkeit sich dadurch nicht beseitigen lassen, entfernen sie die Verschraubung und kontrollieren sie diese. Sind keine Beschädigungen bzw. Verformungen am Dichtring und an der Verschraubung zu erkennen, versuchen Sie, diese noch einmal zu verwenden. Falls sich die Undichtigkeit dadurch nicht beseitigen lässt, ersetzen Sie die Verschraubung und den Dichtring und installieren Sie erneut die Schlauchverbindung.

Der Degasser arbeitet bei einem konstanten Vakuumwert von 50 mm Hg (67 mbar). Dies wird durch die variable Anpassung der Vakuumpumpengeschwindigkeit erreicht.



Die Vakuumpumpe wurde so konstruiert, dass ein kontinuierlicher Dauerbetrieb von 5 Jahren möglich ist. (U.S. Patent 6,248,157).

Da das Vakuum und die Pumpengeschwindigkeit ständig durch den integrierten Mikroprozessor überwacht werden, können abweichende Bedingungen, durch eventuell auftretende Undichtigkeiten, sofort diagnostiziert werden.



Wird eine undichte Stelle durch Verlust des Vakuums diagnostiziert (die Pumpe fördert mit mehr als 300 Umdrehungen pro Minute über einen Zeitraum von mehr als 30 Minuten), erfolgt eine automatische Abschaltung der Pumpe und die orange STATUS LED leuchtet auf.

Solange der Degasser in Betrieb ist und keine Störungen vorliegen, bleibt das Vakuum konstant und die Lösungsmittel werden kontinuierlich entgast.

3. Wenn Sie ihre HPLC Pumpe stoppen, schalten Sie auch Ihren Degasser ab. Dabei werden die Vakuumkammern langsam wieder belüftet. Realisiert durch einen minimalen Luftstrom, verhindert dies gleichzeitig die Wahrscheinlichkeit der Kondensation von Lösungsmittelgasen in den Vakuumschläuchen oder dem Pumpenkopf.
4. Um einen Lösungsmittelwechsel im Degasser vorzunehmen, spülen Sie mit einer Flüssigkeit, in der beide Lösungsmittel löslich sind. Für diesen Zweck ist z.B. 2-Propanol zu empfehlen. Da die Degasserkammern nur ein sehr geringes Volumen aufweisen (480 µl für die analytische Version / 7,7 ml für die semipräparative Version) sind nur geringe Mengen an Lösungsmitteln zum Spülen nötig.



Das Spülen des Degassers ist auf Grund des geringen Kammer Volumens relativ einfach. Mit einer Flussrate von 2 ml/min kann mit Hilfe der Pumpe leicht die Degasserkammer für 1 bis 2 Minuten gespült werden (480 µl Kammervolumen). Bei Verwendung eines semipräparativen Degassers erhöht sich die Zeit in Abhängigkeit von der verwendeten Flussrate (Kammervolumen 7,7 ml).

Start-up- Test und Pumpenfunktion

Unmittelbar mit dem Einschalten beginnt der Mikroprozessor das Vakuum zu überwachen und schaltet die Vakuumpumpe auf hohe Drehzahl, um die Kammern rasch vom Atmosphärendruck auf den Arbeitsdruck herunterzulegen. Erreicht das Vakuum den voreingestellten Wert, wird die Drehzahl der Vakuumpumpe reduziert auf etwa 40 bis 60 U/min und schwankt je nach Entgasungsleistung leicht in diesem Bereich, um so ein praktisch stabiles Vakuum (50 ± 0.5 mm Hg) zu erzeugen. Dieser hysteresefreie (zero hysteresis, constant run ZHCR®-) Modus ist nur wegen der extrem geringen Masse der Teflon AF®-Degassermembran möglich. Nur das ZHCR®- Design garantiert eine vom Degasser unbeeinflusste Basislinie in der HPLC.

Smart- Leckage- Prüfung

Ein zusätzlicher Vorteil, der durch die kontinuierliche Kontrolle des Vakuums mit Hilfe des Mikroprozessors und Nachregeln der Pumpenleistung realisiert werden kann, ist die Leckdetektion. Das Leckdetektionsprinzip beruht auf der Beobachtung und Kontrolle der Pumpengeschwindigkeit. Sollte ein Leck innerhalb der Kammer auftreten, so wird über den Mikroprozessor automatisch die Pumpengeschwindigkeit erhöht, um das Vakuum aufrecht zu erhalten. Schafft die Pumpe durch zusätzliche Pumpenleistung das geforderte Vakuum nicht in einem Zeitraum von 30 Minuten nicht, so leuchtet die orange STATUS LED und zeigt damit ein mögliches Leck im System an. Das Gerät wird automatisch abgeschaltet und geht in den „Sicherheitsmodus“.

Prinzip des Degassers mit Teflon AF® - Membranen

Die Teflon AF® - Membran ist eine Neuentwicklung mit Eigenschaften, die es bislang im Bereich der Fluorpolymere nicht gab. Die vollständig amorphe Natur dieses Fluorpolymers und seine molekulare Struktur erzeugen eine Porosität von molekularer Größenordnung, wie sie von mechanisch extrudiertem PTFE nicht bekannt ist. Auch werden keine weiteren Extrusionszusätze wie Petroleum u.a. hinzugemischt, die sonst die mobile Phase bis zu ihrem vollständigen Ausbluten verunreinigten.

Teflon AF® ist so unpolar, dass es gleichzeitig solvophob und hydrophob ist. Diese Eigenschaft und das sehr geringe Totvolumen eliminieren die Möglichkeit der Lösungsmittelübertragung von einer Vakuumkammer zur nächsten vollständig.

Teflon AF® wurde bereits seit einigen Jahren in optischen Geräten im HPLC- Bereich verwendet, ohne Nachteile im Zusammenhang mit gängigen HPLC- Lösungsmitteln zu zeigen. Bekannt dagegen ist, dass Teflon AF® sich in einigen Lösungsmitteln auflöst (vgl. Vorsichtsmaßnahmen) und darf nicht zu deren Entgasung verwendet werden!

Teflon AF® ist im Gegensatz zu PTFE zu einem gewissen Grade für Wasserdampf durchlässig. Während die Vakuumpumpe im Online-Degasser Flüssigkeiten und Dämpfe kontinuierlich entfernt, kann es im Degassekanal durch Wasserentzug über einen längeren Zeitraum jedoch zur Auskristallisation von Pufferanteilen kommen. Dieselben Vorsichtsmaßnahmen wie bei HPLC- Pumpen kommen hier zum Einsatz, vgl. auch SOP 4 „Kurzzeitiges Abschalten“.

Zusammenfassung für den Degasser- Betrieb

SOP 3 Betrieb des Online- Degassers

1. Wählen Sie für jedes verwendete Lösungsmittel einen Kanal und füllen Sie diesen mit dem Lösungsmittel.
2. Stellen Sie sicher, dass der Degasser wie unter "Vorbereitungen" beschrieben ordnungsgemäß zum Betrieb vorbereitet wurde.



VORSICHT:

Schließen Sie den Online- Degasser niemals an den Ausgang einer HPLC- Pumpe, sondern immer an deren Eingang an. Der hohe Ausgangsdruck kann zu einer irreversiblen Schädigung der Degasser- Membranen führen !

3. Stellen Sie sicher, dass alle Leitungen zu Ihrem Injektionsventil, zur Säule und zum Detektor korrekt angeschlossen sind. Stellen Sie außerdem sicher, dass sich Verschlussstopfen auf den nicht benutzten Ports des Degassers befinden.
4. Schrauben Sie die Leitung am Degasser- Ausgang ab und schließen Sie die Entlüftungs-Spritze aus dem Degasser- Beipack an diesen Port an. Ziehen Sie so lange Flüssigkeit hindurch, bis keine Luftblasen mehr in der Teflon- Leitung zu sehen sind. Schließen Sie dann die Leitung am Degasser- Ausgang wieder an.
5. Schalten Sie den Degasser und anschließend die Pumpe mit 1,0 ml/min (präparativ: 20 ml/min) ein. Äquilibrieren Sie das System für 5-10 Minuten. Die kleinen Volumina im Degasser sollten bei Äquilibrierungszeiten nur zu berücksichtigen sein, wenn die Flussrate deutlich unter 1 ml/min beträgt (präparativ: 10ml/min).



Die Verwendung dieses Produktes außerhalb der in diesem Handbuch beschriebenen Anwendungen kann zu Schäden führen, für die der Hersteller nicht haftet! Es wird daher dringend davon abgeraten, den Online- Degasser für andere Verwendungen als den hier beschriebenen einzusetzen!

Erhöhung der maximalen Degasser- Flussrate

Einige organische Lösungsmittel, die in der Reversed- Phase- Chromatographie verwendet werden, gasen bei Mischung mit wässrigen Eluenten aus, wenn sie nicht ordnungsgemäß entgast wurden. Die verwendeten organischen Lösungsmittel sind in der Regel Alkohole (z.B. Methanol), Acetonitril und Tetrahydrofuran. Für Methanol und Wasser genügt in der Regel 1 Kanal, durch den beide Lösungsmittel geschickt werden, so dass nach Mischung in Degasser oder Pumpe bei 60:40 Methanol/ Wasser kein Ausgasen mehr erfolgt, wenn die Flussrate bis 3 ml/min beträgt. Sollte bei variierter Zusammensetzung (Puffer) ein Ausgasen erfolgen oder die Flussrate höher als 3 ml/min sein, dann sollte die organische Phase durch einen zweiten Degasser- Kanal geleitet werden, um zu gewährleisten, dass kein Ausgasen mehr erfolgt. Der Grund liegt in der Eigenschaft vieler organischer Lösungsmittel (z.B. Methanol), mindestens 10 mal mehr Gase lösen zu können als Wasser.

Um eine organische Phase stärker zu entgasen, verbinden Sie den Ausgang des ersten Kanals mit dem Eingang eines zweiten und den Ausgang des zweiten mit dem Eingang der Pumpe. Dieses Vorgehen schaltet zwei Degasser- Kanäle in Reihe und verdoppelt die Degasser- Kapazität für die organische Phase.

Abschalten des Degassers

Es ist zwischen kurzzeitigem und langfristigem Abschalten zu unterscheiden!



Beachten Sie unbedingt alle Vorsichtsmaßnahmen, die in Verbindung mit Gefahrstoffen und solchen Lösungsmitteln stehen, die gefährliche Ablagerungen oder Reaktionsprodukte bilden !

SOP 4 Kurzzeitiges Abschalten (über Nacht und Wochenende)

1. Entfernen Sie kritische Lösungsmittel aus den Degasserkammern und anderen Systemkomponenten durch Spülen mit geeigneten Lösungsmitteln.
2. Nachdem Sie die kritischen Lösungsmittel entfernt haben und die Kapillare des Pumpenausganges direkt mit dem Abfallgefäß verbunden ist, sollte der Degasser mit Isopropanol (2-Propanol) gespült werden.



Beschädigungen des Degassers, die durch die Verwendung von gepufferten Lösungsmitteln verursacht worden sind, unterliegen nicht dem Garantieanspruch.

3. Soll der Degasser und das System mehrere Tage nicht betrieben werden (z.B. keine Benutzung über das Wochenende), so spülen sie vor Beendigung des Betriebes mit Methanol – Wasser (60 / 40 v/v %) und schalten Sie dann den Degasser / das System aus.



Um Systemkontaminationen zu vermeiden sollten Lösungsmittel, die länger als 24 Stunden nicht geschlossen aufbewahrt wurden, ersetzt werden.

4. Soll der Degasser und das System mehrere Tage nicht betrieben werden (z.B. keine Benutzung über das Wochenende), spülen sie vor Beendigung des Betriebes mit Methanol – Wasser (60 / 40 v/v) und schalten Sie dann den Degasser / das System aus.

SOP 5 Langfristiges Abschalten

1. Führen Sie die unter Punkt 1 und 2 für die kurze Abschaltung vorgegebenen Schritte durch.
2. Entfernen Sie die Säule und verbinden Sie die Kapillare des Pumpenausgangs direkt mit einem Abfallgefäß und spülen Sie den Degasser mit Wasser und dann mit Isopropanol.
3. Schalten Sie den Degasser aus und entfernen Sie die Verbindungsschläuche zum Degasser. Ein Ausblasen des Lösungsmittels aus den Degasserkammern mit Laborgas (Trocknen des Degassers) kann durchgeführt werden. Alle Ein- und Ausgänge des Degassers sollten mit den dafür vorgesehenen Blindverschraubungen verschlossen werden.
4. Bewahren Sie den Degasser an einem sauberen und trockenen Ort auf.
5. Bevor sie den Degasser wieder verwenden, spülen Sie ihn mit einem entsprechenden Lösungsmittel (z.B. Isopropanol). Wird die Säule wieder eingebaut, vergewissern Sie sich, dass der Degasser mit der entsprechenden mobilen Phase gespült wurde.

Wartung des Online- Degassers

Wenn Sie regelmäßig vorbeugende Wartungsarbeiten durchführen, können Sie die Lebensdauer erhöhen und den störungsfreien Betrieb des Degassers gewährleisten.

SOP 6 Vorbeugende Wartung

Um sicher zu gehen, dass der Degasser konstant mit maximaler Leistungsfähigkeit arbeiten kann, sollten folgende vorbeugende Wartungsarbeiten durchgeführt werden:

1. In Anlehnung an die Standardlaborpraxis für sauberes Arbeiten.
 - Verwenden Sie nur hochreines Lösungsmittel (bevorzugt HPLC Grade) als mobile Phase. Wasser als Lösungsmittel sollte ebenfalls diesem Standard entsprechen bzw. gefiltert und deionisiert sein.
 - Filtrieren Sie alle Lösungsmittel, um Verstopfungen / Blockierungen zu vermeiden.
2. Benutzen Sie nur hochreines Gas, um damit den Degasser zu trocknen.
 - Vergewissern Sie sich, dass alle neuen verwendeten Kapillaren und Schläuche passiviert sind und ausreichend durchgespült wurden, bevor Sie die Kapillaren installieren.
 - Beachten Sie die Hinweise zur Abschaltung im vorherigen Kapitel.
3. Die Oberfläche des Gerätes kann mit einem sauberen, feuchten Lappen erfolgen. Reinigen Sie unverzüglich auf oder in der Nähe des Gerätes verschüttete Chemikalien mit den jeweils für diese Stoffe vorgeschriebenen Vorgehensweisen. Einige Stoffe können sonst Gehäuse- Schäden verursachen oder die Funktion des Gerätes negativ beeinflussen.

Routine- Wartung

Die routinemäßige Wartung beinhaltet das Ersetzen von normalen Verschleißteilen, wenn eine Abnutzung, durch ein Nachlassen der Leistungsfähigkeit, erkennbar ist.



Sollte ein Problem mit dem Degasser auftreten, überprüfen Sie es mit Hilfe der Tabelle zur Fehlersuche, bevor Sie den Service kontaktieren.



Entfernen Sie niemals das Gehäuse vom Degasser / Smartline Manager 5000. Alle Teile, die für die Überprüfung und Wartung des Degassers durch den Anwender zugänglich sein müssen, befinden sich ausserhalb des Gehäuses.



WARNUNG:

Schäden am Degasser durch präzipitierte Puffer- Salze oder Schäden, die hiermit in Verbindung stehen, sind explizit von der Geräte- Garantie ausgenommen.

Fehlerbehebung (Troubleshooting)

Problem	Ursache	Lösung
Das Gerät ist angeschaltet, aber alle 3 LEDs leuchten nicht und das Gerät hat keinen Strom.	Sicherung durchgebrannt	Nehmen Sie Kontakt zum Service auf.
Orange STATUS LED leuchtet ständig und die Pumpe hat eine hörbar hohe Geschwindigkeit.	Pumpe befindet sich im Startprozess oder die Entgasungsleistung musste erhöht werden .	Normale Arbeitsweise der Pumpe. Dauert dieser Prozess länger, so könnte dies auf einen Fehler im System hindeuten
Orange STATUS LED leuchtet alternierend im Abstand von 1 s auf und die Vakuumpumpe ist aus.	Möglicherweise ein Systemleck.	Nehmen Sie Kontakt zum Service auf.
Orange STATUS LED leuchtet alternierend im Abstand von 2 s für 1 s auf und die Vakuumpumpe ist in Betrieb.	Möglicherweise eine Störung des Mikroprozessors oder des Überwachungssystems.	Nehmen Sie Kontakt zum Service auf.
Gibt es eine Möglichkeit die korrekte Arbeitsfähigkeit des Degasser zu überprüfen, wenn die POWER und VACUUM LED leuchten, aber die Pumpe nicht zu hören ist?	Aufgrund des Degasseraufbaus und der Pumpenkonstruktion ist die Pumpe bei niedrigen Umdrehungszahlen kaum zu hören, obwohl das Vakuum gut ist und der Entgasungsprozess stattfindet.	Vergleichen Sie die Basislinie von nicht entgastem Methanol bei 215 nm mit der Basislinie von entgastem Methanol. Bei korrekter Funktionsweise des Degassers sollte das Rauschen der Basislinie des nicht entgasten Methanols deutlich stärker sein.
Luftblasen erscheinen in den Lösungsmittelschläuchen des Degasserausganges.	Lose oder beschädigte Verschraubungen.	Kontrollieren Sie die Eingangs- und Ausgangverschraubungen. Gegebenenfalls ersetzen Sie die alten Verschraubungen.
Kein Lösungsmittelfluss.	Luft im Pumpenkopf.	Spülen Sie den Pumpenkopf.
	Falls eine Pufferlösung für längere Zeit im Degasser stehen gelassen wurde, kann es zu Verstopfungen im Degasser gekommen sein.	Benutzen sie eine andere Degasserkammer. Versuchen Sie vorsichtig Wasser in die blockierte Degasserkammer zu spülen, um den Puffer aufzulösen. Falls dies nicht hilft, kontaktieren Sie den Service.

Technische Daten

	A 5327 analytisch	A 5328 semi-präparativ
Abmessungen	85 x 165 x 315 mm (B x H x T)	
Gewicht [kg]	2,3	2,5
Stromversorgung	85-265 V, 47 – 63 Hz, 20 W	
Kanäle	4	2
Degasser- Funktion	Gaspermeation durch eine Fluoropolymer- membrane	
Innendurchmesser der Teflon AF® Kapillaren [mm]	1,14	1,77
Maximale Flussrate ¹ [ml/min]	10,0	50,0
Druckabfall ² [mm Hg /ml/min]	1,37	
Max. Druckbeständigkeit	7 bar	
Degasserkapazität	~25% gelöste Gase verbleiben in 60:40 MeOH/Wasser- Gemisch bei 1 ml/min.	
Totvolumen [µl]	~480 pro Kanal	~7.700
benetzte Materialien	PEEK, Glas-gefülltes PTFE, Teflon AF®	
Arbeitsbereich:		
Lösungsmittelbeständigkeit	universell, mit Ausnahme von Salzsäure und von halogenierten Kohlenwasserstoffen - insbesondere Hexafluorisopropanol (HFIP)	
Umgebungstemperatur	10 bis 35 °C	
Umgebungsluftfeuchte (relative Luftfeuchte)	20 bis 80 % rel. Luftfeuchte, nicht kondensierend	
Betriebshöhe	0 bis 2000 m	
Innen- / Aussenbetrieb	nur innerhalb geschlossener Räume verwenden !	
Lagerbedingungen:		
Umgebungstemperatur	-20 bis +60 °C	
Umgebungsluftfeuchte (relative Luftfeuchte)	20 bis 80 % rel. Luftfeuchte, nicht kondensierend	
Lagerhöhe	0 bis 12000 m	

- ¹⁾ Maximal empfohlene Flußrate, um eine 60:40 Methanol-/Wasser-Mischung am Ausgasen zu hindern. Diese Angabe basiert auf Niederdruckmischung und niedriger Flussrestriktion vor der HPLC-Pumpe. MeOH/Wasser- Mischung stellt eines der gravierendsten Ausgasungsprobleme dar. Aus diesem Grund steigt die max. Flussrate beispielsweise mit Acetonitril/Wasser- Gemischen an. Obwohl die maximale Flussrate auch bei Hochdruckmischung höher gewählt werden kann, ist die Verwendung eines Degassers immer noch notwendig.
- ²⁾ Berechneter Gegendruck der Teflonleitung pro Flussleistung bei vorausgesetzter laminarer Strömung und einer Viskosität von 1,0 cP. Die Ein- und Auslassverschraubungen können zum Gesamtdruckabfall beitragen, sind in dieser Abschätzung jedoch nicht enthalten.

Warranty statement

The warranty period of the multichannel online degasser is 12 months beginning from the date of dispatch from Berlin. Operation inconsistent with manufacturer's instructions or damage caused by unauthorized service personnel are excluded from guarantee. Damage caused by blockages and wear and tear parts such as fuses and seals are not covered by the guarantee. Defective degassers should be sent to the manufacturer for repair.

Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert KNAUER GmbH
Hegauer Weg 38
D-14163 Berlin
Tel: 030 – 809 727 – 0
Fax: 030 – 801 50 10
e-mail: info@KNAUER.net
www.KNAUER.net

If we find a defect covered by the guarantee, repair or replacement, at our discretion, will be carried out free of charge. Packing and transport costs are borne by the purchaser.

Gewährleistungsbedingungen

Die werksseitige Gewährleistung für die Mehrkanal Online Degasser beträgt ein Jahr ab Versanddatum. Unsachgemäße Bedienung des Gerätes und Folgen einer Fremdeinwirkung sind hiervon ausgenommen. Ebenso sind Verschleißteile wie z. B. Sicherungen, Dichtungen, Lampen und Verstopfungsschäden sowie Verpackungs- und Versandkosten von der Gewährleistung ausgenommen. Bitte wenden Sie sich bei Fehlfunktionen Ihres Degassers direkt an das Herstellerwerk:

Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert KNAUER GmbH
Hegauer Weg 38
D-14163 Berlin
Tel: 030 – 809 727 – 0
Fax: 030 – 801 50 10
e-Mail: info@KNAUER.net
www.KNAUER.net

Die Verpackung unserer Geräte stellt einen bestmöglichen Schutz vor Transportschäden sicher. Prüfen Sie dennoch jede Sendung sofort auf erkennbare Transportschäden. Bitte wenden Sie sich im Falle einer unvollständigen oder beschädigten Sendung innerhalb von drei Werktagen an das Herstellerwerk. Bitte unterrichten Sie auch den Spediteur von etwaigen Transportschäden.

Declaration of conformity

Konformitätserklärung

**Manufacturer's name and address:
Herstellername und -adresse**

Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert KNAUER GmbH
Hegauer Weg 38
14163 Berlin, Germany

Multichannel online degasser

Order Numbers, Bestellnummern: **A 5327** and **A 5328**

complies with the following requirements and product specifications:

- Low Voltage Ordinance (73/23/EWG)
EN 61010-1 (08/2002)
- Engineering Guidelines (89/392/EWG)
- EMC Ordinance (89/336/EWG)
EN 6100-3-2 (10/2006)
EN 61326-1 (10/2006)

entspricht den folgenden Anforderungen und Produktspezifikationen:

- Niederspannungsverordnung (73/23/EWG)
EN 61010-1 (08/2002)
- Maschinenrichtlinie (89/392/EWG)
- EMV-Verordnung (89/336/EWG)
EN 6100-3-2 (10/2006)
EN 61326-1 (10/2006)

The product was tested in a typical configuration.
Das Produkt wurde in einer typischen Konfiguration geprüft.

Berlin, 2007-03-30



Alexander Bünz (Managing Director)

The CE Shield is attached to the rear of the instrument.
Das Konformitätszeichen ist auf der Rückwand des Gerätes angebracht.

