

Der HPLC-Tipp im April

Ein paar Infos zum Inneren eines UV-Detektors

von Dr. Stavros Kromidas, Blieskastel

Der Fall

Wir erleben seit ca. 10 Jahren einen unaufhaltsamen Siegeszug der HPLC/MS-Kopplung. In Forschungsbereichen ist sie nicht mehr weg zu denken, die Vorteile liegen auf der Hand. In der Routine ist andererseits der UV-Detektor nach wie vor die Nummer 1 unter den Detektoren. Wir wollen heute einen Blick in den UV-Detektor hinein werfen: An was sollte man beim Auftreten von Problemen denken?

Die Lösung

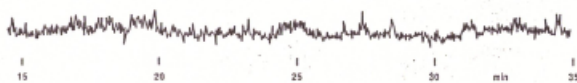
Die nachfolgenden Infos und Tipps richten sich vor allem an KollegInnen, die „Hand“ an das Gerät legen möchten/dürfen.

Die erste Maßnahme:

Im Falle von Drift und/oder Buckel in der Basislinie kann als erstes die Zelle gereinigt werden. Dies geschieht manuell mit einer Spritze: 2-3 mal mit heißem Wasser und anschließend mit Methanol durchspülen. Sollte dies nicht helfen, heißt die „brutale“ Variante: Fenster ausbauen und mit Chromschwefelsäure spülen. Mit der Zeit kann nämlich ein Belag entstehen, der zu einer Verringerung der nutzbaren Lichtenergie führt. Übrigens: Wenn Schmutz in der Zelle/Optik sich befindet, kann durch Streulicht der lineare Bereich eines DAD's sich merklich verkleinern.

Einige Details zu den einzelnen Teilen:

Generelle Bemerkung: Optik geht schneller kaputt als Elektronik; so kann die Lampe in worst case von „jetzt auf gleich“ hinüber sein, bzgl. restlicher Optik (Spiegel, Linsen) handelt es sich eher um einen schleichenden Prozess. Probleme in der Optik inkl. Lampe machen sich häufig in einem hochfrequenten Rauschen der Basislinie bemerkbar, in etwa:



Spiegel:

Der Spiegel kann mit der Zeit „blind“ bzw. trüb werden; man könnte – möchte man ihn weiterhin verwenden - ihn etwas verdrehen, so dass die Trübung eben sich nicht mehr in der Mitte befindet. Man kann den Spiegel wie folgt reinigen: Etwas Spüli + 1 Tropfen Wasser und mit dem Zeigefinger vorsichtig reiben. Anschließend mit der Spritzflasche von oben nach unten mit Wasser abspülen, das Wasser perlt ab. Das Restwasser am Rande kann schließlich mit Saugpapier aufgesaugt werden. In diesem Zusammenhang: Ein Monochromator ist tabu, lassen Sie lieber die Finger davon. Den Spiegel sollte man alle 5-6 Jahre austauschen. Empfehlung: Wenn Sie Probleme mit dem UV-Detektor haben: Erst den Spiegel für ca. € 400,00 austauschen und nicht gleich eine neue Deuteriumlampe kaufen. Es kann sein, dass

Sie nach dem Spiegeltausch noch lange mit der vorhandenen Lampe arbeiten können

Platine:

Die Platinen sind normalerweise äußerst langlebig: Sie können gut und gerne 10-15 Jahre lang ihren Dienst leisten. Häufiges Problem hier: Staub. Man könnte evtl. mit einem kleinen Pinsel/Staubsauger den Staub entfernen. Sehr, sehr selten könnten Platinen(Sitze) evtl. korrodieren.

Linsen:

Sie werden mit der Zeit trübe, noch unangenehmer: Es kann passieren, dass manches Salzkriställchen oder manche Substanz sich dort „einbrennt“. In diesem Fall hilft nur austauschen.

Das Fazit

Bei den ersten Problemen mit einem UV-Detektor würde ich zuerst mit Hilfe der Diagnosefunktion die Lichtenergie überprüfen. Nach ca. 1.800-2.500 (oder länger!) Stunden kann es sein, dass Sie eine neue Deuteriumlampe brauchen. Ist die Energie OK, würde ich als nächstes den Detektor mit MeOH (evtl. Isopropanol) und heißem Wasser spülen. Bleiben die Probleme wie hochfrequentes Rauschen und ungerade Basislinie bestehen, würde ich in folgender Reihenfolge überprüfen lassen: Spiegel, Linsen, Platine.