

Bedienungsanleitung/Operating Manual

Manuelles TIC-Feststoffmodul

Manual TIC solids module

multi N/C 3100/2100S/UVHS



Hersteller Analytik Jena AG
 Konrad-Zuse-Str.1
 07745 Jena · Deutschland
 Telefon + 49 3641 / 77 70
 Fax + 49 3641 / 77 92 79
 E-Mail info@analytik-jena.de

Service Analytik Jena AG
 Konrad-Zuse-Str. 1
 07745 Jena · Deutschland
 Telefon + 49 3641 / 77 74 07 (Hotline)
 E-Mail service@analytik-jena.de

Allgemeine
Informationen <http://www.analytik-jena.com>

Copyrights und
Warenzeichen multi N/C und multiWin sind in Deutschland eingetragene Warenzeichen der Analytik Jena AG. Microsoft und Windows sind eingetragene Warenzeichen der Microsoft Corp. Auf die Kennzeichnung ® oder TM wird in diesem Handbuch verzichtet.

Dokumentationsnummer 11-0301-001-23

Ausgabe 01.17

Ausführung der
Technischen
Dokumentation Analytik Jena AG

© Copyright 2017, Analytik Jena AG

Inhaltsverzeichnis

1	Grundlegende Informationen	3
2	Sicherheitshinweise	4
	Sicherheitshinweise für den Umgang mit Phosphorsäure	4
3	Technische Daten	5
4	Messverfahren der TIC-Analyse	5
5	Aufbau des Manuellen TIC-Feststoffmoduls	6
5.1	TIC-Reaktionskammer	6
	Flusseinstellung des Trägergasstrom	6
5.2	Säurezufuhr	7
5.3	Messgastrocknung und Reinigung	7
5.4	Anschlüsse	8
6	Bedienung	9
6.1	Manuelles TIC-Feststoffmodul und Analysator vorbereiten	9
	multi N/C 2100S und multi N/C UV HS	9
	multi N/C 3100	9
6.2	TIC-Messung ausführen	9
7	Wartung und Pflege	12
7.1	Wartungsintervalle	12
7.2	Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln	12
7.3	Halogenfalle erneuern	13
7.4	TIC-Reaktor reinigen	13

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1	Manuelles TIC-Feststoffmodul.....	3
Abb. 2	TIC-Reaktor des Manuellen TIC-Feststoffmoduls	6
Abb. 3	Flussmesser für den Sauerstoffstrom.....	6
Abb. 4	Dosierpumpe für Säure am manuellen TIC-Feststoffmodul	7
Abb. 5	Komponenten zur Messgastrocknung und –reinigung am Manuellen TIC-Feststoffmodul	8
Abb. 6	Anschlüsse am Manuellen TIC-Feststoffmodul.....	8

1 Grundlegende Informationen

Das Manuelle TIC-Feststoffmodul ermöglicht die Bestimmung von TIC in Feststoffen in Verbindung mit dem multi EA 4000 bzw. den multi N/C 3100/2100/2100S/UVHS.

Das Ansäuern der Proben und das Austreiben des TIC erfolgt bei erhöhten Temperaturen. Das Messgas wird mit dem Trägergas zum Detektor des Grundgerätes geschoben.

Das Manuelle TIC-Feststoffmodul ist nur für die manuelle Probenzufuhr konzipiert. Eine Automatisierung mit einem Probengeber ist nicht möglich.



Abb. 1 Manuelles TIC-Feststoffmodul

2 Sicherheitshinweise



WICHTIG

Diese Benutzeranleitung gilt nur in Zusammenhang mit folgenden Dokumenten:

- Benutzeranleitung multi N/C 2100/2100S/3100/UVHS
- Softwarehandbuch der Steuer- und Auswertesoftware multiWin

Beachten Sie insbesondere die Hinweise in den Kapiteln „Sicherheitshinweise“ der Benutzeranleitungen. Die dort gegebenen Hinweise gelten sinngemäß uneingeschränkt auch für Manuelle TIC-Feststoffmodul. Auf spezielle Gefahren, die vom Manuellen TIC-Feststoffmodul ausgehen, wird in den folgenden Kapiteln hingewiesen.

Sicherheitshinweise für den Umgang mit Phosphorsäure

Bei der Analytik kommt ortho-Phosphorsäure zum Einsatz. Beachten Sie unbedingt die entsprechenden Vorschriften und die Hinweise in den EG-Sicherheitsdatenblättern der Hersteller bezüglich Lagerung, Handhabung, Einsatz und Entsorgung.

Beachten Sie beim Umgang mit ortho-Phosphorsäure insbesondere folgende Hinweise:

- Die konzentrierte Säure kann starke Verätzungen und Reizungen hervorrufen!
 - Tragen Sie beim Umgang mit konzentrierten Säuren unbedingt Schutzbrille und Schutzhandschuhe!
 - Sorgen Sie in den Laborräumen für ausreichende Lüftung.
 - ortho-Phosphorsäure darf nicht in die Kanalisation, in Oberflächenwasser oder in das Grundwasser gelangen! Für die Entsorgung sind die jeweils zutreffenden Vorschriften genau zu beachten.
 - Lagern Sie die konzentrierten Säuren nur im Originalbehälter! Beachten Sie die Hinweise auf den Etiketten.
-



WICHTIG

Führen Sie bei Verätzungen durch Säure sofort folgende Erste-Hilfe-Maßnahmen durch:

- bei Verätzungen der Haut:
Kontaminierte Kleidung und Schuhe sofort ablegen, betroffene Hautpartien mit Polyethylenglycol 400 abtupfen, anschließend gründlich mit reichlich Wasser abwaschen.
- bei Verätzungen der Augen:
Augen mit geöffneter Lidspalte mehrere Minuten unter fließendem Wasser ausspülen (mind. 10 Minuten), anschließend sofort einen Augenarzt aufsuchen (auch wenn keine unmittelbaren Symptome auftreten).
- bei Verätzungen der Atmungsorgane:
Betroffenen sofort an die frische Luft bringen.
- bei Verschlucken:
Viel Wasser zu trinken geben (ggf. mehrere Liter). Erbrechen vermeiden (Perforationsgefahr). Keine Neutralisationsversuche.

Suchen Sie in jedem Fall sofort nach Durchführung der Erste-Hilfe-Maßnahmen einen Arzt auf!

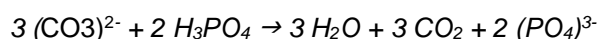
3 Technische Daten

Allgemeine Kenndaten	
Bezeichnung/Typ	Manuelles TIC-Feststoffmodul
Abmessungen	300 x 500 x 550 mm
Masse	ca. 10 kg
Verfahrensdaten	
Messverfahren	TIC
Detektion	NDIR (gekoppelt mit VITA-Verfahren)
Probenmenge	bis 3000 mg
Gasversorgung	Sauerstoff mind. 2.5 2 – 4 bar
Elektrische Kenngrößen	
Anschluss	230 V AC, optional 115 V AC, 50/60 Hz
Absicherung	230 V: T10 A H 115 V: T10 A H (Nur Originalsicherungen der Analytik Jena AG verwenden)
mittlere typische Leistungsaufnahme	415 VA
Funkentstörung (Elektromagnetische Verträglichkeit)	in Übereinstimmung mit den Bestimmungen nach EN 55011 Gruppe 1, Klasse B funkentstört (nach EN 61326-1 zum Gebrauch in grundlegender elektromagnetischer Umgebung geeignet)

4 Messverfahren der TIC-Analyse

Bei der TIC-Analyse wird der gesamte anorganische Kohlenstoff aus Carbonaten und Hydrogencarbonaten in festen oder pulverförmigen Proben erfasst. Cyanide, Cyanate, Isocyanate und Kohlenstoffpartikel werden nicht erfasst.

Zur Bestimmung des anorganischen Kohlenstoffs (TIC) wird einem Aliquot der Probe Säure hinzugegeben. Dadurch zersetzen sich die darin enthaltenen Carbonate/Hydrogencarbonate. Das CO₂ wird ausgetrieben und detektiert. Es findet keine thermische Oxidation statt.



Das Messgas wird im Grundgerät detektiert.

5 Aufbau des Manuellen TIC-Feststoffmoduls

5.1 TIC-Reaktionskammer

Als Reaktor dient ein 50 ml-Erlenmeyerkolben auf den ein TIC-Kopf mit drei Anschlüssen für die Zufuhr der Phosphorsäure, des Sauerstoffs als Trägergas und den Messgasabgang aufgesetzt wird.

Ein Magnetrührwerk mit beheizter Arbeitsplatte sorgt für eine gute Durchmischung der Probe mit der zugeführten Säure und erwärmt sie etwas, um die Reaktion zu beschleunigen.

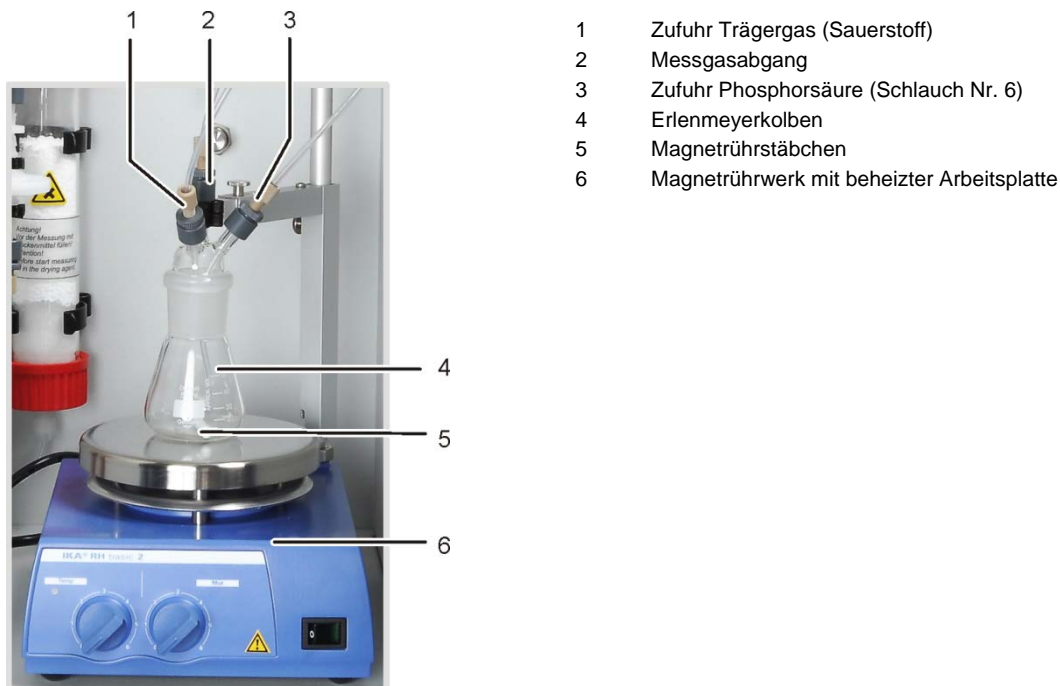


Abb. 2 TIC-Reaktor des Manuellen TIC-Feststoffmoduls

Flusseinstellung des Trägergasstrom

Die Einstellung des Trägergasstroms erfolgt über das Nadelventil „O2“ mit Messglas auf der Rückseite im Innenraum des Manuellen TIC-Feststoffmoduls.

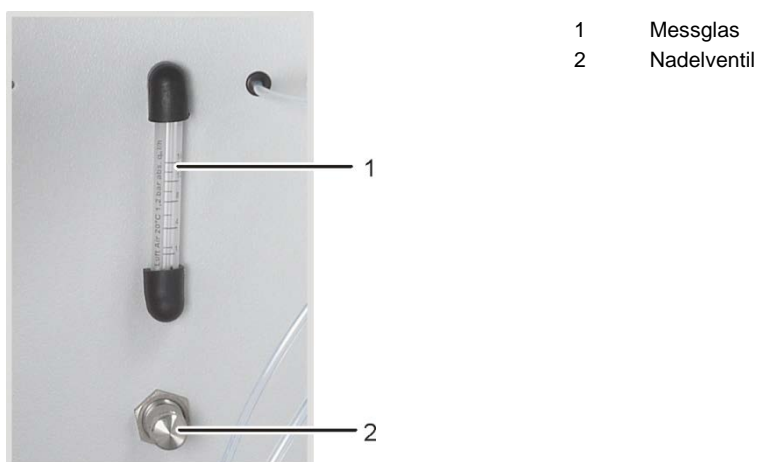


Abb. 3 Flussmesser für den Sauerstoffstrom

5.2 Säurezufuhr

Die Säure wird mit der Dosierpumpe von Hand dosiert. Der Schlauch für die Säurezufuhr zum Reaktor ist mit einem Ventil an der Dosierpumpe angeschlossen. Das Ventil im Hahn der Dosierpumpe ist nach der Säurezufuhr zum Reaktor zu schließen. Damit wird verhindert, dass die Säure versehentlich in den Analysator gesaugt wird.

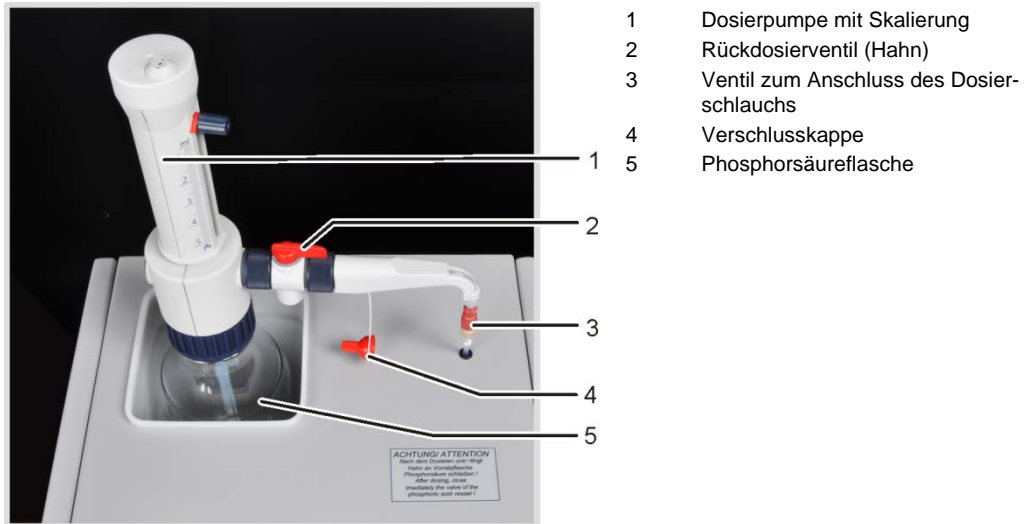


Abb. 4 Dosierpumpe für Säure am manuellen TIC-Feststoffmodul

5.3 Messgastrocknung und Reinigung

Direkt nach dem Reaktor ist das Trockenrohr, gefüllt mit Magnesiumperchlorat als Trockenmittel, in den Gasweg eingebaut.

Auf die Trockenpatrone folgen zwei Wasserfallen. Die größere Wasserfalle (TC-Vorfilter) hält Aerosole im laufenden Betrieb zurück, die kleinere Wasserfalle (Einwegrückhaltefilter) hält aufsteigendes Wasser zurück.

Zur weitgehenden Entfernung störender Bestandteile des Messgases sowie zum Schutz der Detektoren und des Flussmessers im Grundgerät wird eine Halogenfalle verwendet. Das U-Rohr der Halogenfalle ist mit einer speziellen Kupferwolle und Messingwolle gefüllt. Die Füllung der Halogenfalle muss spätestens dann erneuert werden, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt sind.

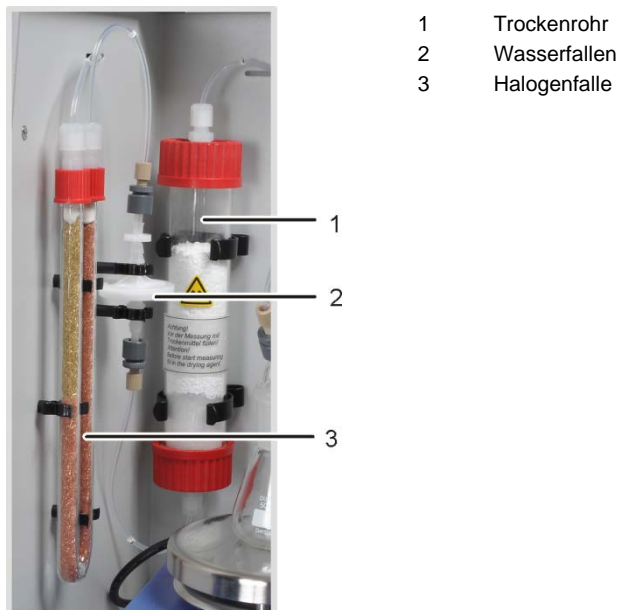


Abb. 5 Komponenten zur Messgastrocknung und –reinigung am Manuellen TIC-Feststoffmodul

5.4 Anschlüsse

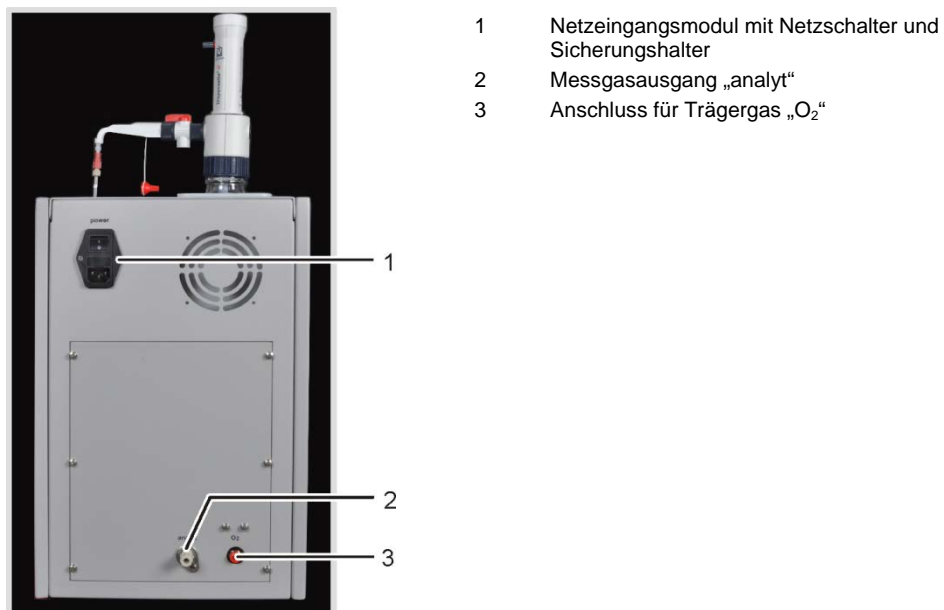


Abb. 6 Anschlüsse am Manuellen TIC-Feststoffmodul

6 Bedienung

6.1 Manuelles TIC-Feststoffmodul und Analysator vorbereiten

Das Manuelle TIC-Feststoffmodul funktioniert nur in Verbindung mit dem Grundgerät. Das Messgas wird im TIC-Reaktor mit Säure angetrieben und mit dem Trägergas (Sauerstoff) zum Detektor geführt.

multi N/C 2100S und multi N/C UV HS

1. Unterbrechen Sie die Gasverbindung zwischen den Anschlüssen „internal“ und „anlyte“ an der Rückseite des Grundgerätes durch Lösen und Entfernen der Schraubverbindung am Anschluss „analyt“.
(Alle anderen Anschlüsse können bestehen bleiben).
2. Verbinden Sie den Anschluss „analyt“ des Manuellen TIC-Feststoffmoduls mit dem Anschluss „analyt“ des TOC-Grundgerätes mit Hilfe des mitgelieferten Schlauchs.

multi N/C 3100

Verbinden Sie den Anschluss „analyt“ des Manuellen TIC-Feststoffmoduls mit dem Anschluss „analyt“ des multi N/C 3100.



VORSICHT!

Stellen Sie sicher, dass der Anschluss „pump“ am TOC-Grundgerät nicht belegt ist.

6.2 TIC-Messung ausführen



WICHTIG

Verwenden Sie für die Analysen nur trockene 50-ml-Erlenmeyerkolben mit einem Normschliff NS 29/32.

Die Probe sollte möglichst fein zerrieben und homogen sein.

Neben den Sicherheitshinweisen für den Analysator im Handbuch des Grundgerätes gelten folgende Hinweise speziell für den Betrieb des manuellen Feststoffmoduls:



WARNUNG für den Umgang mit Phosphorsäure!

Im Reaktorgefäß und in den Schläuchen der Säurezufuhr befindet sich Phosphorsäure! Phosphorsäure reizt Augen, Haut und Schleimhäute!

Mit dem Dispenser langsam dosieren, um einen Überdruck zu vermeiden!

Tragen Sie Schutzhandschuhe und Schutzbrille beim Umgang mit konzentrierter Phosphorsäure! Spülen Sie benetzte Haut sofort mit Wasser ab.



VORSICHT! Betrieb des Magnetrührwerks!

- Heizplatte nicht ohne Aufsicht betreiben!
- Überhitzung des Säurebads vermeiden! Maximale Temperatur auf 80 °C begrenzen.
- Glaskolben in die Mitte der Heizplatte stellen, sodass der Magnet nicht an die Kolbenwand schlägt.
- Rührgeschwindigkeit des Magneten nicht zu hoch einstellen. Verspritzen der Probe an der Kolbenwand vermeiden.

1. Füllen Sie die Säureflasche mit 30 – 40%iger Phosphorsäure und stellen Sie diese in den Kunststoffeinsatz im oberen Gehäuse.
2. Schrauben Sie den Dispenser auf die Flasche. Schließen Sie den säureführenden Schlauch am Ventil und am TIC-Kopf an.
3. Schalten Sie das TOC-Grundgerät und das Manuelle TIC-Feststoffmodul jeweils am Hauptschalter ein.
 - ✓ **Die Statuslampe an den Gerätefronten leuchtet.**
4. Schalten Sie die Heizplatte ein.

Regeln Sie Temperatur mit dem linken Drehschalter der Heizplatte. Es wird eine Temperatureinstellung von ca. 80 °C empfohlen. Wird die Temperatur zu hoch gewählt, verdampft zu viel Wasser, bei zu niedriger Temperatur dauert die Reaktion länger.
5. Starten Sie das Programm multiWin.
6. Aktivieren Sie unter KONFIGURATION / OPTIONEN/ GERÄTEKOMPONENTEN das externe Feststoffmodul.
7. Legen Sie mit dem Menübefehl METHODE / NEU eine neue Methode an.
8. Aktivieren Sie WAAGERECHT-OFEN und IC-MESSUNG.
9. Stellen Sie die Ofentemperatur auf 0 °C ein.
10. Stellen Sie den Sauerstofffluss am Ventil auf 16 l/h ein.
11. Wiegen Sie die fein zerriebene Probe in den Erlenmeyerkolben ein.

Hinweis: Die Probe darf bei der Überführung nicht an der Kolbenwand haften bleiben. Nur der Boden des Erlenmeyerkolbens wird mit Säure bedeckt. An den Wänden anhaftende Probeanteile gehen für die Analyse verloren.
12. Legen Sie den Magnetrührstab vorsichtig in den Erlenmeyerkolben und stellen Sie den Kolben in die Mitte der Heizplatte.
13. Setzen Sie den TIC-Kopf auf den Kolben. Drehen Sie Kolben und TIC-Kopf und drücken Sie beide leicht gegeneinander. Die Schliiffverbindung muss gasdicht sein, damit kein Messgas verloren geht.
14. Starten Sie die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN].
15. Tragen Sie die PROBEN-ID und ggf. einen Namen in die Analysentabelle ein.
16. Legen Sie für die zu messende Feststoffprobe den PROBENTYP fest.
17. Geben Sie ggf. über die Schaltfläche [KOMMENTAR] Erläuterungen zur Messung ein.
18. Öffnen Sie mit [START ►] das Fenster MESSUNG.
19. Starten Sie die Messung durch Anklicken der Schaltfläche [START F2] und folgen Sie den Aufforderungen der Steuer- und Auswertesoftware.

20. Tragen Sie im Fenster PROBE die Probenmenge in [mg] ein. Beobachten Sie im Messfenster den NDIR-Wert. Warten Sie bis dieser ein Maximum durchlaufen hat und verlassen Sie dann das Fenster PROBE mit [OK].
21. Warten Sie auf die Betriebsbereitschaftsmeldung des Analysators.
Vor Beginn der Messung muss der Analysator mit Sauerstoff konditioniert sein. Dazu muss die Luft aus dem Kolben und dem Schlauchsystem verdrängt sein und nur noch Sauerstoff zum Detektor gelangen. Je nach Kolbengröße kann dies bis zu 2 min dauern. Am Ende erfolgt eine AutoZero des Detektors.
22. Klicken Sie nach der Meldung „BITTE MIT „OK“ INTEGRATION STARTEN UND ANSCHLIEßEND SÄURE DOSIEREN.“ auf [OK].
Dosieren Sie zunächst 2 ml Phosphorsäure.
Stellen Sie das Rührwerk langsam auf eine sinnvolle Rührgeschwindigkeit. Die Probe darf dabei nicht an die Kolbenwand geschleudert werden. Vermeiden Sie deshalb ruckartiges oder zu schnelles Bewegen des Rührers.
Geben Sie gleichmäßig in Abhängigkeit von Konzentration und Probenmenge 1 – 3mal jeweils 2 ml Säure zu, bis keine sichtbare Reaktion (Aufschäumen, Gasblasenbildung) mehr erfolgt.



WICHTIG

Da die Freisetzung des CO₂ auch von der Dosiergeschwindigkeit und der Rührgeschwindigkeit des Rührmagneten abhängt, halten Sie bei jeder Messung immer den gleichen Zyklus und die gleichen Geschwindigkeiten ein.

23. Schließen Sie unmittelbar nach der Säurezugabe den Hahn am Säuredispenser.
24. Nach Ende der Messungen erscheinen die Ergebnisse im Analysenreport oder in der gewählten Analysentabelle.
25. Stellen Sie nach Ende der Messung den Rührmagneten ab und öffnen Sie den Kolben: Lösen Sie den TIC-Kopf mit einer Drehbewegung. Führen Sie den Stativarm nach oben, schwenken Sie ihn nach hinten und arretieren Sie ihn in dieser Position.
26. Reinigen und trocknen Sie den Kolben.
27. Schließen Sie während der Messpausen einen trockenen Erlenmeyerkolben an den TIC-Kopf an. Damit wird die Sauerstoffspülung (Konditionierung) erhalten und durch den trockenen Gasfluss das Schlauchsystem von eventuellen Feuchtigkeitsresten befreit.
28. Halten Sie die Heizplatte auf konstanter Temperatur. Schalten Sie den Temperaturregler erst bei längeren Messpausen ab.

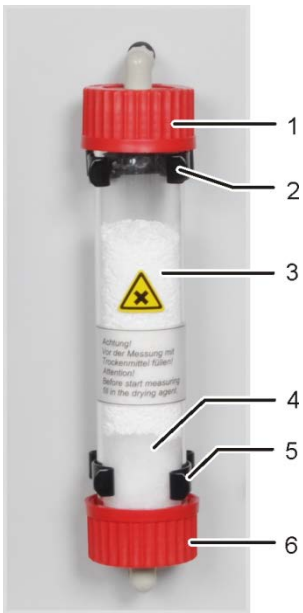
7 Wartung und Pflege

7.1 Wartungsintervalle

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Spritzer von Chemikalien vom Gehäuse entfernen	sofort
TIC-Reaktor (Erlenmeyerkolben) reinigen	nach jeder Probe
Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln	bei Bedarf (Schwärzung oder Verklumpung durch Feuchtigkeitsaufnahme)
Halogenfalle erneuern	wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist
Wasserfallen wechseln	nach Bedarf, spätestens nach 3 Monaten

7.2 Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln

Das Trockenmittel muss bei sichtbarer Wasseraufnahme gewechselt werden. Verfärbten Ruß- oder andere Partikel das Trockenmittel, muss es sofort gewechselt werden.



1; 6 Schraubverschlüsse
2; 5 Halteklammern
3 Trockenmittel (Magnesiumperchlorat)
4 Quarzwolle

1. Lösen Sie die Schraubverschlüsse am Glasrohr.
Achtung:
Die Dichtungen dürfen nicht verloren gehen und müssen in der gleichen Weise wieder eingebaut werden.
2. Entfernen Sie das Trockenmittel und die Quarzwolle.
3. Spülen Sie das Glasrohr aus und trocknen Sie es.
4. Verschließen Sie das untere Ende des Glasrohrs ca. 2 cm dick mit Quarzwolle.
5. Befüllen Sie das Glasrohr mit 50 – 60 g frischem Trockenmittel (Magnesiumperchlorat).
6. Schrauben Sie das Glasrohr fest ein und drücken Sie es zurück in die Halterung. Knicken Sie dabei nicht die Schläuche.

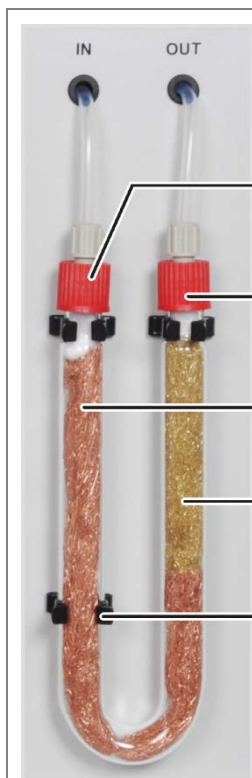
7.3 Halogenfalle erneuern



Vorsicht

Schäden an Optik- und Elektronikbauteilen (Detektoren, Flusssensoren) durch aggressive Verbrennungsprodukte bei verbrauchter Kupferwolle in der Halogenfalle!

Ersetzen Sie die gesamte Füllung der Halogenfalle spätestens dann, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist.



- 1 Gaseingang
- 2 Gasausgang
- 3 Kupferwolle
- 4 Messingwolle
- 5 Klemme

1. Ziehen Sie das U-Rohr aus der Halterung.
2. Schrauben Sie die roten Überwurfmuttern vom U-Rohr ab und ziehen Sie das U-Rohr aus den Klemmen (3) heraus.
3. Ziehen Sie die verbrauchte Kupfer- und Messingwolle mit einer Pinzette oder einem kleinen Haken aus dem U-Rohr heraus.
4. Kontrollieren Sie das U-Rohr auf Risse.

Hinweis:

Verwenden Sie nur ein völlig intaktes U-Rohr wieder!

5. Falls erforderlich spülen Sie das U-Rohr mit Reinstwasser aus und lassen Sie es gut trocknen.
6. Füllen Sie das U-Rohr mit der neuen Kupfer- und Messingwolle mit Hilfe einer Pinzette oder einem kleinen Haken.

Hinweis:

Ersetzen Sie den gesamten Inhalt des U-Rohrs. Achten Sie beim Füllen der Halogenfalle darauf, dass die Kupfer- und Messingwolle nicht zu fest gestopft wird und keine größeren Hohlräume im U-Rohr entstehen.

7. Decken Sie die Kupfer- und Messingwolle mit Baumwollwatte ab.
8. Drücken Sie das gefüllte U-Rohr vorsichtig in die Klemmen.
9. Schließen Sie den Gaseingang am Schenkel mit Kupferwolle und den Gasausgang am Schenkel mit Messingwolle an.

7.4 TIC-Reaktor reinigen

Spülen Sie nach jeder Analyse den TIC-Reaktor (Erlenmeyerkolben) mit Reinstwasser. Trocknen Sie ihn anschließend gründlich.

Table of Contents

1	Basic Information	17
2	Safety instructions	18
	Safety instructions for handling ortho-phosphoric acid	18
3	Technical data	19
4	Analytical method of measuring TIC	19
5	Manual TIC solids module setup	20
	5.1 TIC reaction chamber	20
	Flow setting of the carrier gas flow.....	20
	5.2 Supply of acid.....	21
	5.3 Measuring gas drying and cleaning.....	21
	5.4 Connections.....	22
6	Operation	23
	6.1 Preparing the manual TIC solids module and analyzer	23
	multi N/C 2100S and multi N/C UV HS	23
	multi N/C 3100.....	23
	6.2 Performing a TIC measurement.....	23
7	Maintenance and care	26
	7.1 Maintenance intervals	26
	7.2 Changing the desiccant in the drying tube	26
	7.3 Replacing the halogen trap	27
	7.4 Cleaning the TIC reactor	27

Index of Figures

Fig. 1	Manual TIC solids module	17
Fig. 2	TIC reactor of the manual TIC solids module	20
Fig. 3	Flowmeter for the oxygen flow.....	20
Fig. 4	Metering pump for acid on the manual TIC solids module	21
Fig. 5	Components for measuring gas drying and cleaning on the manual TIC solids module	22
Fig. 6	Connections on the manual TIC solids module.....	22

1 Basic Information

The manual TIC solids module allows the determination of TIC in solids in conjunction with the multi EA 4000 or the multi N/C 3100/2100/2100S/UVHS.

Acidification of the samples and purging of TIC is performed at elevated temperatures. The measuring gas is transported with the carrier gas to the detector of the basic unit.

The manual TIC solids module is designed exclusively for the manual supply of samples only. Automated sample supply with an autosampler is not possible.



Fig. 1 Manual TIC solids module

2 Safety instructions



IMPORTANT

This user manual is only valid in conjunction with the following documents:

- User manual of the basic module
- Software manual of the control and analysis software multiWin

Observe in particular the notes in the chapter Safety of the user manual of the basic module. The notes provided in it also apply analog without restriction to the manual TIC solids module. Special hazards emanating from the manual TIC solids module are pointed out in the chapters below.

Safety instructions for handling ortho-phosphoric acid

The ortho-phosphoric acid is used during analysis. Always observe the appropriate regulations and the notes in the EC safety data sheets of the manufacturers with regard to storage, use and disposal.

When handling ortho-phosphoric acid observe in particular the following notes:

- The concentrated acid can cause burns and irritation!
 - Always wear goggles and protective gloves when handling concentrated acids!
 - Ensure adequate ventilation in the laboratory rooms.
 - Ortho-phosphoric acid must not enter the sewage system, surface water or ground water! The applicable regulations for disposal must be meticulously observed.
 - Only store the concentrated acids in their original containers! Observe the notes on the labels.
-



IMPORTANT

In case of chemical burns from acid immediately carry out the following first aid measures:

- for skin burns:**
Immediately remove contaminated clothing and shoes, dab affected skin areas with polyethylene glycol 400 then rinse thoroughly with plenty of water.
- for eye burns:**
Rinse the eyes with open eye lid several minutes with running water (min. 10 minutes), then immediately consult a physician (even if there are no apparent symptoms).
- for burns of the respiratory organs:**
Bring the affected person into fresh air.
- if swallowed:**
Give plenty of water to drink (possibly several liters). Avoid vomiting (perforation risk). Do not attempt neutralization.

Always immediately consult a physician after carrying out the first aid measures!

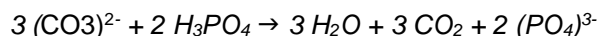
3 Technical data

General characteristics	
Designation/type	Manual TIC solids module
Dimensions	300 x 500 x 550 mm
Mass	Approx. 10 kg
Procedural data	
Measuring method	TIC
Detection	NDIR (coupled with VITA method)
Sample volume	Up to 3000 mg
Gas supply	Oxygen at least 2.5 2 – 4 bar
Electrical variables	
Connection	230 V AC, optionally 115 V AC, 50/60 Hz
Protection	230 V: T10 A H, 115 V: T10 A H (Use only original fuses of Analytik Jena AG)
Typical average power consumption	415 VA
Interference suppression (electromagnetic compatibility)	in accordance with the rules of EN 55011 Group 1, Class B interference-protected (according to EN 61326-1 suitable for use in basic electromagnetic environments)

4 Analytical method of measuring TIC

During TIC analysis, the total inorganic carbon from carbonates and hydrogen carbonates in solid and powder samples is detected. Cyanides, cyanates, isocyanates and carbon particles are not detected.

To determine the inorganic carbon (TIC), acid is added to an aliquot of the sample. This leads to the decomposition of the carbonates/hydrogen carbonates contained therein. The CO₂ is purged and detected. No thermal oxidation takes place.



The measuring gas is detected in the basic device.

5 Manual TIC solids module setup

5.1 TIC reaction chamber

A 50 ml Erlenmeyer flask is used as the reactor to which a TIC head with three connections for the supply of phosphoric acid, oxygen as the carrier gas and the measuring gas outlet is attached.

A magnetic stirrer with a heating work plate ensures the sample is mixed well with the added acid and heats the mixture slightly to speed up the reaction.

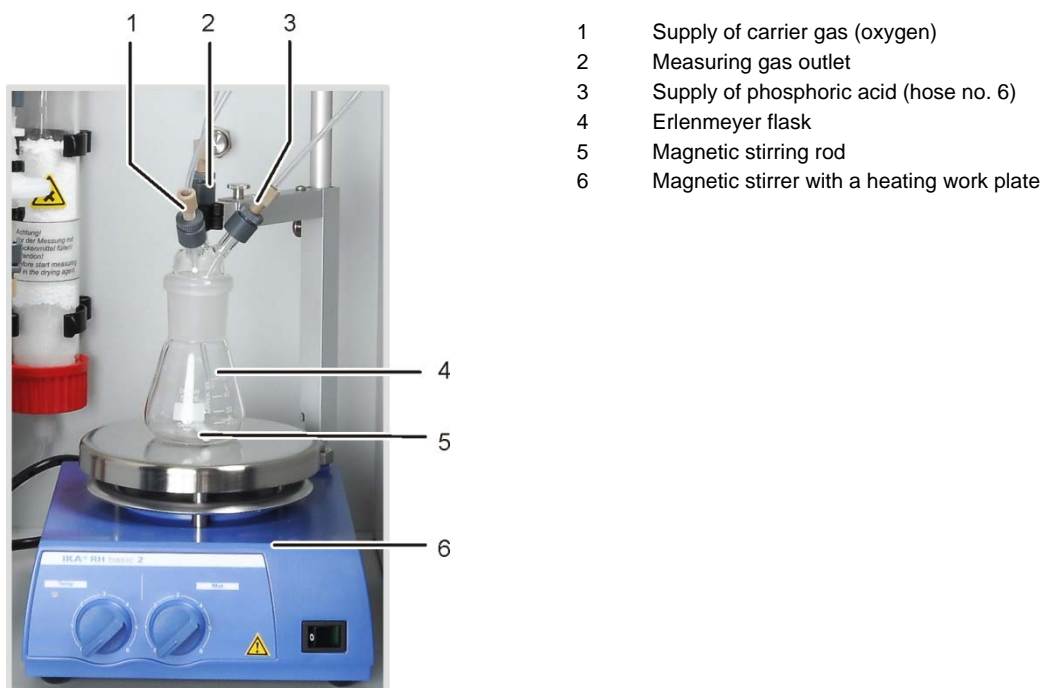


Fig. 2 TIC reactor of the manual TIC solids module

Flow setting of the carrier gas flow

The carrier gas flow is set via the "O₂" needle valve with measuring glass on the back wall in the interior of the manual TIC solids module.

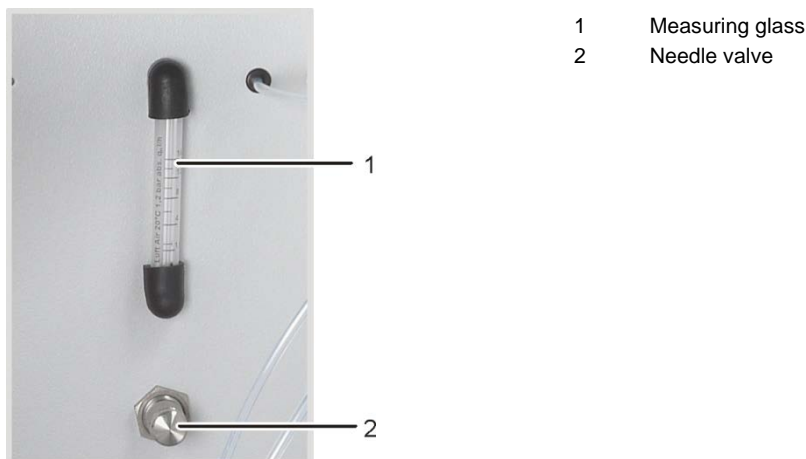


Fig. 3 Flowmeter for the oxygen flow

5.2 Supply of acid

The acid is metered with the metering pump by hand. The hose for supplying acid to the reactor is connected to the metering pump with a valve. The valve in the faucet of the metering pump must be closed after acid has been supplied to the reactor. This prevents acid from being inadvertently drawn into the analyzer.

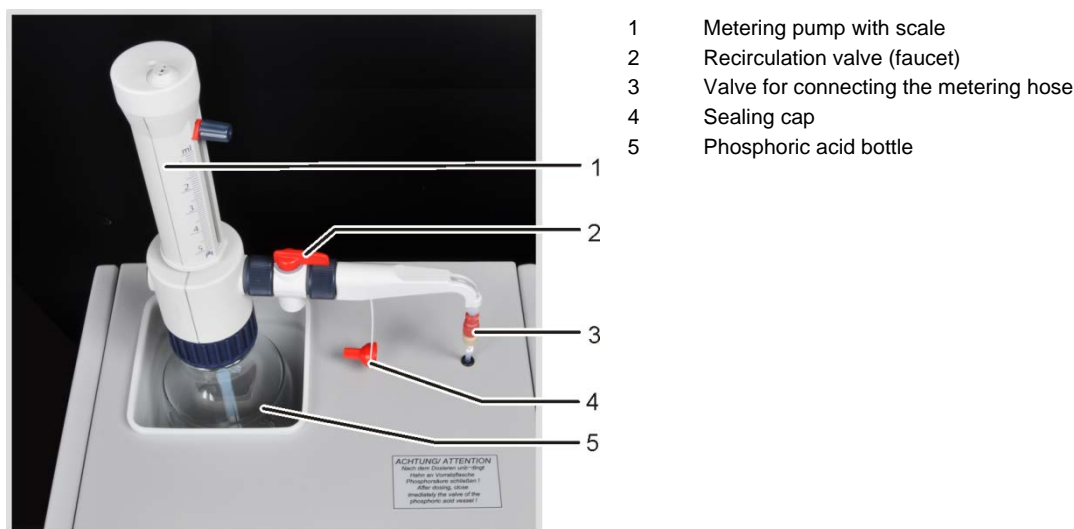


Fig. 4 Metering pump for acid on the manual TIC solids module

5.3 Measuring gas drying and cleaning

A drying tube, filled with magnesium perchlorate as a desiccant, is installed in the gas path immediately downstream of the reactor.

The desiccant cartridge is followed by two water traps. The larger water trap (TC prefilter) holds back aerosols during operation, the smaller water trap (one-way retention filter) holds back rising water.

A halogen trap is used to remove interfering substances from the measuring gas and to protect the detectors and the flowmeter in the basic module. The U-tube of the halogen trap is filled with a special copper wool and brass wool. The filling of the halogen trap has to be renewed at the latest once half of the copper wool or the brass wool is discolored.

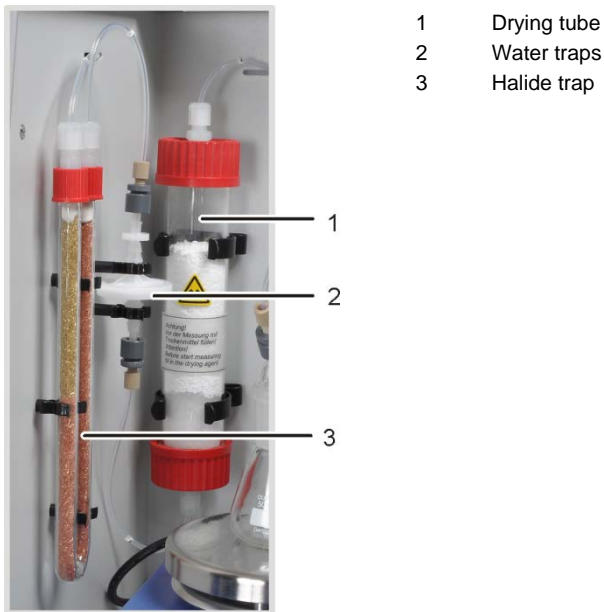


Fig. 5 Components for measuring gas drying and cleaning on the manual TIC solids module

5.4 Connections

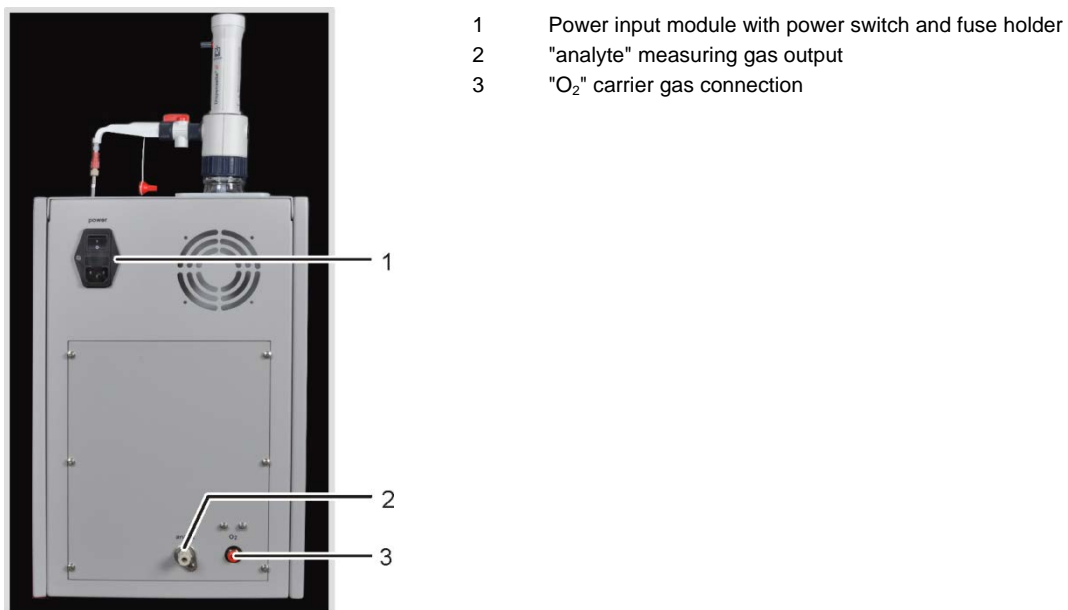


Fig. 6 Connections on the manual TIC solids module

6 Operation

6.1 Preparing the manual TIC solids module and analyzer

The manual TIC solids module only works in conjunction with the basic module. Here, the measuring gas is not sucked through the detector with the basic unit pump, but is purged with acid in the closed system and transported with the carrier gas (oxygen) to the detector.

multi N/C 2100S and multi N/C UV HS

1. Disconnect the gas connection between the "internal" and "analyte" connections at the rear of the TOC basic unit by loosening and removing the screw connection at the "analyte" connection. (All other connections can remain as they are).
2. Connect the "analyte" connection of the manual TIC solids module to the "analyte" connection of the TOC basic unit with the enclosed tube.

multi N/C 3100

Connect the "analyte" connection of the manual TIC solids module to the "analyte" connection of the multi N/C 3100 with the enclosed tube.



CAUTION

Make sure that the "pump" connection on the TOC basic unit is not used.

6.2 Performing a TIC measurement



IMPORT

Only use dry 50 ml Erlenmeyer flasks with a standard ground joint of NS 29/32 for analysis purposes.

The sample should be pulverized as finely as possible and homogeneous.

In addition to the safety instructions for the analyzer provided in the manual of the basic unit, the following instructions also apply specifically when operating the manual solids module:



WARNING when handling phosphoric acid!

The reactor vessel and the hoses for supplying acid contain phosphoric acid! Phosphoric acid is irritating to eyes, skin and mucous membranes!

Perform slow metering operations with the dispenser to avoid overpressure!

Always wear goggles and protective gloves when handling concentrated phosphoric acid!

Rinse affected skin with water immediately.



CAUTION! Operating the magnetic stirrer!

- Do not operate the heating plate without supervision!
 - Avoid overheating the acid bath! Limit the maximum temperature to 80°C.
 - Place the glass flask in the center of the heating plate to ensure that the magnet does not hit against the wall of the flask.
 - Do not set the stirring speed of the magnet too high. The sample must not be spun against the wall of the flask.
-

1. Fill the acid bottle with 30 – 40% phosphoric acid and place it into the plastic insert in the upper housing.
2. Screw the dispenser onto the bottle. Connect the hose for supplying acid to the valve and to the TIC head.
3. Switch on both the TOC basic unit and the manual TIC solids module at the main switch.
 - ✓ **The status light on the front of the device lights up.**
4. Switch on the heating plate.

Adjust the temperature using the left rotary switch on the heating plate. A temperature setting of approx. 80°C is recommended. If the temperature selected is too high, too much water will evaporate; if the temperature is too low, the reaction will take longer.
5. Start the multiWin program.
6. Select CONFIGURATION / OPTIONS / ANALYZER COMPONENTS and activate the EXTERNAL SOLIDS MODULE option.
7. Use the METHOD / NEW menu command to create a new method.
8. Activate the HORIZONTAL FURNACE and IC measurement options.
9. Set the furnace temperature to 0°C.
10. Adjust the oxygen flow at the valve to 16 l/h.
11. Weigh the finely pulverized sample into the Erlenmeyer flask.

Note: When transferring the sample, ensure that it does not adhere to the wall of the flask. Only the bottom of the Erlenmeyer flask is covered with acid. Any sample material adhering to the walls will not be included in the analysis.
12. Carefully place the magnetic stirring rod into the Erlenmeyer flask and position the flask in the center of the heating plate.
13. Attach the TIC head to the flask. Turn the flask and the TIC head and press both lightly against each other. The ground joint connection must be gas-tight to ensure no measuring gas is lost.
14. Start the measurement by clicking on [START MEASUREMENT].
15. Enter the SAMPLE ID and, if applicable, a name in the analysis table.
16. Define the SAMPLE TYPE for the solid sample to be measured.
17. If applicable, you can enter explanations about the measurement via the [COMMENT] button.
18. With [START ►] open the MEASUREMENT window.

19. Start the measurement by clicking on the [START F2] button and follow the instructions of the control and analysis software.
20. Enter the sample quantity in [mg] in the SAMPLE window. Observe the NDIR value in the measurement window. Wait until it has passed through a maximum and then exit the SAMPLE window with [OK].
21. Wait for a message indicating operational readiness from the analyzer.
Before the measurement is started, the analyzer must be conditioned with oxygen. For this, the air must be driven out of the flask and the hose system and only oxygen must still reach the detector. Depending on the flask size, this can take up to 2 minutes. An autozero of the detector is performed at the end.
22. After the "PLEASE PRESS [OK] TO START INTEGRATION AND THEN ADD ACID!" message appears, click on [OK].
First meter 2 ml of phosphoric acid.
Slowly adjust the stirrer to an appropriate stirring speed. The sample must not be spun against the wall of the flask. Avoid the stirrer from moving in a jerky or rapid manner. Add 2 ml of acid 1 – 3 times in each case, evenly depending on the concentration and the sample quantity, until no visible reaction can be discerned anymore (foaming, formation of gas bubbles).



IMPORTANT

Since the release of CO₂ is also dependent on the metering speed and the stirring speed of the stirrer magnet, always ensure the same cycle and the same speeds are used in each measurement.

23. Close the faucet on the acid dispenser immediately after the addition of acid.
24. At the end of the measurements, the results will appear in the analysis report or in the selected analysis table.
25. At the end of the measurement, stop the stirrer magnet and open the flask:
Detach the TIC head with a twisting motion. Move the arm of the stand up, swivel it backwards and lock it in this position.
26. Clean and dry the flask.
27. Connect a dry Erlenmeyer flask to the TIC head during the measurement periods. This maintains the oxygen flush (conditioning) and the dry gas flow frees the hose system of any moisture residues.
28. Keep the heating plate at a constant temperature. Only switch off the thermostat during longer measuring periods.

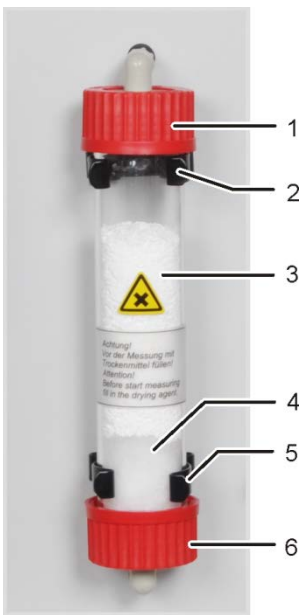
7 Maintenance and care

7.1 Maintenance intervals

Maintenance task	Maintenance interval
Remove splashes of chemicals from the housing	Immediately
Clean the TIC reactor (Erlenmeyer flask)	After each sample
Change the desiccant in the drying tube	As required (blackening or clumping due to moisture absorption)
Replace the halide trap	When half of the copper wool or the brass wool is discolored
Replace the water traps	As required, but no later than after 3 months

7.2 Changing the desiccant in the drying tube

The desiccant must be changed if water absorption is visible. If the desiccant is discolored by rust or other particles, it has to be changed immediately.



1; 6 Screw closures
2; 5 Retainer clamps
3 Desiccant (magnesium perchlorate)
4 Quartz wool

1. Loosen the screw closures on the glass tube.

Caution:
The seals must not be lost and must be reinstalled in the same manner.

2. Remove the desiccant and the quartz wool.
3. Rinse the glass tube and dry it.
4. Seal the lower end of the glass tube with approx. 2 cm of quartz wool.
5. Fill the glass tube with 50 – 60 g of fresh desiccant (magnesium perchlorate).
6. Firmly screw the glass tube and push it back into the holder. Be careful not to kink the hoses.

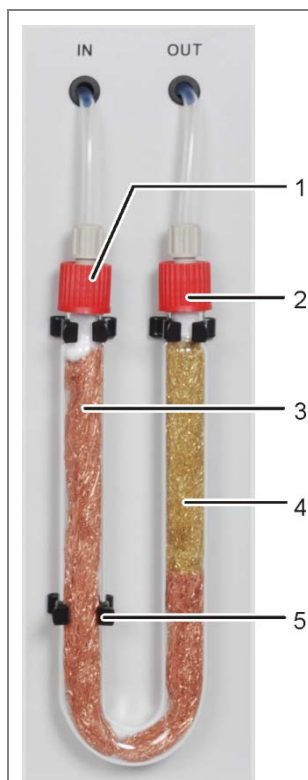
7.3 Replacing the halogen trap



CAUTION

Risk of damage to optical and electronic components (detectors, flow sensors) from aggressive combustion products if the copper wool in the halogen trap is used up!

Replace the complete filling of the halogen trap as soon as half of the copper wool or the brass wool is discolored.



- | | |
|---|-------------|
| 1 | Gas inlet |
| 2 | Gas outlet |
| 3 | Copper wool |
| 4 | Brass wool |
| 5 | Clamp |

1. Pull the U-tube from the holder.
2. Unscrew the red union nuts from the U-tube and pull the U-tube out of the clamps (3).
3. Pull out the depleted copper wool or brass wool from the U-tube with a tweezers or a small hook.
4. Check the U-tube for cracks.

Note:
Only reuse a fully intact U-tube!
5. If required, flush the U-tube with ultrapure water and leave to dry completely.
6. Fill the U-tube with new copper wool and brass wool using tweezers or a small hook.

Note:
Replace the complete contents of the U-tube. When filling the halogen trap, make sure that the copper wool and brass wool is not compacted too much and no larger empty spaces are created in the U-tube.
7. Cover the copper wool and the brass wool with cotton wool.
8. Press the filled U-tube carefully into the clamps.
9. Close the gas inlet on the branch with copper wool and the gas output on the branch with brass wool.

7.4 Cleaning the TIC reactor

After each measurement, rinse the TIC reactor (Erlenmeyer flask) with ultrapure water. Dry it thoroughly afterwards.