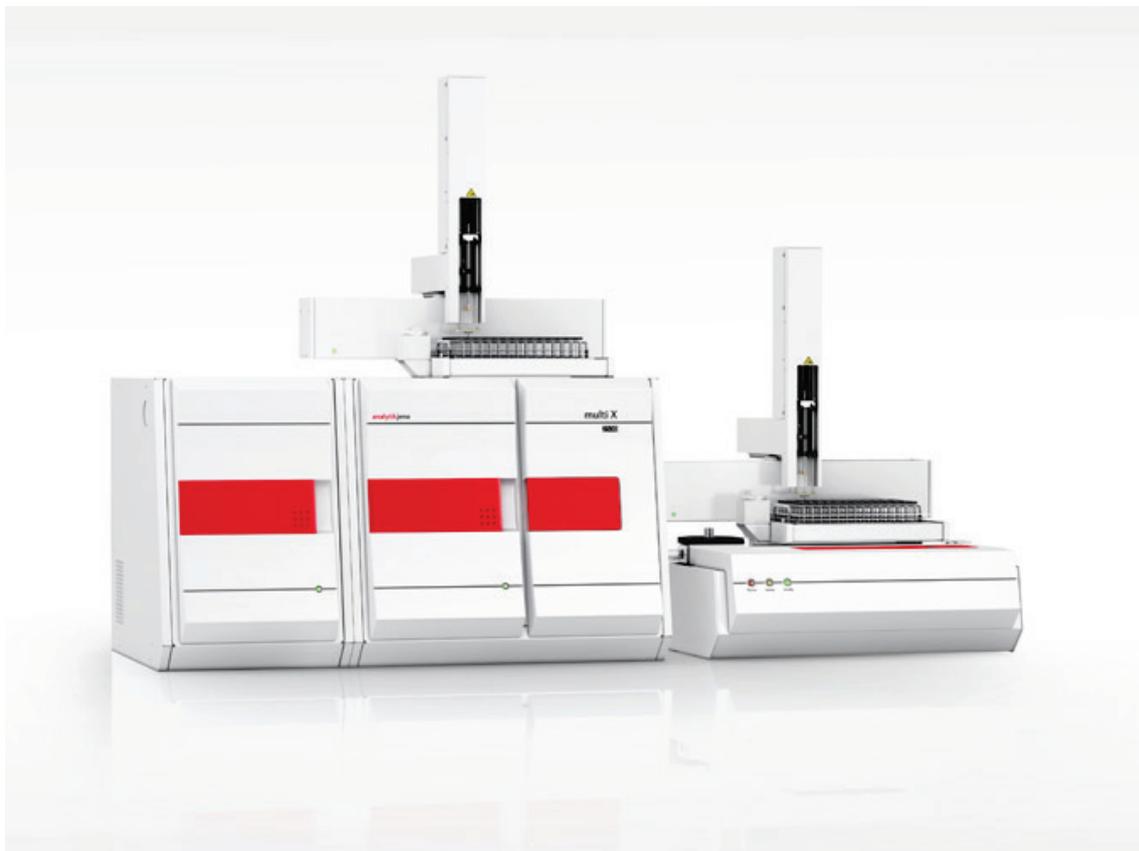


Bedienungsanleitung

multi X 2500



Hersteller Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Str.1
07745 Jena · Deutschland
Telefon + 49 3641 77 70
Fax + 49 3641 77 9279
E-Mail info@analytik-jena.com

Service Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Str. 1
07745 Jena · Deutschland
Telefon + 49 3641 77 7407
E-Mail service@analytik-jena.com



Für einen ordnungsgemäßen und sicheren Gebrauch diesen Anleitungen folgen.
Für späteres Nachschlagen aufbewahren.

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

Dokumentationsnummer 11-889.634

Ausgabe G (02/2025)

Ausführung der Technischen Dokumentation Analytik Jena GmbH+Co. KG

Inhalt

1	Grundlegende Informationen	7
1.1	Hinweise zur Benutzeranleitung	7
1.2	Bestimmungsgemäße Verwendung.....	8
2	Sicherheitshinweise	9
2.1	Grundlegende Hinweise	9
2.1.1	Sicherheitskennzeichnung am multi X 2500.....	9
2.2	Anforderungen an das Bedienpersonal	10
2.3	Sicherheitshinweise Transport und Inbetriebnahme.....	10
2.4	Sicherheitshinweise Betrieb.....	11
2.4.1	Allgemeines.....	11
2.4.2	Sicherheitshinweise Elektrik	12
2.4.3	Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen.....	12
2.4.4	Umgang mit Hilfs- und Betriebsstoffen.....	13
2.4.5	Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur.....	13
2.5	Sicherheitseinrichtungen / Verhalten im Notfall.....	14
3	Funktion und Aufbau des multi X 2500	15
3.1	Funktionsprinzip	15
3.2	Messverfahren.....	16
3.2.1	Allgemeine Hinweise.....	16
3.2.2	AOX-Bestimmung	16
3.2.3	EOX-Bestimmung.....	17
3.2.4	POX-Bestimmung	17
3.3	Systemaufbau	17
3.4	Aufbau des multi X 2500.....	18
3.4.1	Elektronische Komponenten.....	19
3.4.2	Gasversorgung / Messgasüberführung.....	22
3.4.3	Verbrennungssystem.....	24
3.4.4	Messgastrocknung bei Standardvariante.....	26
3.4.5	Auto-Protection-Baugruppe (optional)	26
3.5	Chlormodul multi X 2500	28
3.5.1	Anschlüsse und Schnittstellen.....	29
3.5.2	Messzelle "sensitive" (Standard)	31
3.5.3	Messzelle "high concentration"	33
3.5.4	Messzelle "high sensitive"	33
3.5.5	Messgasüberführung und Messgastrocknung (optionale Varianten).....	37
3.6	Probengeber / Probenzufuhrsysteme.....	39
3.6.1	autoX 36 / autoX 36d.....	39
3.6.2	Manueller Schiffchenvorschub (MBD).....	41
3.7	Vorverbrennungsadapter.....	42
3.8	Mini Scrubber Kit	43
4	Installation und Inbetriebnahme	44
4.1	Aufstellbedingungen	44
4.2	Energieversorgung.....	44
4.3	Gasversorgung.....	45
4.4	Platzbedarf und Geräteanordnung.....	45
4.5	Analysator aufstellen und anschließen.....	47
4.6	Weitere Systemkomponenten anschließen.....	48
5	Bedienung	49
5.1	Analysator einschalten	49
5.2	Analysator ausschalten.....	49
5.3	Analysator nach Notabschaltung in Betrieb nehmen	51

6	AOX-Bestimmung	52
6.1	Probenvorbereitung.....	52
6.1.1	Probenvorbereitung für AOX-Bestimmung aus Wässern	52
6.1.2	Probenvorbereitung für AOX-Bestimmung aus Schlamm und Sedimenten.....	54
6.2	AOX-Bestimmung im vertikaler Betriebsmodus (empfohlen)	54
6.2.1	Analysator vorbereiten (Standardvariante).....	55
6.2.2	Messzelle vorbereiten	59
6.2.3	Messungen mit manueller Probenzufuhr durchführen	60
6.2.4	Messungen mit dem Probengeber autoX 36 / autoX 36d durchführen	62
6.2.5	Vorverbrennungsadapter installieren	64
6.3	AOX-Bestimmung im horizontalen Betriebsmodus	65
6.3.1	Analysator vorbereiten (Optionale Variante)	65
6.3.2	Messzelle vorbereiten	71
6.3.3	Messungen durchführen	71
7	EOX-Bestimmung	73
7.1.1	Analysator vorbereiten (Optionale Variante)	74
7.1.2	Messzelle vorbereiten	77
7.1.3	Messungen durchführen	79
8	TX-/TOX-Bestimmung	81
9	POX-Bestimmung	82
9.1	Messungen durchführen	82
10	Wartung und Pflege	86
10.1	Wartungsintervalle	86
10.2	Partikelfilter in den Gaseingängen wechseln.....	87
10.3	Wartungsmaßnahmen (Standardvariante)	88
10.3.1	Offenes Verbrennungsrohr ausbauen und reinigen	88
10.3.2	Schwefelsäure wechseln und Schwefelsäuregefäß (vertikal) reinigen	90
10.3.3	Aktivkohle im Adsorptionsrohr erneuern	91
10.3.4	Messzelle warten.....	91
10.3.5	Kombielektrode reinigen und aufbewahren	92
10.4	Wartungsmaßnahmen (Optionale Variante).....	93
10.4.1	Einstellungen der Gasflüsse prüfen.....	93
10.4.2	Systemdichtheit prüfen.....	93
10.4.3	Auto-Protection-Baugruppe warten	96
10.4.4	Multi-Purpose Verbrennungsrohr ausbauen und reinigen	100
10.4.5	Schwefelsäure wechseln und Schwefelsäuregefäß im Chlormodul reinigen	101
10.4.6	Messzelle warten.....	103
10.4.7	Elektroden reinigen und aufbewahren.....	104
10.5	Spritzen reinigen	105
11	Störungsbeseitigung	107
11.1	Störungsbeseitigung nach Softwaremeldungen	107
11.2	Gerätefehler und analytische Probleme	112
11.2.1	Grundlegende Hinweise	112
11.2.2	Gerätefehler	112
11.2.3	Analytische Probleme	114
12	Transport und Lagerung	115
12.1	Gerät für Transport vorbereiten (Standardvariante).....	115
12.2	Gerät für Transport vorbereiten (Optionale Varianten)	116
12.3	Verbrennungsofen aus- und einbauen.....	117
12.3.1	Verbrennungsofen ausbauen	117
12.3.2	Verbrennungsofen einbauen.....	119
12.4	Umgebungsbedingung für Transport und Lagerung.....	121
13	Entsorgung	122

14	Spezifikation	123
14.1	Technische Daten.....	123
14.2	Richtlinien und Normen	125

Abbildungen

Abb. 1	Frontansicht (Tür geöffnet)	18
Abb. 2	Frontansicht mit Status-LED.....	19
Abb. 3	Rückseite multi X 2500	19
Abb. 4	Elektrische Schnittstellen auf der Rückseite des multi X 2500.....	20
Abb. 5	Gerätesteuerung und Schnittstellen im Geräteinnenraum.....	21
Abb. 6	Anschlüsse für die Auto-Protection-Baugruppe (Draufsicht).....	21
Abb. 7	Gasanschlüsse an der Geräterückseite	22
Abb. 8	Gasbox	22
Abb. 9	Gasanschlüsse am offenen Verbrennungsrohr (vertikaler Betriebsmodus, Draufsicht).....	23
Abb. 10	Anschlüsse am Multi-Purpose Verbrennungsrohr im horizontalen Modus (Draufsicht)	23
Abb. 11	Verbrennungssofen im vertikalen und horizontalen Betriebsmodus	24
Abb. 12	Offenes Verbrennungsrohr.....	24
Abb. 13	Verbrennungsrohr, gefüllt mit verbrauchten Quarzcontainern.....	25
Abb. 14	Multi-Purpose Verbrennungsrohr	25
Abb. 15	Schwefelsäuregefäß (vertikal) in der Standardvariante	26
Abb. 16	Auto-Protection-Baugruppe	27
Abb. 17	Kippschalter Verriegelung/Freigabe Verbrennungsrohr.....	27
Abb. 18	CI-Modul in Standardausführung	29
Abb. 19	Anschlüsse auf der Rückseite des Chlormoduls	30
Abb. 20	Anschlüsse an der Innenwand des CI-Moduls	31
Abb. 21	Messzelle "sensitive" mit Deckel.....	31
Abb. 22	Messzelle "sensitive" bestückt	32
Abb. 23	Kombielektrode für die Messzellen "sensitive" und "high concentration"	32
Abb. 24	Messzelle "high concentration"	33
Abb. 25	Messzelle "high sensitive".....	34
Abb. 26	Bestückte Messzelle "high sensitive"	34
Abb. 27	Sensorelektrode und Referenzelektrode	35
Abb. 28	Anschluss an Absaugung.....	36
Abb. 29	Pt-Elektrode mit Salzbrücke (Generatorkathode)	36
Abb. 30	Silberelektrode (Generatoranode).....	37
Abb. 31	Chlormodul mit Messzelle "high sensitive".....	37
Abb. 32	Schwefelsäuregefäß im Chlormodul.....	38
Abb. 33	Gaseinleitungsrohr für die Messzelle "high sensitive".....	38
Abb. 34	Gaseinleitung in die Messzelle (mit Multi-Purpose Verbrennungsrohr).....	39
Abb. 35	Probengeber autoX 36	40
Abb. 36	autoX 36 (auf multi X 2500 aufgesetzt).....	40
Abb. 37	autoX 36d mit Ausstoßfunktion.....	41
Abb. 38	Proben-Racks	41
Abb. 39	Manueller Schiffchenvorschub (MBD)	42
Abb. 40	Vorverbrennungsadapter	43
Abb. 41	Mini Scrubber Kit	43
Abb. 42	Vertikaler Betriebsmodus mit autoX 36d.....	45
Abb. 43	Vertikaler Betriebsmodus mit autoX 112.....	46

Abb. 44 Horizontaler Betriebsmodus mit ABD und autoX 112.....	46
Abb. 45 Verbindung Transferleitung – Schwefelsäuregefäß im Chlormodul.....	69
Abb. 46 Schlauchplan POX-Bestimmung.....	82
Abb. 47 Anschlüsse an der POX-Schleuse	84
Abb. 48 Anschluss des Argonschlauchs an Grundgerät und POX-Gefäß.....	85
Abb. 49 Set Flussüberprüfung	94
Abb. 50 Anschluss Set Flussüberprüfung.....	95
Abb. 51 Verbindung Transferleitung – Schwefelsäuregefäß im Chlormodul.....	102

1 Grundlegende Informationen

1.1 Hinweise zur Benutzeranleitung

Inhalt Die Benutzeranleitung informiert über Aufbau und Funktion des multi X 2500 und vermittelt die notwendigen Kenntnisse zur sicheren Handhabung des Gerätes und seiner Komponenten. Die Benutzeranleitung gibt weiterhin Hinweise zur Wartung und Pflege des Gerätes sowie Hinweise auf mögliche Ursachen von Störungen und deren Beseitigung.

Konventionen **Handlungsanweisungen** mit zeitlicher Abfolge sind nummeriert und zu Handlungseinheiten zusammengefasst.

Warnhinweise sind mit einem Warndreieck und Signalwort gekennzeichnet. Es werden Art und Quelle sowie die Folgen der Gefahr benannt und Hinweise zur Gefahrenabwehr gegeben.

Elemente des Steuer- und Auswerteprogramms sind wie folgt gekennzeichnet:

- Programmbegriffe werden mit Kapitälchen ausgezeichnet (z. B. Menü FILE).
- Schaltflächen werden durch eckige Klammern dargestellt (z. B. [OK])
- Menüpunkte sind durch Pfeile getrennt (z. B. FILE ► OPEN)

Diese Anleitung richtet sich an qualifizierte Anwender mit Kenntnissen in der Analyse von Summenparametern. Die Anleitung beschränkt sich auf die Beschreibung der Funktionalität des multi X 2500 und seines Zubehörs.

Für die sichere Bedienung des multi X 2500 ist außerdem die Kenntnis der Bedienungsanleitung des Steuer- und Auswerteprogramms "multiWin" erforderlich. Grundlegende Kenntnisse über den Umgang mit einem Computer werden vorausgesetzt. Für den Einsatz weitere Zubehöre wie des Automatischen Schiffchenvorschubs ABD, des Probengebers autoX 112 oder des TOC-Moduls sind die Bedienungsanleitungen dieser Zubehöre zu beachten.

Verwendete Symbole und Signalwörter

In der Benutzeranleitung werden zur Kennzeichnung von Gefahren bzw. Hinweisen die folgenden Symbole und Signalwörter benutzt. Die Warnhinweise stehen jeweils vor einer Handlung.



WARNUNG

Bezeichnet eine möglicherweise gefährliche Situation, die den Tod oder schwerste Verletzungen (Verkrüppelungen) zur Folge haben kann.



VORSICHT

Bezeichnet eine möglicherweise gefährliche Situation, die geringfügige oder mäßige Verletzungen zur Folge haben kann.



BEACHTEN

Gibt Hinweise zu möglichen Sach- und Umweltschäden.

1.2 Bestimmungsgemäße Verwendung

Der Analysator multi X 2500 dient der summarischen Bestimmung von adsorbierbaren (AOX), extrahierbaren (EOX) oder ausblasbaren (POX) organischen Halogenverbindungen in wässrigen Proben, Böden und Klärschlämmen. Das Gerät ist besonders für den Einsatz in der Trink-, Brauch-, Oberflächen- und Abwasseranalytik geeignet.

Der Analysator kann auch zur Gesamtchlorbestimmung in festen und flüssigen organischen Matrices (TX/TOX) eingesetzt werden. Hierbei wird das in der Probe enthaltene Brom und Jod anteilig als Gesamtchlor miterfasst. Fluor wird nicht erfasst. Optional kann der multi X 2500 mit einem TOC-Modul erweitert werden. Hierdurch wird die Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes (TC, TOC, TIC) in wässrigen Proben möglich.

Das Gerät darf nur mit den Trägergasen Argon und Sauerstoff betrieben werden. Für reine AOX-Systeme und kombinierte AOX/TOC-Systeme kann optional synthetische Luft oder gereinigte Druckluft als Ersatz für Sauerstoff verwendet werden.

Der Analysator multi X 2500 darf nur für die in dieser Benutzeranleitung beschriebenen Verfahren verwendet werden. Jeder darüberhinausgehende Gebrauch gilt als nicht bestimmungsgemäß! Für hieraus resultierende Schäden haftet allein der Betreiber.

2 Sicherheitshinweise

2.1 Grundlegende Hinweise

Lesen Sie dieses Kapitel zu Ihrer eigenen Sicherheit vor Inbetriebnahme und zum störungsfreien Betrieb des multi X 2500 sorgsam durch.

Befolgen Sie alle Sicherheitshinweise, die in dieser Benutzeranleitung aufgeführt sind, sowie alle Meldungen und Hinweise, die vom Steuer- und Auswerteprogramm multiWin auf dem Bildschirm angezeigt werden.

Neben den Sicherheitshinweisen in dieser Benutzeranleitung und den örtlichen Sicherheitsvorschriften, die für den Betrieb des Gerätes zutreffen, müssen die allgemein gültigen Vorschriften zur Unfallverhütung sowie Vorschriften zum Arbeitsschutz und Umweltschutz beachtet und eingehalten werden.

Hinweise auf mögliche Gefahren ersetzen nicht die zu beachtenden Arbeitsschutzvorschriften.

2.1.1 Sicherheitskennzeichnung am multi X 2500

Am multi X 2500 sind Warnungen und Hinweissymbole angebracht, deren Bedeutung unbedingt zu beachten ist.

Beschädigte oder fehlende Warnungen und Hinweissymbole können zu Fehlhandlungen mit Personen- und Sachschäden führen! Die Symbolplaketten dürfen nicht entfernt oder mit Methanol benetzt werden! Beschädigte Symbolplaketten sind umgehend zu ersetzen!

Nummer	Warnung / Hinweissymbol	Bedeutung und Geltungsbereich
1		Warnung vor gefährlicher elektrischer Spannung Warntext: Disconnect mains before opening! Vor Öffnen des Gerätes Netzstecker ziehen!
2		Warnung vor gesundheitsschädlichen Stoffen
3		Warnung vor heißer Oberfläche
4		Warnung vor ätzenden Stoffen

2.2 Anforderungen an das Bedienpersonal

Der Analysator multi X 2500 darf nur von qualifiziertem und in dem Umgang mit dem Analysator unterwiesenem Fachpersonal betrieben werden. Zur Unterweisung gehören auch das Vermitteln der Inhalte dieser Benutzeranleitung und der Benutzeranleitungen weiterer Systemkomponenten bzw. Ergänzungsgeräte.

Neben den Arbeitssicherheitshinweisen in dieser Benutzeranleitung müssen die allgemein gültigen Sicherheits- und Unfallverhütungsvorschriften des jeweiligen Einsatzlandes beachtet und eingehalten werden. Der aktuelle Stand dieser Regelwerke ist durch den Betreiber festzustellen.

Die Benutzeranleitung muss dem Bedien- und Wartungspersonal jederzeit zugänglich sein!

2.3 Sicherheitshinweise Transport und Inbetriebnahme

Das Aufstellen des Analysators erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal. Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig. Durch Fehlinstallationen können erhebliche Gefahren entstehen.

Beachten Sie beim Transport folgende Hinweise:

- Es besteht Verletzungsgefahr durch nicht ordnungsgemäß gesicherte Teile! Beim Transport sind die Gerätekomponten entsprechend den Vorschriften der Benutzeranleitung zu sichern. Der Verbrennungsofen, die Auto-Protection-Baugruppe, alle Glasteile und die Messzelle müssen vor dem Transport ausgebaut werden.
- Transportieren Sie den Analysator nur in der Originalverpackung! Achten Sie darauf, dass alle Transportsicherungen angebracht sind und der Analysator vollständig entleert ist.
- Um gesundheitliche Schäden zu vermeiden, ist beim Umsetzen (Heben und Tragen) des Analysators im Labor Folgendes zu beachten:

Der multi X 2500 wiegt 25 kg. Zum Transport des Analysators sind aus Sicherheitsgründen 2 Personen erforderlich, die sich an beiden Geräteseiten positionieren.

Da der Analysator keine Tragegriffe aufweist, muss das Gerät fest mit beiden Händen an der Unterseite gefasst werden. Die Türen müssen geschlossen sein.

- Gefahr von Gesundheitsschäden durch unsachgemäße Dekontamination! Führen Sie vor der Rücksendung des Gerätes an die Analytik Jena eine fachgerechte Dekontamination aus und dokumentieren sie diese. Das Dekontaminationsprotokoll erhalten Sie vom Kundendienst bei Anmeldung der Rücksendung. Die Analytik Jena ist gezwungen, die Annahme von kontaminierten Geräten zu verweigern. Der Absender kann für Schäden, die durch eine unzureichende Dekontamination des Gerätes verursacht werden, haftbar gemacht werden.

2.4 Sicherheitshinweise Betrieb

2.4.1 Allgemeines

Der Bediener des Analysators ist verpflichtet, sich vor jeder Inbetriebnahme vom ordnungsgemäßen Zustand des Analysators einschließlich seiner Sicherheitseinrichtungen zu überzeugen. Dies gilt insbesondere nach jeder Änderung oder Erweiterung bzw. nach jeder Reparatur des Analysators.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Der Analysator darf nur betrieben werden, wenn alle Schutzeinrichtungen (z. B. Abdeckungen, Auffangschalen für Chemikalien, Seitenteile und Türen) vorhanden, ordnungsgemäß installiert und voll funktionsfähig sind.
- Der ordnungsgemäße Zustand der Schutz- und Sicherheitseinrichtungen ist regelmäßig zu prüfen. Eventuell auftretende Mängel sind sofort zu beheben. Schutz- und Sicherheitseinrichtungen dürfen während des Betriebes niemals entfernt, verändert oder außer Betrieb gesetzt werden.
- Änderung, Umbauten und Erweiterung am Gerät dürfen nur nach Absprache mit Analytik Jena erfolgen. Nichtautorisierte Änderungen können die Sicherheit beim Betrieb des Gerätes einschränken und zu Einschränkungen bei Gewährleistung und Zugang zu Kundendienst führen.
- Während des Betriebes ist stets der freie Zugang zum Geräteschalter an der Gehäuserückwand zu gewährleisten.
- Die am multi X 2500 und am Chlormodul vorhandenen Lüftungseinrichtungen müssen funktionsfähig sein. Verdeckte Lüftungsgitter, Lüftungsschlitze usw. können zu Betriebsstörungen oder Geräteschäden führen.
- Der Ofen arbeitet mit Temperaturen von bis zu 1100 °C. Die heißen Teile dürfen während oder unmittelbar nach dem Betrieb des Analysators nicht berührt werden.
- Vorsicht beim Umgang mit Quarzglas- und Glasteilen. Es besteht Glasbruch- und damit Verletzungsgefahr!
- Verhindern Sie, dass Flüssigkeiten ins Geräteinnere eindringen. Sie können dort einen Kurzschluss verursachen.
- Brennbare Materialien sind vom Analysator fernzuhalten.

Explosionsschutz,
Brandschutz

Der multi X 2500 darf nicht in explosionsgefährdeter Umgebung betrieben werden.

- Rauchen oder der Umgang mit offenem Feuer im Betriebsraum des multi X 2500 sind verboten!
- Dem Bedienpersonal muss der Standort der Löscheinrichtungen im Betriebsraum des Analysators bekannt sein.

2.4.2 Sicherheitshinweise Elektrik

Kontakt mit unter Spannung stehenden Komponenten kann Tod, ernsthafte Verletzungen oder schmerzhaften elektrischen Schock zur Folge haben. Im rechten Teil des multi X 2500, hinter der Abdeckung für die Steuerelektronik treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf!

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Schließen Sie den Analysator und das Chlormodul nur an ordnungsgemäß geerdete Steckdosen entsprechend den Spannungsangaben auf den Typenschildern an. Die Schutzwirkung darf nicht durch eine Verlängerung ohne Schutzleiter aufgehoben werden.
- Analysator, Chlormodul und ggf. Probenaufgabemodul sind elektrisch stets im ausgeschalteten Zustand an das Netz anzuschließen!
- Elektrische Verbindungskabel zwischen Analysator und Chlormodul bzw. Probenaufgabemodulen sind stets im ausgeschalteten Zustand anzuschließen und zu trennen. Verbinden Sie das Chlormodul nur über die vorgesehenen Schnittstellen mit dem multi X 2500.
- Vor dem Öffnen des Analysators ist dieser am Geräteschalter auszuschalten und der Netzstecker ist aus der Steckdose zu ziehen! Alle Arbeiten an der Elektronik (hinter der Abdeckung) sind nur dem Kundendienst der Analytik Jena und speziell autorisiertem Fachpersonal gestattet.
- Die elektrischen Komponenten sind regelmäßig von einer Elektrofachkraft zu prüfen. Alle Mängel, wie lose Verbindungen, defekte oder beschädigte Kabel, sind sofort zu beseitigen.
- Bei Störungen an elektrischen Komponenten ist der Analysator sofort am Geräteschalter (an der Gehäuserückwand) auszuschalten und der Netzstecker ist aus der Netzsteckdose zu ziehen.

2.4.3 Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen

Das Trägergas wird Druckgasbehältern oder lokalen Druckgasanlagen entnommen. Auf die geforderte Reinheit des Trägergases ist zu achten (siehe "Technische Daten" S. 123)! Arbeiten an Druckgasbehältern und Anlagen dürfen nur von Personen, die über spezielle Kenntnisse und Erfahrungen für Druckgasanlagen verfügen, durchgeführt werden. Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig!

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Für den Betrieb von Druckgasbehältern bzw. -anlagen müssen die am Einsatzort geltenden Sicherheitsvorschriften und Richtlinien in vollem Umfang eingehalten werden.
- Druckschläuche und Druckminderer dürfen nur für die zugeordneten Gase verwendet werden.
- Leitungen, Schläuche, Verschraubungen und Druckminderer für Sauerstoff müssen fettfrei gehalten werden.

- Alle Leitungen, Schläuche und Verschraubungen sind regelmäßig auf undichte Stellen und äußerlich erkennbare Beschädigungen zu prüfen. Undichte Stellen und Beschädigungen sind umgehend zu beseitigen.
- Vor Inspektions-, Wartungs- und Reparaturarbeiten ist die Gasversorgung zu schließen! Nach erfolgter Reparatur und Wartung an den Komponenten der Druckgasbehälter bzw. der Druckgasanlage ist der Analysator vor Wiederinbetriebnahme auf Funktionstüchtigkeit zu überprüfen!

2.4.4 Umgang mit Hilfs- und Betriebsstoffen

Der Betreiber trägt die Verantwortung für die Auswahl der im Prozess eingesetzten Substanzen sowie für den sicheren Umgang mit diesen. Das betrifft insbesondere radioaktive, infektiöse, giftige, ätzende, brennbare, explosive oder anderweitig gefährliche Stoffe.

Beim Umgang mit gefährlichen Stoffen müssen die örtlich geltenden Sicherheitsanweisungen sowie die Vorschriften in den EU-Sicherheitsdatenblättern der Hersteller eingehalten werden.

- Besondere Vorsicht gilt im Umgang mit konzentrierten Säuren.
Konzentrierte Schwefelsäure wird als Trocknungsmittel im multi X 2500 eingesetzt.
Bei der Herstellung der Elektrolytlösung werden konzentrierte Salpetersäure und Essigsäure (Eisessig) verwendet. Auch die gesundheitsschädlichen organischen Stoffe Methanol und Thymol finden hier Einsatz.
- Vorsicht! Bei der Chloranalyse kann es zur Bildung von Essigsäuredämpfen kommen, die die Atemwege stark reizen.
- Bei der Arbeit mit Quarzwolle Staubbildung vermeiden! Nach dem Einatmen von Staub kann es zu Reizungen der Atemwege kommen.

2.4.5 Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur

Die Wartung des Analysators erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal.

Durch eigenmächtige Wartungsarbeiten kann der Analysator dejustiert oder beschädigt werden. Der Bediener darf deshalb grundsätzlich nur die im Kapitel "Wartung und Pflege" aufgeführten Tätigkeiten ausführen.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Die äußere Reinigung des Analysators darf erst nach Ausschalten des Analysators mit einem leicht angefeuchteten, nicht tropfenden Tuch erfolgen.
- Sämtliche Wartungs- und Reparaturarbeiten am Analysator sind grundsätzlich nur im ausgeschalteten Zustand durchzuführen (soweit nicht anders beschrieben).
- Wartungsarbeiten und der Wechsel von Systemkomponenten sind nur nach ausreichend langer Abkühlphase durchzuführen.
- Vor Inspektions-, Wartungs- und Reparaturarbeiten ist die Gasversorgung zu schließen!

- Verwenden Sie nur originale Ersatzteile, Verschleißteile oder Verbrauchsmaterialien. Diese sind geprüft und gewährleisten einen sicheren Betrieb. Glasteile sind Verschleißteile und unterliegen nicht der Gewährleistung. Die im Kapitel "Wartung und Pflege" aufgeführten Hinweise sind zu beachten.
- Alle Schutzeinrichtungen sind sofort nach Beendigung der Wartungs- und Reparaturarbeiten wieder ordnungsgemäß zu installieren und auf ihre Funktion zu prüfen!

2.5 Sicherheitseinrichtungen / Verhalten im Notfall

Schließen Sie in Gefahrensituationen oder bei Unfällen nach Möglichkeit sofort die Gasversorgung. Besteht keine unmittelbare Verletzungsgefahr, schalten Sie die Geräteschalter des multi X 2500 und des Chlormoduls in Stellung „0“ und/oder ziehen Sie die Netzstecker aus den Netzsteckdosen.

Für die Arbeit mit der optionalen Variante:

- Es besteht Verletzungsgefahr durch Schwefelsäure! Bei einer Notabschaltung kann durch den Unterdruck bei der Abkühlung Schwefelsäure in die Gastransferleitung und die Auto-Protection-Baugruppe gesogen werden. Wenn möglich, vor Schließen der Gasversorgung die Gastransferleitung vom Schwefelsäuregefäß im Chlormodul trennen.
- Nach einer Notabschaltung vor Wiederinbetriebnahme des Analysators unbedingt die Hinweise im Abschnitt "Analysator nach Notabschaltung in Betrieb nehmen" S. 51 beachten!

3 Funktion und Aufbau des multi X 2500

3.1 Funktionsprinzip

Mit dem multi X 2500 können organisch gebundene Halogene als Summenparameter nach den Methoden AOX, EOX bzw. POX bestimmt werden. Prinzipiell umfassen diese Verfahren drei Hauptschritte, die sich im Wesentlichen nur im ersten Schritt, der Probenvorbereitung, unterscheiden.

1. Anreicherung der halogenorganischen Verbindungen und Abtrennung von anorganischen Halogeniden:

- durch Adsorption an Aktivkohle (AOX),
- durch Extraktion mit organischen Lösungsmitteln (EOX) oder
- durch Austreiben im Trägergasstrom (POX).

2. Mineralisierung der organischen Verbindungen:

Die beladene Aktivkohle bzw. ein Aliquot des Extraktes bzw. das beladene Trägergas wird in den Reaktor überführt, ggf. im Argonstrom pyrolysiert und bei mindestens 950 °C im Sauerstoffstrom zu Halogenwasserstoff, Kohlenstoffdioxid und Wasser verbrannt:



R = Kohlenwasserstoffrest

X = Cl, Br, I

Sauerstoff und Argon dienen gleichzeitig als Trägergase. Die Trocknung der Pyrolysegase erfolgt mit konzentrierter Schwefelsäure.

3. Detektion der Halogenwasserstoffe (HCl, HBr, HI) über microcoulometrische Titration (HF wird nicht erfasst).

Dieser Vorgang läuft in essigsauerm Medium gemäß der Reaktionsgleichung (2) ab:



Die zur Halogenidfällung benötigten Silberionen werden an einer Silberanode elektrolytisch erzeugt. Nach der quantitativen Umsetzung des bei der Verbrennung entstandenen Halogenids steigt die Silberionenkonzentration im Elektrolyten an. Dieser Moment ist der Titrationsendpunkt. Der Titrationsendpunkt wird mit Hilfe eines polarisierten Indikatorelektrodenpaares (biamperometrisch) oder einer potentiometrischen Indikatorelektrode erkannt. Unter Anwendung der Faraday'schen Gesetze wird aus der bis zur vollständigen Analytumsetzung verbrauchten Ladungsmenge die Halogenidmenge errechnet. Das Ergebnis wird bezogen auf Chlorid angegeben.

TX-Bestimmung

Zur Bestimmung des Gesamtchlorgehalts (TX) entfällt die unter Punkt 1 beschriebene Probenvorbereitung. Die Proben werden dem Analysator direkt zugeführt und verbrannt. Der Gehalt an Halogenidionen wird bezogen auf Chlorid ermittelt.

TOC-Bestimmung Der multi X 2500 kann optional auch zur TOC-Bestimmung in wässrigen Proben genutzt werden. Dafür wird der Analysator mit dem TOC-Modul erweitert. Der Systemaufbau sowie die Durchführung von TOC-Messungen sind im separaten Benutzerhandbuch des TOC-Moduls beschrieben.

3.2 Messverfahren

3.2.1 Allgemeine Hinweise

Die Methoden zur Bestimmung von AOX, EOX bzw. POX sind in verschiedenen internationalen Normen und Vorschriften (u. a. ISO 9562) festgelegt. Die dort enthaltenen Hinweise und Festlegungen hinsichtlich Probennahme, Probenvorbereitung und Durchführung der Analyse sind zu beachten.

3.2.2 AOX-Bestimmung

Der Parameter AOX steht für die Summe der adsorbierbaren organisch gebundenen Halogene (Chlor, Brom, Jod). Die Halogene werden unter definierten Bedingungen (pH < 2 mit HNO₃) aus einer Wasserprobe oder einer Feststoffprobe (Schlämme und Sedimente) an Aktivkohle adsorbiert. Anschließend erfolgt die Verbrennung der beladenen Aktivkohle im Sauerstoffstrom. Im Chlormodul werden die gebildeten Halogenwasserstoffe in der Elektrolytlösung absorbiert. Die Halogenidionen werden argentometrisch bestimmt.

Die Adsorption an Aktivkohle kann u.a. nach folgenden zwei Verfahren erfolgen:

- Säulenmethode
- Schüttelmethode

Ein weiteres, mögliches Verfahren ist die Rührmethode (oder Carbodisc-Methode), die in dieser Anleitung nicht weiter beschrieben wird.

Säulenmethode Die vorbereitete Wasserprobe wird über mit Aktivkohle gepackte Säulen transportiert. Dabei werden die organisch gebundenen Halogene an der Aktivkohle adsorbiert. Anorganische Halogenide werden durch Waschen mit Nitratlösung verdrängt.

Zur Probenvorbereitung gemäß der Säulenmethode können die Automatischen Probenvorbereitungsmodule APU 28 connect S, APU 28 connect SPE und deren flexi-Versionen, APUsim oder AFU 3 (mit dem Kit für die Säulenmethode) verwendet werden.

Schüttelmethode Die vorbereitete Probe wird in einem verschließbaren Erlenmeyerkolben mit Aktivkohle und Nitratlösung versetzt und eine Stunde lang geschüttelt. Anschließend wird die Suspension über ein Filtersystem gegeben. Der Filterkuchen wird mit Nitratlösung gewaschen.

Zur Probenvorbereitung gemäß der Schüttelmethode kann die Automatische Filtrationseinheit AFU 3 verwendet werden.

3.2.3 EOX-Bestimmung

Der Parameter EOX ist die Summe organisch gebundener Halogene (Chlor, Brom, Jod), die unter definierten Bedingungen aus einer Wasserprobe oder aus Feststoffen (Schlämmen und Sedimenten) mit einem organischen Lösungsmittel extrahiert werden. Zur Extraktion werden Hexan, Heptan, Pentan oder Petrolether verwendet.

Nach der Extraktion erfolgen die Verbrennung des Extraktes im Argon/Sauerstoffstrom, die Absorption der entstandenen Halogenwasserstoffe in der Elektrolytlösung und die argentometrische Bestimmung der Halogenidionen.

3.2.4 POX-Bestimmung

Der Parameter POX ist die Summe vorwiegend leichtflüchtiger organisch gebundener Halogene (Chlor, Brom, Jod), die unter definierten Bedingungen aus einer wässrigen Probe ausgetrieben werden. Diese werden so von der wässrigen Phase getrennt, reichern sich jedoch in der Gasphase nicht weiter an. Zum Austreiben wird Argon verwendet.

Nach dem Austreiben erfolgen die Verbrennung im Argon-/Sauerstoffstrom, die Absorption der entstandenen Halogenwasserstoffe und die argentometrische Bestimmung der Halogenidionen.

3.3 Systemaufbau

Standardvariante

Der Analysator besteht in der Standardausstattung aus folgenden Komponenten:

- multi X 2500 mit Verbrennungssystem
- Chlormodul (Detektor)
- PC mit Software multiWin zur Gerätesteuerung und Datenauswertung

In der Standardvariante wird der multi X 2500 zur summarischen Bestimmung von adsorbierbaren organischen Halogenverbindungen (AOX) im vertikalen Betriebsmodus und mit der Messzelle "sensitiv" betrieben. Optional kann der multi X 2500 mit den automatischen Probengebern autoX 36, autoX 36d oder autoX 112 ausgerüstet werden.

Optionale Varianten

Für den optionalen horizontalen Betriebsmodus ist ein Erweiterungskit mit Multi-Purpose Verbrennungsrohr sowie zusätzlich ein Schiffchenvorschub erforderlich.

Self-Check-System

Im multi X 2500 ist ein Self-Check-System (SCS) integriert. Das SCS ist eine Kombination aus Hardwarekomponenten und Softwarefunktionen, die selbstständig für einen störungsfreien Betrieb des gesamten Analysesystems sorgen. Das SCS kontrolliert mehrfach pro Sekunde alle für die Gerätesicherheit und für die Qualität der Analyse wichtigen Parameter (z. B. Gasflüsse, Temperaturen, Drücke, Signaldrift, Kühlzeit, Flammenwert, etc.).

3.4 Aufbau des multi X 2500

Im Grundgerät des multi X 2500 sind folgende Komponenten untergebracht:

- Elektronik/interne Gerätesteuerung
- Gasversorgung mit Gasbox
- Verbrennungssystem
- Messgastrocknung (in der Standardausstattung)
- Messgasüberführung

Alle Komponenten des Grundgeräts, die vom Benutzer bedient oder gewartet werden, sind über die Fronttüren zugänglich. Die Fronttüren können für einen besseren Zugang zum Geräteinnenraum aus- und wieder eingehängt werden. Der Netzanschluss, die Gasanschlüsse sowie die Schnittstellen für die Systemkomponenten befinden sich auf der Geräterückseite.

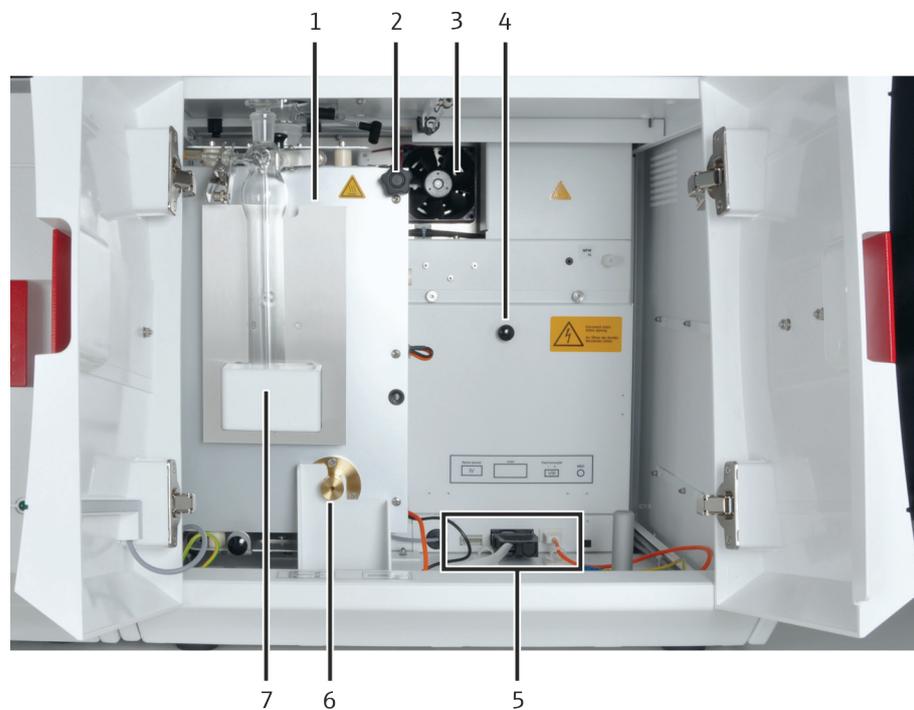


Abb. 1 Frontansicht (Tür geöffnet)

- | | |
|----------------------------------|--|
| 1 Ofen | 5 Steckplätze |
| 2 Knauf zum Kippen des Ofens | 6 Kippvorrichtung Ofen |
| 3 Lüfter | 7 Auffangwanne mit Schwefelsäuregefäß (vertikal) und Stopfen |
| 4 Abdeckung der Steuerelektronik | |

3.4.1 Elektronische Komponenten

LED-Anzeige

An der linken Tür des multi X 2500 ist eine grüne LED angebracht. Nach dem Laden der Software multiWin leuchtet die LED und zeigt die Betriebsbereitschaft des Grundgeräts an.



Abb. 2 Frontansicht mit Status-LED

Netzanschluss und Schnittstellen

Der Netzanschluss mit dem Netzschalter und die Schnittstellen für den Anschluss der Systemkomponenten befinden sich auf der Geräterückseite.

Der Computer wird über die USB-Schnittstelle angeschlossen. Die Schnittstellen zum Anschluss der Probengeber und Detektormodule sind RS 232-Schnittstellen.



Abb. 3 Rückseite multi X 2500

- | | | | |
|---|-------------------------------|---|-------------------------------|
| 1 | Schnittstellen (siehe Abb. 4) | 3 | Netzanschluss, Geräteschalter |
| 2 | Anschluss PC über USB | | |

Unterhalb des Geräteschalters befinden sich die Gerätesicherung und der Netzanschluss. Hier ist auch das Typenschild angebracht.

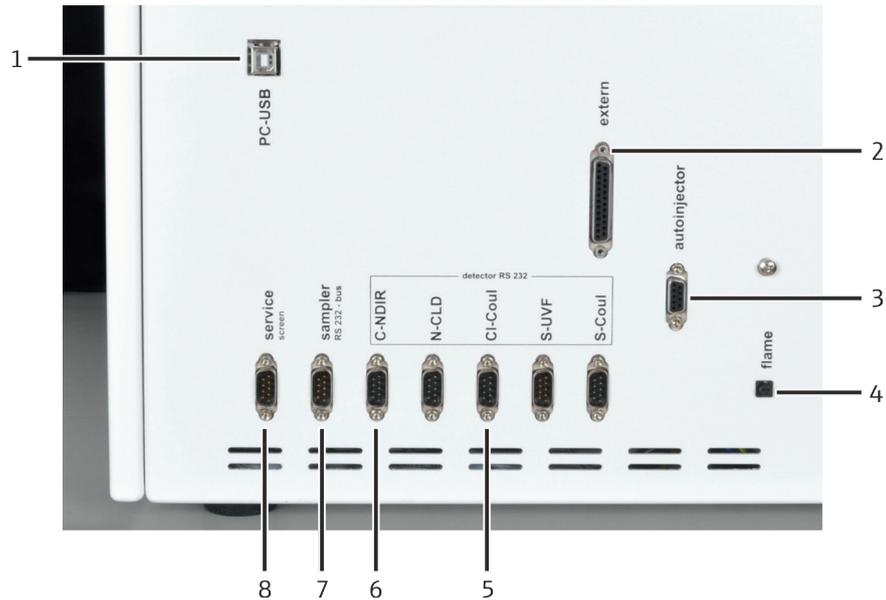


Abb. 4 Elektrische Schnittstellen auf der Rückseite des multi X 2500

- | | |
|---|----------------------------------|
| 1 USB-Anschluss zum Steuer-PC | 5 Anschluss CI-Modul |
| 2 Anschluss extern (zum Vorverbrennungsadapter) | 6 Anschluss TOC-Modul |
| 3 Anschluss Autoinjektor | 7 Anschluss Sampler (RS 232-Bus) |
| 4 Anschluss Flammensensor (zum ABD) | 8 Anschluss Service |

Typenschild

Auf dem Typenschild befinden sich die folgenden Angaben:

- Firmenname und vollständige Anschrift des Herstellers
- Typbezeichnung des Gerätes
- Seriennummer
- Elektrische Anschlussdaten
- Konformitätskennzeichnungen

Gerätesteuerung, Schnittstellen im Gerät

Die Steuerelektronik befindet sich von vorn gesehen rechts an der Geräterückwand des Grundgeräts hinter der Abdeckung. Über die interne Gerätesteuerung werden die Stromversorgung, die Steuerung der einzelnen Komponenten des Grundgeräts und die Kommunikation mit dem Computer und weiteren angeschlossenen Systemmodulen realisiert.

Die elektrischen Anschlüsse des Verbrennungsofens, des Flammensensors und des Thermoelements befinden sich direkt unter der Abdeckung für die Steuerelektronik. Die Anschlüsse sind nur in vertikaler Einbaulage des Verbrennungsofens zugänglich.

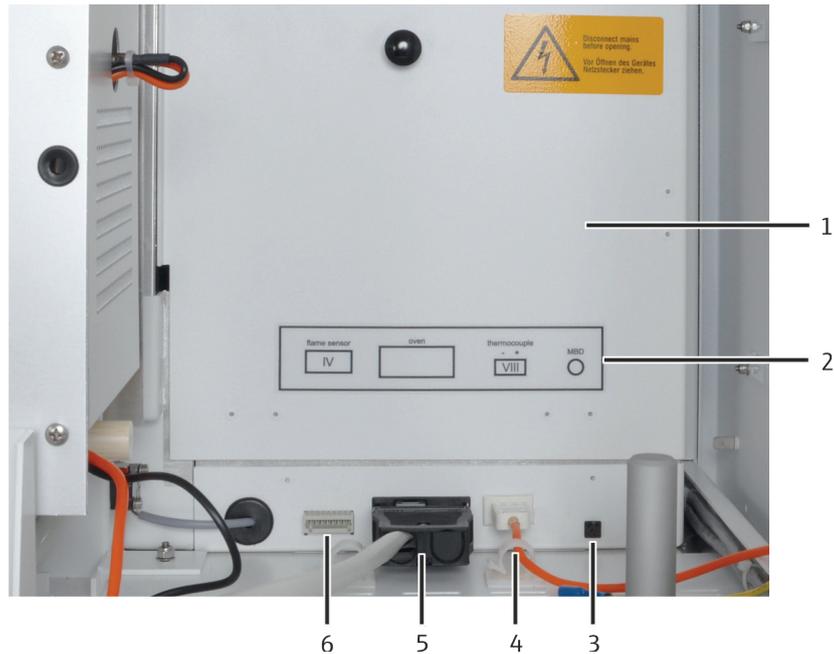


Abb. 5 Gerätesteuerung und Schnittstellen im Geräteinnenraum

- | | | | |
|---|--|---|---|
| 1 | Steuerelektronik (hinter Abdeckung) | 5 | Schnittstelle Verbrennungssofen |
| 2 | Kennzeichnung Schnittstellen | 6 | Schnittstelle Flammensensor (optional, im horizontalen Betrieb mit ABD) |
| 3 | Schnittstelle Manueller Schiffchenvorschub MBD | | |
| 4 | Schnittstelle Thermoelement | | |

Anschlüsse
Auto-Protection-
Baugruppe

Bei Einsatz des Multi-Purpose Verbrennungsrohrs wird das Messgas über die Auto-Protection-Baugruppe geleitet. Die Anschlüsse für die Auto-Protection-Baugruppe und die beheizte Gastransferleitung befinden sich im Rahmen hinter den Türen. Dort ist auch der Kippschalter zum Öffnen und Schließen der pneumatischen Dichtung der Auto-Protection-Baugruppe angebracht.

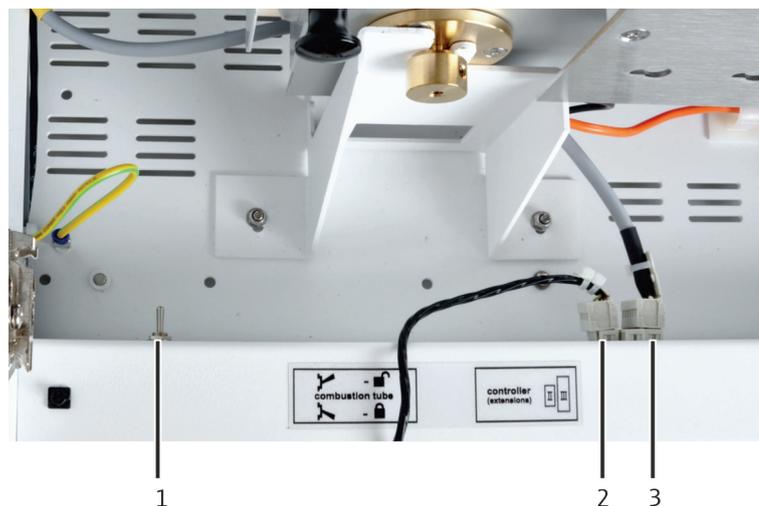


Abb. 6 Anschlüsse für die Auto-Protection-Baugruppe (Draufsicht)

- | | |
|---|---|
| 1 | Kippschalter zum Öffnen und Schließen der pneumatischen Dichtung in der Auto-Protection-Baugruppe |
| 2 | Anschluss Heizung für Gastransferleitung |
| 3 | Anschluss Auto-Protection-Baugruppe |

3.4.2 Gasversorgung / Messgasüberführung

Gasanschlüsse auf der
Geräterückseite

Die Gasanschlüsse befinden sich an der Geräterückseite. Die Gasversorgung ist über die zum Lieferumfang gehörenden Verbindungsschläuche (6 x 4) mm an die Anschlüsse "IN O₂" bzw. "IN Ar" anzuschließen.

Bei Anschluss des Automatischen oder Manuellen Schiffchenvorschubs (nur im horizontalen Betriebsmodus) erfolgt der Gasanschluss dieser beiden Probenzufuhrsysteme über den Anschluss "OUT ABD" des multi X 2500.

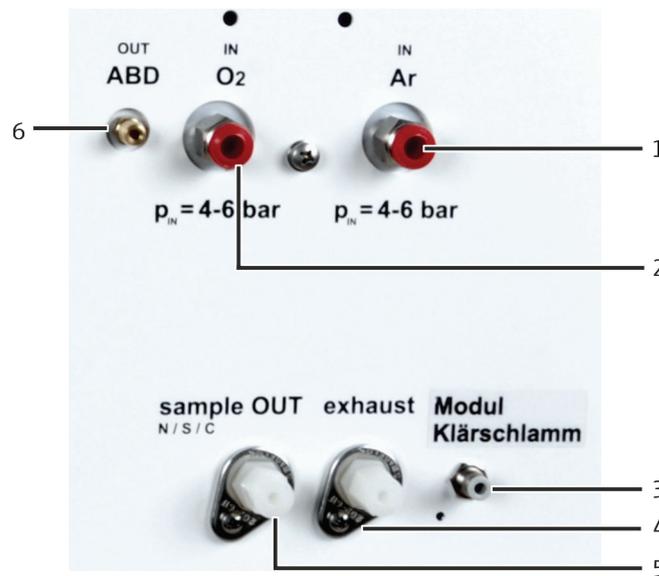


Abb. 7 Gasanschlüsse an der Geräterückseite

- | | | | |
|---|---|---|--|
| 1 | Gaseingang Argon (Ar) | 4 | Ausgang Spülgas des Membrantrockners |
| 2 | Gaseingang Sauerstoff (O ₂) | 5 | Gasausgang (bleibt frei) |
| 3 | Gaseingang Vorverbrennungsadapter | 6 | Gasausgang Ar/O ₂ zum ABD/MBD |

Der Gasausgang "OUT ABD" (6 in Abb. 7) wird bei Verwendung des TOC-Moduls auch für den NPOC-Ausblas-Gasfluss verwendet.

Gasbox

Die beiden Prozessgase Sauerstoff und Argon werden im multi X 2500 über die Gasbox geregelt. Die Gasbox befindet sich auf der linken Geräteinnenseite.



Abb. 8 Gasbox

Offenes
Verbrennungsrohr
(Standardversion)

Der Gasanschluss (O_2) am offenen Verbrennungsrohr erfolgt über die Sauerstoffschleuse, die in die Öffnung des Verbrennungsrohres eingesetzt wird. Der Gasausgang des Verbrennungsrohres wird mit Hilfe einer Gabelklemme direkt mit dem Schwefelsäuregefäß (vertikal) verbunden.

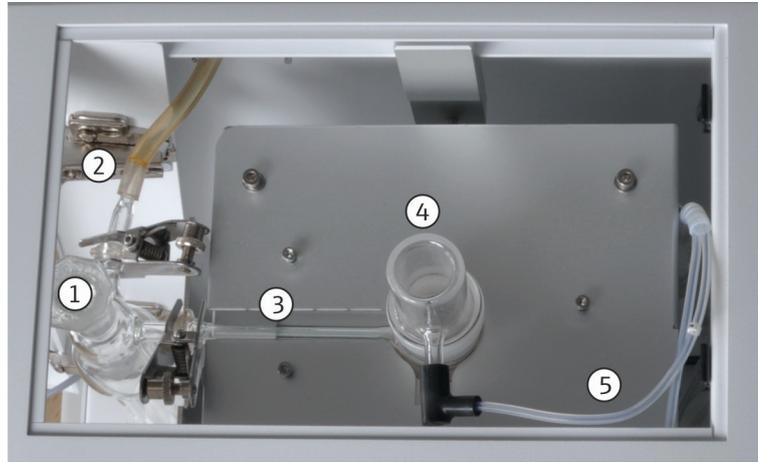


Abb. 9 Gasanschlüsse am offenen Verbrennungsrohr (vertikaler Betriebsmodus, Draufsicht)

- | | |
|--|---|
| 1 Schwefelsäuregefäß (vertikal) mit Stopfen | 4 Sauerstoffschleuse |
| 2 Kugelschliffadapter mit Schlauch zur Verbindung mit dem Chlormodul | 5 Anschluss O_2 – Schlauch 3 (offenes Verbrennungsrohr) |
| 3 Gasausgang (offenes Verbrennungsrohr) | |

Multi-Purpose
Verbrennungsrohr
(optional)

Für das Multi-Purpose Verbrennungsrohr wird Sauerstoff als Verbrennungsgas und Argon als Trägergas benötigt. Die Zusammensetzung des Gasgemisches für einen optimalen Probenauflschluss wird über das Flow Management System (FMS) geregelt.

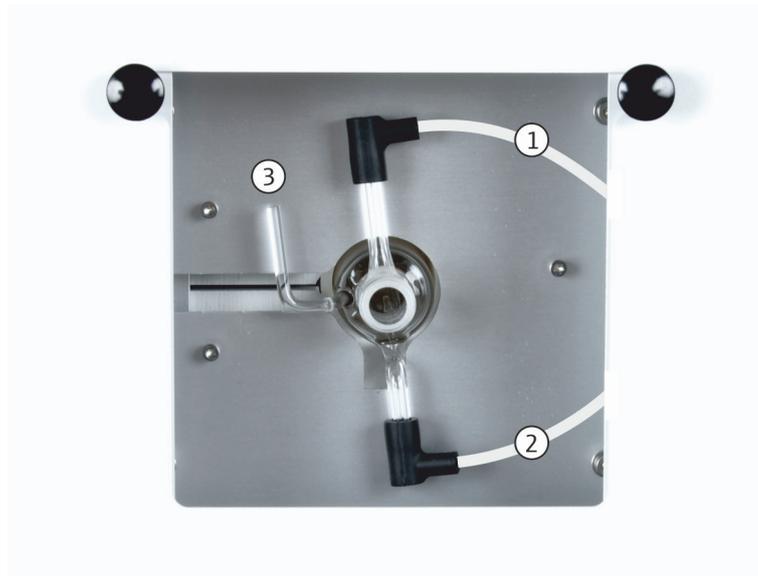


Abb. 10 Anschlüsse am Multi-Purpose Verbrennungsrohr im horizontalen Modus (Draufsicht)

- | | |
|--------------------------------|--------------------------------------|
| 1 Anschluss Ar – Schlauch 4 | 3 Anschluss Flammensensor (optional) |
| 2 Anschluss O_2 – Schlauch 3 | |

3.4.3 Verbrennungssystem

Der Verbrennungsofen ist ein widerstandsbeheizter Ofen für Aufschlusstemperaturen zwischen 700 °C und 1100 °C. Die einfach zu bedienende Kippvorrichtung ermöglicht eine schnelle Umstellung der Betriebsmodi.

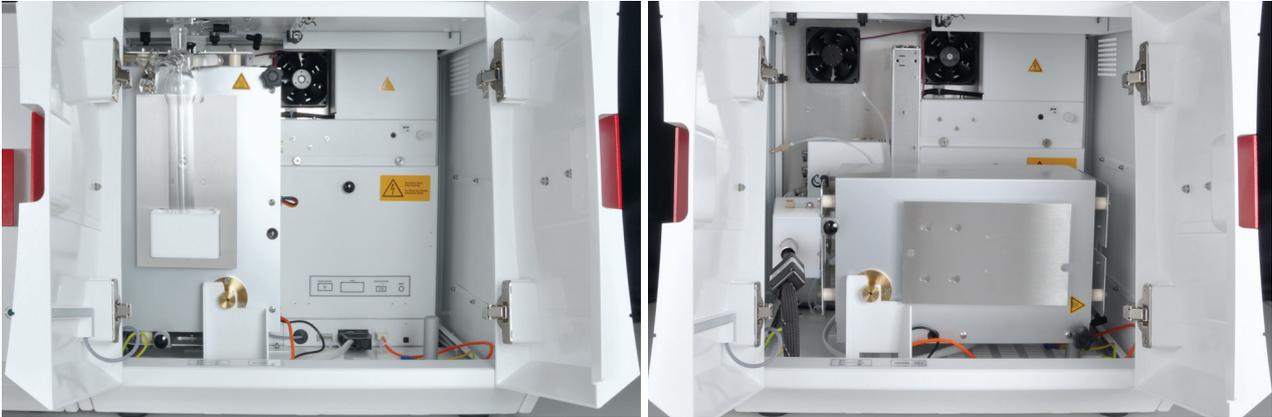


Abb. 11 Verbrennungsofen im vertikalen und horizontalen Betriebsmodus

Offenes
Verbrennungsrohr

Im Grundgerät des multi X 2500 wird standardmäßig das offene Verbrennungsrohr eingesetzt. Dieses Verbrennungsrohr wird für folgende Analysen eingesetzt:

- AOX-Bestimmung im vertikalen Betriebsmodus (empfohlen)
- POX-Bestimmung

Am Boden des Verbrennungsrohrs befindet sich ein Pfropfen aus Quarzwolle. Die Quarzwolle filtert Asche und Ruß aus dem Messgasstrom. Beim Einwerfen der Quarzcontainer wirkt der Pfropfen als Polsterung und schützt das Quarzglas vor Beschädigung.

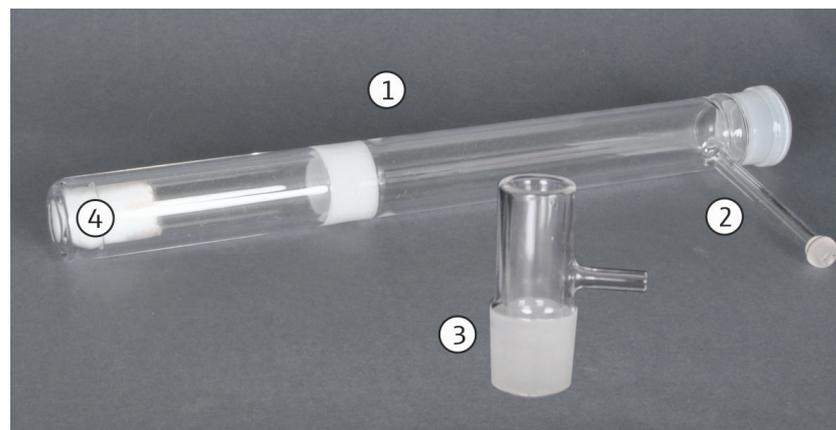


Abb. 12 Offenes Verbrennungsrohr

- | | | | |
|---|-----------------------------|---|-------------------------|
| 1 | Verbrennungsrohr | 3 | Sauerstoffschleuse |
| 2 | Gasausgang mit Kugelschliff | 4 | Pfropfen aus Quarzwolle |

Das Verbrennungsrohr fasst maximal 40 Quarzcontainer (abhängig von Größe und Methode). Nach Erreichen der maximalen Anzahl muss das Verbrennungsrohr im kalten Zustand geleert werden.



Abb. 13 Verbrennungsrohr, gefüllt mit verbrauchten Quarzcontainern

Multi-Purpose Verbrennungsrohr

Das Multi-Purpose Verbrennungsrohr wird für folgende Analysen eingesetzt:

- AOX-Bestimmung im horizontalen Betriebsmodus
- EOX-Bestimmung
- TX-Bestimmung

Die Gasanschlüsse befinden sich am Hals des Verbrennungsrohrs.

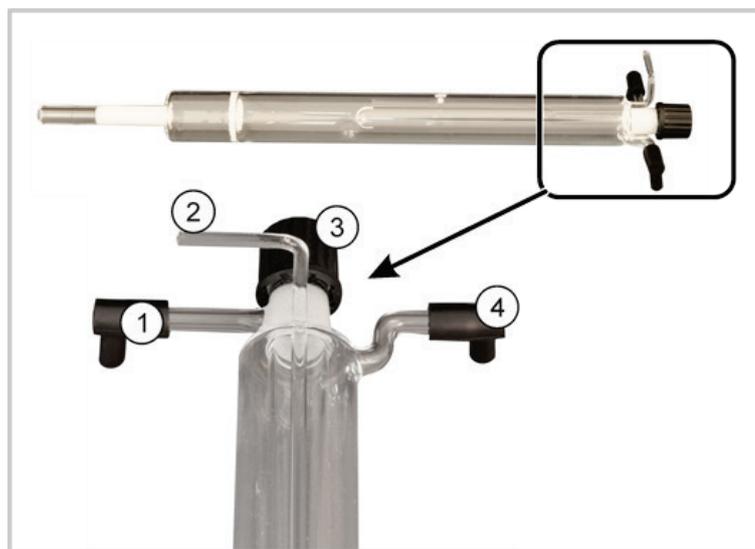


Abb. 14 Multi-Purpose Verbrennungsrohr

- | | |
|---------------------------|--|
| 1 Anschluss Argonzufuhr | 3 Schraubkappe mit Septum (nur für EOX-Bestimmung) |
| 2 Anschluss Flammensensor | 4 Anschluss Sauerstoffzufuhr |

Die Verbindung zwischen Verbrennungsrohr und dem weiterem Messgasweg wird über die Auto-Protection-Baugruppe realisiert.

Der Flammensensor wird optional für den Betrieb mit Automatischem Schiffchenvorschub (ABD) im horizontalen Modus empfohlen. Der Flammensensor kontrolliert die Geschwindigkeit des Schiffchenvorschubs, um eine starke Rußbildung im Verbrennungsrohr zu verhindern. Er eignet sich für Proben mit einem hohen Anteil an organischen Verbindungen (EOX- und TX-Bestimmungen).

3.4.4 Messgastrocknung bei Standardvariante

Zur Messgastrocknung wird konzentrierte Schwefelsäure verwendet. Das Schwefelsäuregefäß (vertikal) fasst 40 ml Säure. Dieses Volumen reicht zur Abarbeitung von 100 Proben. In der Standardvariante wird das Schwefelsäuregefäß am Ofen angebracht und direkt über einen Kugelschliff mit dem offenen Verbrennungsrohr verbunden.

Das Schwefelsäuregefäß (vertikal) und die Messzelle im Chlormodul sind über einen Kugelschliffadapter mit Schlauch verbunden. Die Saugpumpe im Chlormodul überführt das Messgas in die Messzelle.



Abb. 15 Schwefelsäuregefäß (vertikal) in der Standardvariante

- | | |
|---|---------------------------------|
| 1 Gasausgang Verbrennungsrohr | 3 Messgasausgang zum Chlormodul |
| 2 Schwefelsäuregefäß (vertikal) mit Stopfen | |

Für den Einsatz des optionalen Multi-Purpose Verbrennungsrohrs gibt es ein eigenes Schwefelsäuregefäß, das im Chlormodul montiert wird.

3.4.5 Auto-Protection-Baugruppe (optional)

Die Auto-Protection-Baugruppe (APB) wird bei Verwendung des Multi-Purpose Verbrennungsrohrs benötigt. Die Multifunktionsbaugruppe übernimmt folgenden Aufgaben:

- Kupplung des Multi-Purpose Verbrennungsrohrs an die weiteren Messgaswege
- Filterung von Feststoffpartikeln, Aerosolen und Flüssigkeiten

Die Auto-Protection-Baugruppe ist über eine Klemmhalterung am Ofengehäuse befestigt.

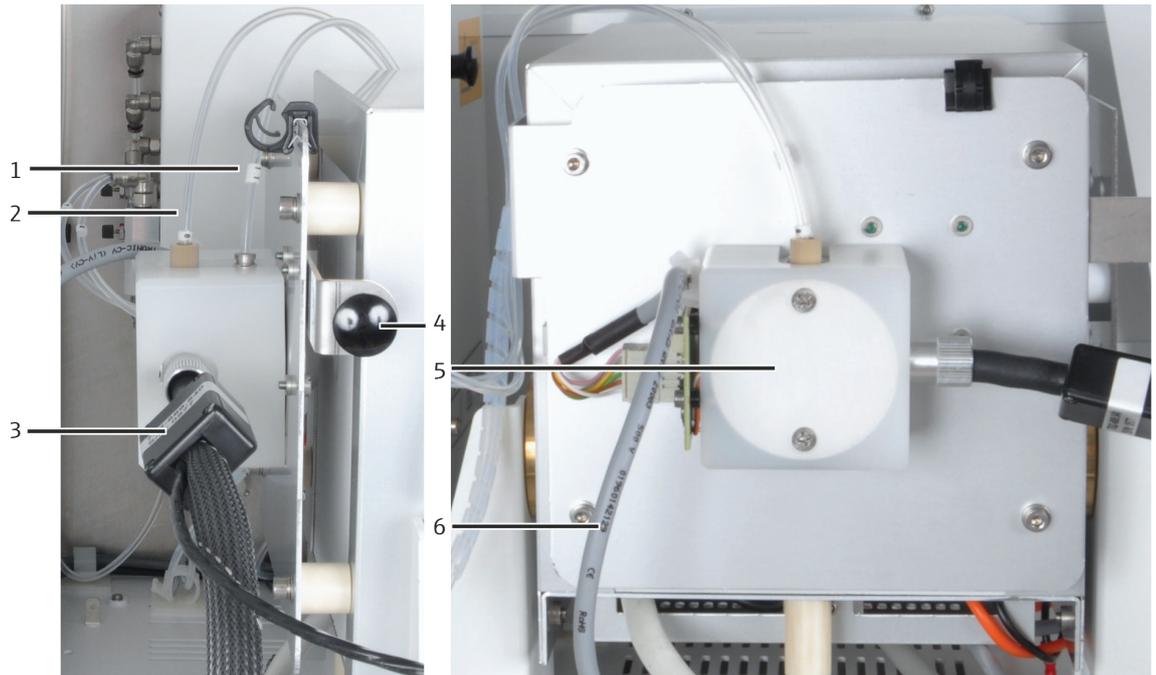


Abb. 16 Auto-Protection-Baugruppe

- | | |
|--|--|
| 1 Schlauch 11 (Druckgas Argon für pneumatische Dichtung) | 4 Knauf der Klemmhalterung |
| 2 Schlauch 8 (Argon für Sicherheitsspülung) | 5 Auto-Protection-Baugruppe mit integriertem Filter und pneumatischer Dichtung |
| 3 beheizte Gastransferleitung zum Chlormodul | 6 Kabel für elektrischen Anschluss |

Kupplung mit pneumatischer Dichtung

Die Kupplung verbindet das Verbrennungsrohr mit der Messgasüberführung. Das Verbrennungsrohr wird in die Auto-Protection-Baugruppe eingesteckt und über eine pneumatische Dichtung abgedichtet. Der Betrieb der pneumatischen Dichtung erfolgt mit Argon. Die pneumatische Dichtung wird über einen Kippschalter geöffnet bzw. geschlossen:

- Kippschalter unten: Verbrennungsrohr abgedichtet
- Kippschalter oben: Verbrennungsrohr freigegeben (z. B. zum Ausbau)



Abb. 17 Kippschalter Verriegelung/Freigabe Verbrennungsrohr

Sicherheits-Bypass	<p>Der Argon-Sicherheits-Bypass (2 in Abb. 16) an der Auto-Protection-Baugruppe verhindert, dass beim Abkühlen Unterdruck entsteht. Durch Unterdruck kann Schwefelsäure über die Gastransferleitung bis in die Auto-Protection-Baugruppe gezogen werden.</p> <p>Wenn die laufende Gasversorgung, z. B. durch eine Notabschaltung, ausfällt oder wenn der Gasdruck aufgrund einer Verstopfung im laufenden Betrieb oder während des Abkühlens sinkt, kann es zu einem Rückschlag von Schwefelsäure in das Analysensystem kommen. Trennen Sie die beheizte Transferleitung sofort vom Schwefelsäuregefäß, wenn die Schutzgasversorgung nicht gewährleistet ist.</p>
Filter	<p>In der Auto-Protection-Baugruppe ist ein wechselbarer Filter integriert. Der Filter schützt nachfolgende Baugruppen (Trockeneinheiten, Detektoren) im Falle einer unvollständigen Verbrennung vor Rußpartikeln. Außerdem hält der Filter kondensiertes Wasser und andere Aerosole zurück. Nur Wasserdampf kann den Filter passieren.</p>

3.5 Chlormodul multi X 2500

Das Chlormodul (Cl-Modul) besteht aus folgenden Hauptkomponenten:

- Weitbereichscoulometer für Amperometrie und Potentiometrie
- Rühr-/Kühlblock für die Messzellen (mit automatischer Zellenerkennung)
- Messzellen mit Elektroden mit Gaseinleitungsrohr
- Saugpumpe
- Adsorptionsrohr
- Schwefelsäuregefäß für den Betrieb mit Multi-Purpose Verbrennungsrohr

In der Standardvariante, bei der Arbeit mit dem offenen Verbrennungsrohr saugt die Saugpumpe das Messgas aus dem multi X 2500 direkt in die Messzelle des Chlormoduls. Zwischen Gasausgang der Messzelle und Saugpumpe ist das Adsorptionsrohr geschaltet. Das Adsorptionsrohr schützt die Saugpumpe vor Essigsäuredämpfen. Als Adsorptionsmittel wird Aktivkohle verwendet.

Das Schwefelsäuregefäß wird im Chlormodul nur im Betrieb mit dem optionalen Multi-Purpose Verbrennungsrohr eingesetzt.

Alle Komponenten des Moduls, die vom Benutzer bedient oder gewartet werden, sind über die Tür an der Frontseite zugänglich.



Abb. 18 CI-Modul in Standardausführung

- | | |
|--|----------------------------------|
| 1 Flussmesser Saugfluss | 4 Rühr-/Kühlblock |
| 2 Adsorptionsrohr | 5 Durchflussregler für Saugfluss |
| 3 Messzelle "sensitive" mit Kombielektrode | |

Der Saugfluss wird bei der Erstinbetriebnahme des Gerätes auf etwa 25 l/h eingestellt.

Das Weitbereichscoulometer des Chlormoduls hat 3 Arbeitsbereiche. Für jeden Arbeitsbereich wird eine spezielle Messzelle eingesetzt:

- "sensitive" (Standard)
- "high concentration" (optional)
- "high sensitive" (optional)

Für Messbereiche der Messzellen siehe "Technische Daten" S. 123. Die Messzellen werden beim Einsetzen in den Rühr-/Kühlblock automatisch erkannt.

Mit dem Einschalten des Chlormoduls setzt sich der Magnetrührstab in der Messzelle in Bewegung. Die voreingestellte Zelltemperatur beträgt 18 °C und kann als Methodenparameter in der Software multiWin geändert werden.

3.5.1 Anschlüsse und Schnittstellen

Die an der Frontseite des CI-Moduls angebrachte grüne LED leuchtet nach dem Einschalten des Moduls.

Der Netzschalter, die Gerätesicherung und der Netzanschluss befinden sich auf der Rückseite des Chlormoduls. Ebenfalls auf der Rückseite befindet sich die RS 232-Schnittstelle zum Anschluss des multi X 2500.

Links unten an der Rückwand befinden sich der Gasausgang des Gerätes. Je nachdem ob das Gerät in der Standardvariante oder in der optionalen Variante betrieben wird, ist ein anderer Ausgang mit der Absaugung zu verbinden:

- Ausgang "exhaust" (2 in Abb. 19): Ausgang der Saugpumpe mit Filter (Standardvariante)
- Ausgang "waste" (3 in Abb. 19): Ausgang des Abluftschlauchs (Optionale Varianten)

Der Filter am Ausgang "exhaust" verwirbelt die austretenden Gase und verringert dadurch den Geräuschpegel.

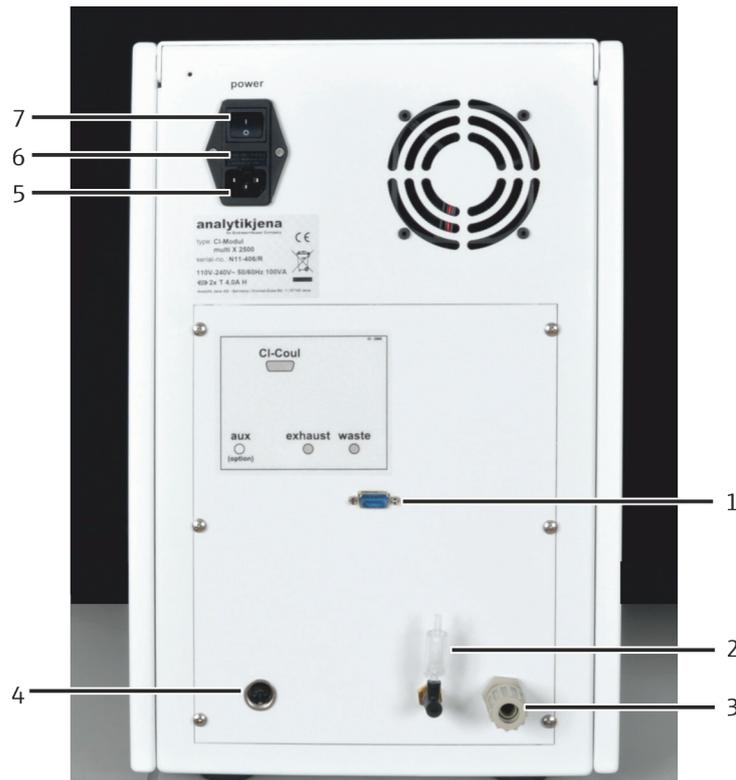


Abb. 19 Anschlüsse auf der Rückseite des Chlormoduls

- | | |
|---|-------------------|
| 1 Schnittstelle zum Grundgerät | 5 Netzanschluss |
| 2 Ausgang der Saugpumpe ("exhaust") | 6 Gerätesicherung |
| 3 Ausgang des Abluftschlauchs ("waste") | 7 Geräteschalter |
| 4 Schnittstelle "aux" | |

Die elektrischen Anschlüsse für die Messzellen und Elektroden befinden sich an der rückwärtigen Innenwand des Chlormoduls. Sie sind verwechslungssicher: Jeder Stecker passt nur in einen Anschluss.

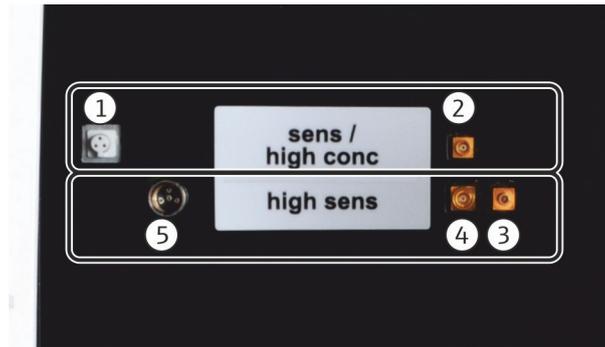


Abb. 20 Anschlüsse an der Innenwand des CI-Moduls

Für Messzelle "sensitive" und "high concentration"

- 1 Anschluss Kombielektrode
- 2 Anschluss der Messzelle mit Silberanode

Für Messzelle "high sensitive"

- 3 Anschluss Platinelektrode
- 4 Anschluss Silberelektrode
- 5 Anschluss Sensorelektrode

3.5.2 Messzelle "sensitive" (Standard)

Aufbau

Die Messzelle "sensitive" wird für Chlorgehalte von 1 ... 100 µg verwendet.

Die Messzelle besteht aus dem Elektrodenraum, der die Elektrolytlösung aufnimmt, und dem im Chlormodul angeordneten Rührblock. Am Boden des Elektrodenraumes befindet sich die Generatoranode, in Form eines stabilen Silberblechs (Silberrolle). Der Magnetrührstab läuft oberhalb dieser Anode.

Die Zelle wird mit einem Deckel durch drei Rändelschrauben luftdicht verschlossen. Die beiden Deckeldurchführungen (Bohrungen) dienen zur Halterung der Kombielektrode und einer Saugolive. Die gekennzeichnete Öffnung ist für die amperometrische Kombielektrode vorgesehen. Die nicht gekennzeichnete Öffnung wird für die Direktinjektion in die Messzelle bzw. zum Anschluss der Saugolive genutzt.

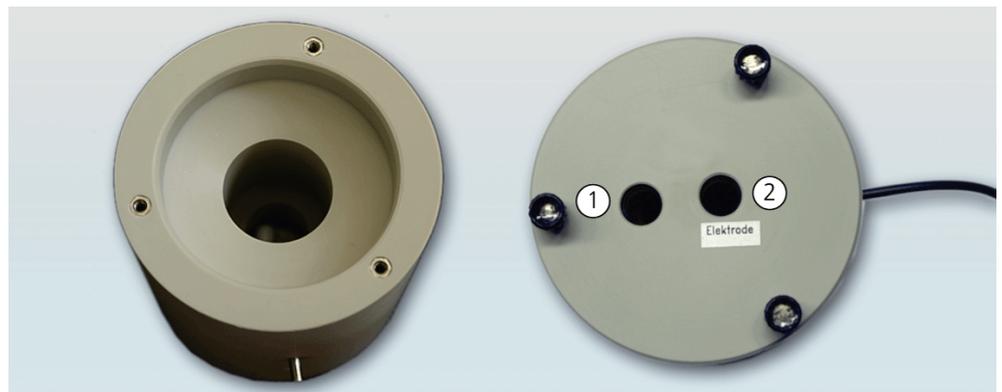


Abb. 21 Messzelle "sensitive" mit Deckel



- 1 Halterung Saugolive
- 2 Halterung Kombielektrode

Abb. 22 Messzelle "sensitive" bestückt

Kombielektrode

Die Kombielektrode wird in den Messzellen "sensitive" (Standard) und "high concentration" (Option) eingesetzt. Sie vereint die Indikatorelektroden (Ag), Generatorkathode (Pt) und die Gaseinleitung. Der Messgasschlauch kann direkt an die Elektrode angeschlossen werden.

Die Kombielektrode wird nach der Messung trocken im Aufbewahrungsgefäß an der Fronttür aufbewahrt.

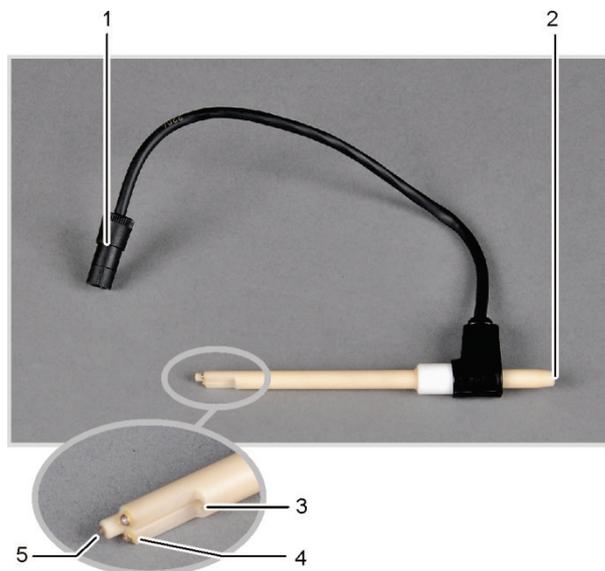


Abb. 23 Kombielektrode für die Messzellen "sensitive" und "high concentration"

- 1 Anschlussstecker
- 2 Anschluss Messgasschlauch
- 3 Gaseinleitung in Messzelle
- 4 Indikatorelektroden (Ag)
- 5 Generatorkathode (Pt)

3.5.3 Messzelle "high concentration"

Die Messzelle "high concentration" wird optional angeboten. Sie ist funktionsgleich mit der Messzelle "sensitive", besitzt aber ein höheres Elektrolytvolumen. Sie ist für Chlorgehalte von 10 ... 1000 µg geeignet und wird besonders für die TX-Bestimmung in stark belasteten Abfällen und Polymer-Proben mit hohem PVC-Anteil empfohlen.

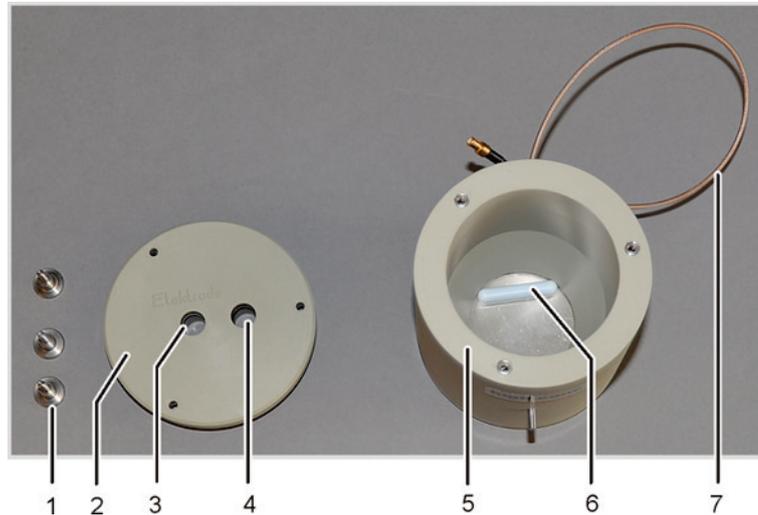


Abb. 24 Messzelle "high concentration"

- | | |
|--|--|
| 1 Rändelschrauben | 5 Elektrodenraum mit Silberanode |
| 2 Deckel | 6 Magnetrührstab |
| 3 Öffnung für Elektrode (beschriftet) | 7 elektrischer Anschluss der Messzelle |
| 4 Öffnung für Olive zum Anschluss an Saugschlauch bzw. Direktinjektion | |

Wie in der Messzelle "sensitive" kommt auch hier die wartungsfreie Kombielektrode zum Einsatz.

3.5.4 Messzelle "high sensitive"

Aufbau

Die optionale Messzelle "high sensitive" wird für sehr niedrige Chlorgehalte (0,01 ... 10 µg Cl) in Verbindung mit dem Multi-Purpose Verbrennungsrohr eingesetzt. Sie wird besonders für die EOX-Bestimmung empfohlen. In Verbindung mit dem offenen Verbrennungsrohr (AOX und POX vertikal) kann die Messzelle "high sensitive" nicht verwendet werden.

Die Messzelle besteht aus dem Grundkörper mit Magnetrührstab und Deckel.

Im Messzellendeckel sind die Positionen der erforderlichen Komponenten gekennzeichnet. Die mittlere Bohrung ist für einen Adapter vorgesehen, der mit dem Abzugsschlauch für die essigsuren Dämpfe verbunden wird. Die nicht gekennzeichnete kleine Öffnung wird für die Direktinjektion in die Zelle genutzt. Sie ist bei der Gaseinleitung aus dem Verbrennungsofen mit einem Stopfen verschlossen.

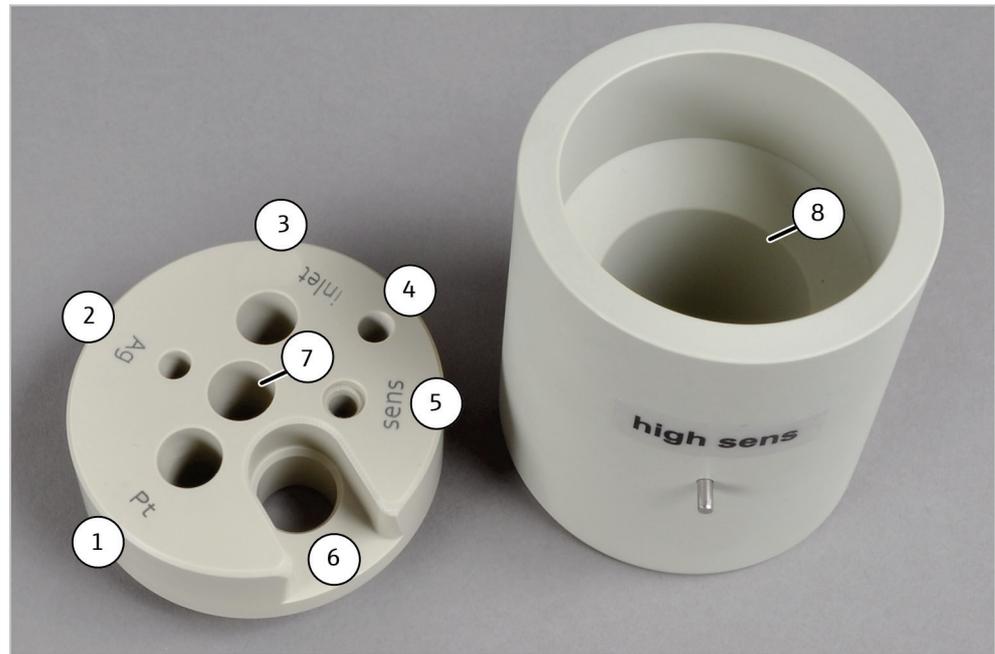


Abb. 25 Messzelle "high sensitive"

- | | | | |
|---|--------------------------------------|---|--|
| 1 | Öffnung Pt (für Platinelektrode) | 5 | Öffnung Sen (für Sensorelektrode) |
| 2 | Öffnung Ag (für Silberelektrode) | 6 | Öffnung für Referenzelektrode |
| 3 | Öffnung Gas (für Gaseinleitungsrohr) | 7 | Öffnung für Anschluss an Absaugung |
| 4 | Öffnung für Direktinjektion | 8 | Messzellengrundkörper mit Magnetrührstab |

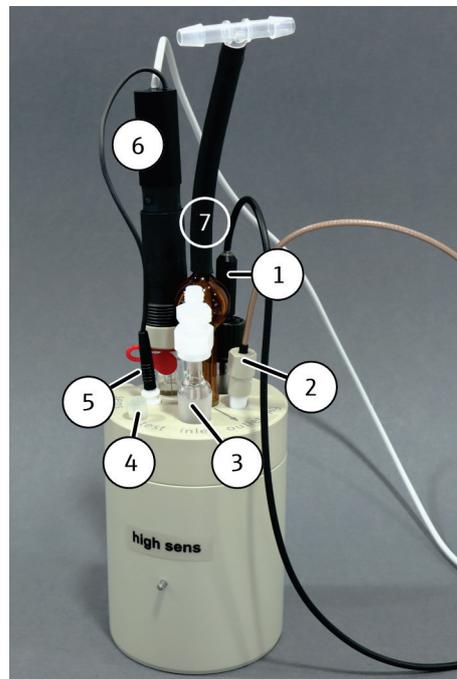


Abb. 26 Bestückte Messzelle "high sensitive"

- | | | | |
|---|--|---|---|
| 1 | Platinelektrode mit Salzbrücke | 4 | Öffnung für Direktinjektion mit Stopfen |
| 2 | Silberelektrode | 5 | Sensorelektrode |
| 3 | Gaseinleitungsrohr mit Verschraubung für Messgas | 6 | Referenzelektrode |
| | | 7 | Adapter zum Anschluss der Absaugung |

Sensor- und Referenzelektrode

Die Sensor- und die Referenzelektrode werden immer gemeinsam in der Messzelle eingesetzt.

Die Sensorelektrode verfügt über einen chlorierten Sensorpin, der in die Messzelle eintaucht, und einen Goldkontakt. Der Sensorpin ist berührungsempfindlich. Er wird für die Lagerung mit einem Kratzschutz versehen.

Die Referenzelektrode wird trocken, ohne Brückenelektrolyt geliefert. Als Brückenelektrolyt wird dieselbe essigsaure Elektrolytlösung wie für die Messzelle verwendet. Der Brückenelektrolyt wird über die Nachfüllöffnung eingefüllt. Die Referenzelektrode ist nach einer Einlaufzeit von etwa 4 h in der Messzelle messbereit.

Im Betrieb ist die Nachfüllöffnung der Referenzelektrode zu öffnen. Für eine kurzzeitige Lagerung die Nachfüllöffnung schließen und die beiden Elektroden in der mit Elektrolyt gefüllten Messzelle aufbewahren.

Die Öffnungen im Deckel der Messzelle sind so gestaltet, dass der Sensorpin der Sensorelektrode zum Diaphragma der Referenzelektrode ausgerichtet wird.

Ein Vorverstärker wird auf die Referenzelektrode aufgesetzt. Seine Anschlusskabel verbinden die Referenzelektrode elektrisch mit der Sensorelektrode und dem Anschluss im Detektionsmodul.

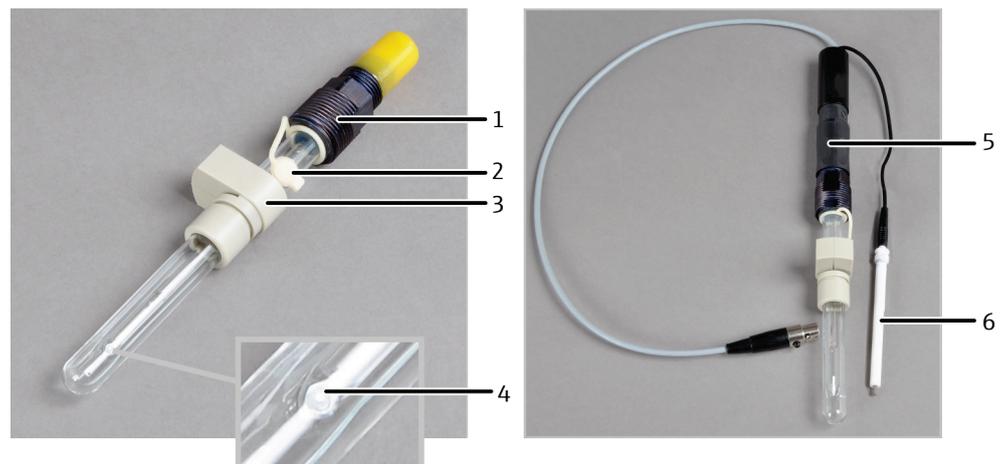


Abb. 27 Sensorelektrode und Referenzelektrode

- | | |
|--|-------------------|
| 1 Elektrischer Anschluss | 4 Diaphragma |
| 2 Nachfüllöffnung für Brückenelektrolyt (mit Gummistopfen) | 5 Vorverstärker |
| 3 Halterung der Referenzelektrode im Messzellendeckel | 6 Sensorelektrode |

Im Zubehör der Messzelle befindet sich ein kurzer Schlauch mit T-Stück. Schlauch und T-Stück werden auf den Adapter gesteckt und mit dem Absaugschlauch verbunden. Eine Seite des T-Stücks bleibt offen. Die essigsauren Dämpfe können so effektiv aus dem Detektionsmodul abgesaugt werden, ohne dass die Elektrolytlösung zu schnell verdunstet.

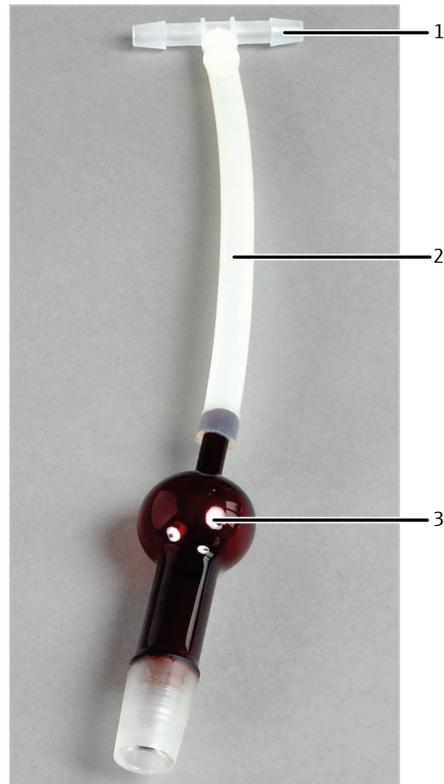


Abb. 28 Anschluss an Absaugung

- | | |
|-------------------|-----------|
| 1 T-Stück | 3 Adapter |
| 2 Kurzer Schlauch | |

Generatorelektroden

Für die Erzeugung der zur chemischen Ausfällung benötigten Silberionen wird ein Generatorelektrodenpaar eingesetzt, das aus einer Platinkathode mit Salzbrücke und einer Silberanode besteht.

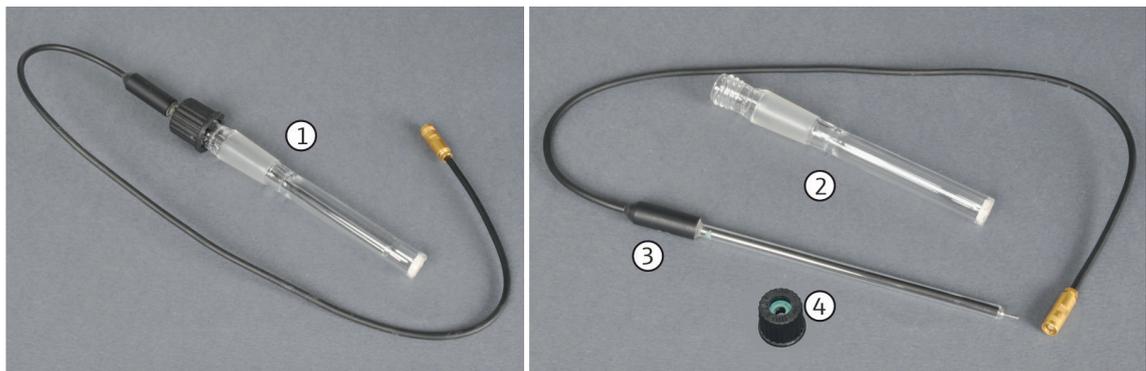


Abb. 29 Pt-Elektrode mit Salzbrücke (Generatorkathode)

- | | |
|---|---|
| 1 Pt-Elektrode mit Salzbrücke, komplett | 3 Pt-Elektrode |
| 2 Salzbrücke | 4 Septum mit Loch (zum Befestigen der Pt-Elektrode in der Salzbrücke) |

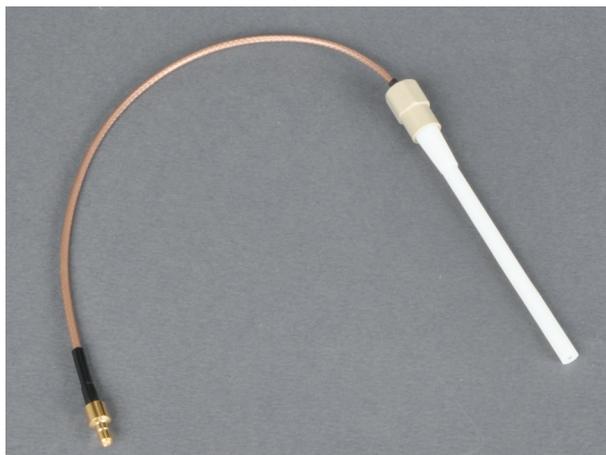


Abb. 30 Silberelektrode (Generatoranode)

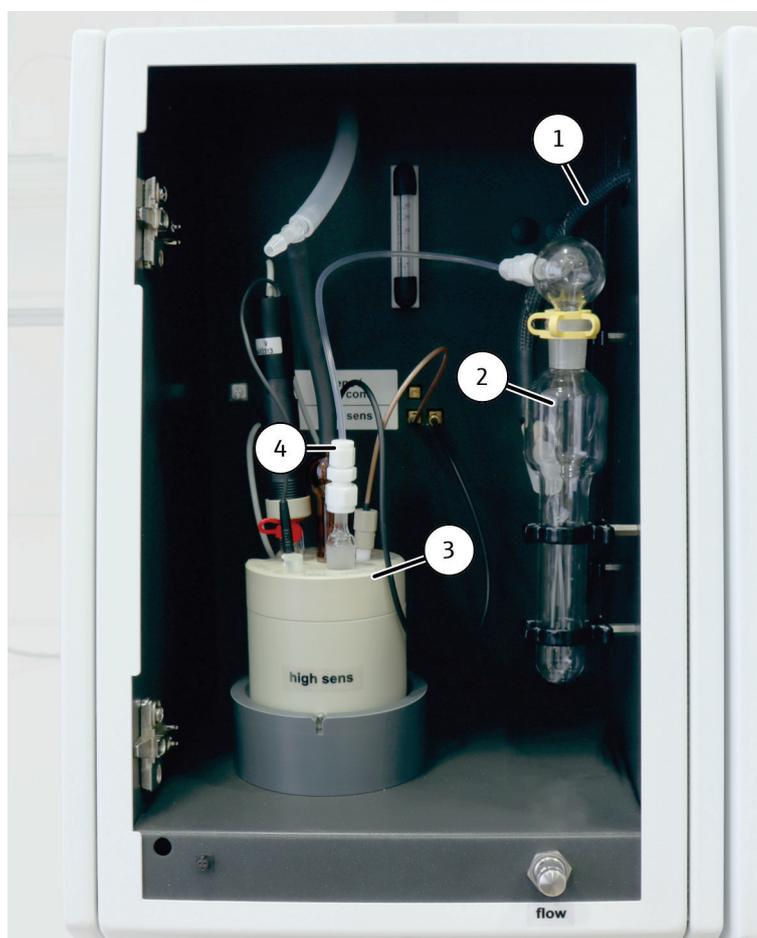


Abb. 31 Chlormodul mit Messzelle "high sensitive"

- | | |
|---|----------------------------------|
| 1 Gastransferleitung (vom Grundgerät) | 3 Messzelle "high sensitive" |
| 2 Schwefelsäuregefäß mit Sicherheitsaufsatz | 4 Gaseinleitung in die Messzelle |

3.5.5 Messgasüberführung und Messgastrocknung (optionale Varianten)

Zur Messgastrocknung wird konzentrierte Schwefelsäure verwendet. Für die Arbeit mit dem Multi-Purpose Verbrennungsrohres gibt es ein eigenes Schwefelsäuregefäß, das im Chlormodul angebracht wird. Zur Messgasüberführung dient eine beheizte

Gastransferleitung. Sie verbindet das Verbrennungssystem des multi X 2500 mit dem Schwefelsäuregefäß im Chlormodul. Der Schlauch der Gastransferleitung wird mit einer Hohlschraube mit Dichtkegel an den Verbinder am Anschluss des Schwefelsäuregefäßes angeschlossen. Das andere Ende der Gastransferleitung ist mit der Auto-Protection-Baugruppe im Grundgerät verbunden.

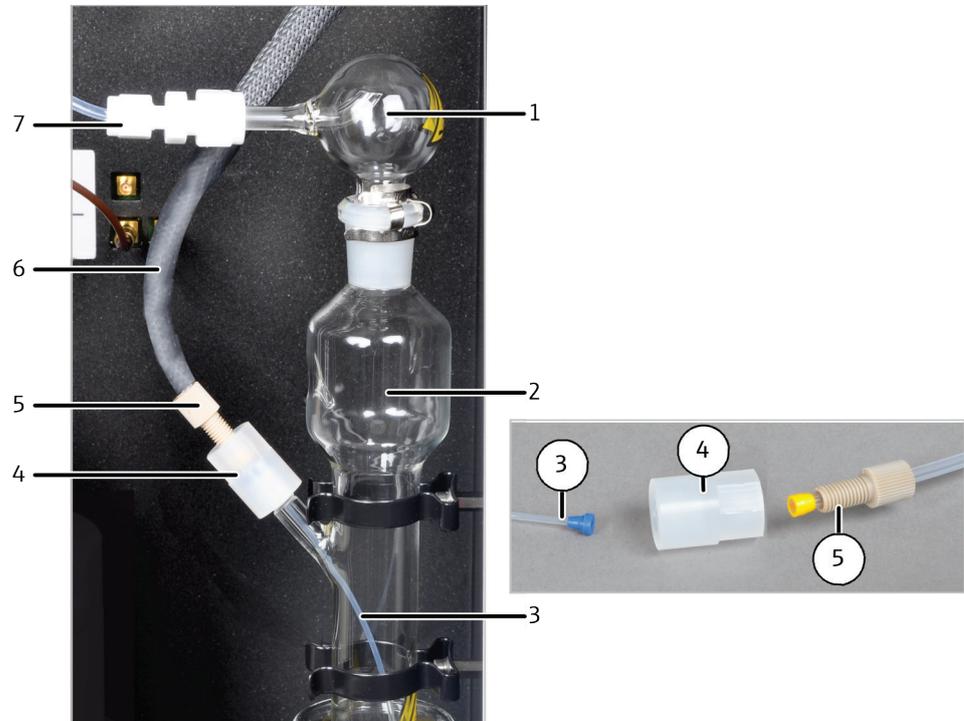


Abb. 32 Schwefelsäuregefäß im Chlormodul

- | | |
|----------------------------------|-----------------------------------|
| 1 Sicherheitsaufsatz | 5 Hohlschraube |
| 2 Schwefelsäuregefäß | 6 Gastransferleitung |
| 3 Schlauch zur Messgaseinleitung | 7 Messgasüberführung in Messzelle |
| 4 Verbinder | |

Die Messgaseinleitung in die Messzellen „sensitive“ und „high concentration“ erfolgt über die Kombielektrode. Zur Gaseinleitung in die Messzelle "high sensitiv" dient ein Glasrohr mit Schliff und Teflon-Verschraubung für den Anschluss an den Messgas-schlauch.



Abb. 33 Gaseinleitungsrohr für die Messzelle "high sensitive"



Messzelle "high sensitive"

Messzellen "sensitive" bzw. "high concentration"

Abb. 34 Gaseinleitung in die Messzelle (mit Multi-Purpose Verbrennungsrohr)

3.6 Probengeber / Probenzufuhrsysteme

Für den Betrieb des multi X 2500 stehen folgende Probengeber und Probenzufuhrsysteme zur Verfügung:

- Probengeber autoX 36 / autoX 36d
- Probengeber autoX 112
- Automatischer Schiffchenvorschub ABD
- Manuellen Schiffchenvorschub MBD
- Autoinjektor

Die Probengeber autoX 36 / autoX 36d sind speziell für den multi X 2500 entwickelt. Die Beschreibung der Probengeber erfolgt in dieser Betriebsanleitung. Auch der Manuelle Schiffchenvorschub (MBD) wird in dieser Anleitung beschrieben. Für alle anderen Probenaufgabemodule beachten Sie die separaten Betriebsanleitungen.

3.6.1 autoX 36 / autoX 36d

Die Probengeber autoX 36 und autoX 36d werden im vertikalen Betriebsmodus für kleine AOX-Probenserien eingesetzt. Sie überführen bis zu 36 Proben in das offene Verbrennungsrohr.

- **autoX 36:** Probengeber für die automatische Dosierung von 36 Quarzcontainern (18 x 6 mm, 18 x 8 mm) mit Aktivkohle, die nach der Säulen- oder Schüttelmethode angereichert wurde
- **autoX 36d:** Probengeber mit Ausstoßfunktion für die direkte Dosierung von Aktivkohle aus 36 Säulen (18 x 6 mm). Geeignet für Proben, die nach der Säulenmethode angereichert wurden.

Beide Probengeber werden über das Schnittstellenkabel mit dem multi X 2500 verbunden. Die Steuersoftware multiWin erkennt Probengeber und Probenracks automatisch und steuert die Probenzufuhr. Querkontaminationen bzw. Umgebungseinflüsse werden durch Verwendung einer Abdeckung ausgeschlossen. Die Abdeckung dient beim Probengeber autoX 36d zugleich als Niederhalter für die Quarzcontainer beim Ausstoßen. Durch die schwimmende Lagerung kann der Probengeber stets in der richtigen Position auf die Sauerstoffschleuse in den Ausschnitt des Grundgeräts eingesetzt werden.



Abb. 35 Probengeber autoX 36

- | | |
|---|--|
| 1 Schnittstellenkabel | 5 Nase zur korrekten Positionierung der Fallposition |
| 2 Fallposition | 6 Rack |
| 3 Ausschnitt für die Sauerstoffschleuse | |
| 4 schwimmende Lagerung | |

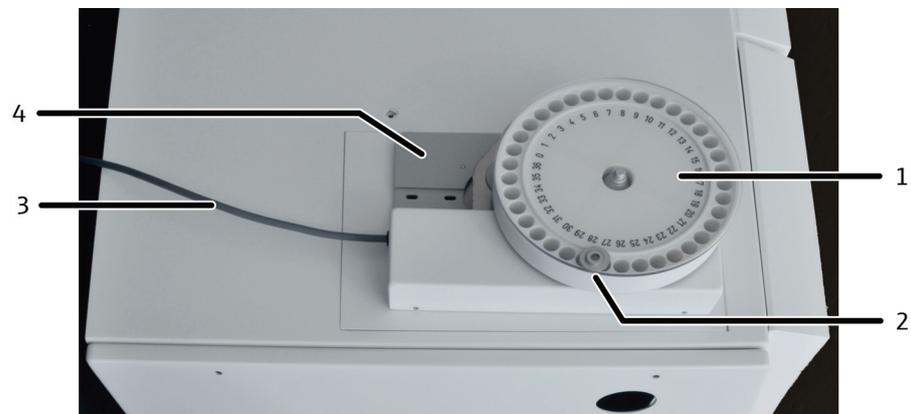


Abb. 36 autoX 36 (auf multi X 2500 aufgesetzt)

- | | |
|---------------------------------|--|
| 1 Probengeber autoX 36 | 3 Schnittstellenkabel |
| 2 Abdeckung mit Ausstoßposition | 4 Halterung im Ausschnitt des multi X 2500 |



Abb. 37 autoX 36d mit Ausstoßfunktion



Abb. 38 Proben-Racks

1 Proben-Rack für autoX 36d

2 Proben-Rack für autoX 36

3.6.2 Manueller Schiffchenvorschub (MBD)

Das Probenaufgabemodul MBD (Manual Boat Drive) ist ein Probenezufuhrsystem für die AOX-Bestimmung und Analyse inerter Feststoffe im horizontalen Betriebsmodus. Der MBD dient zum Transport von Quarzschiffchen (40 mm x 9 mm) in das Multi-Purpose Verbrennungsrohr. Die Quarzschiffchen können mit Quarzcontainern mit Aktivkohle (Säulenmethode) oder mit Filtern mit Filterkuchen (Schüttelmethode) beladen werden. Die Analyse von Flüssigproben ist aus Sicherheitsgründen verboten.

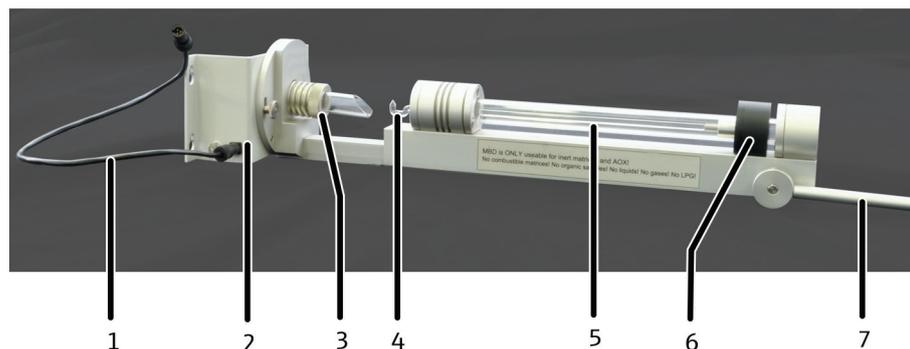


Abb. 39 Manueller Schiffchenvorschub (MBD)

- | | | | |
|---|-----------------------------|---|---|
| 1 | Verbindungskabel | 5 | Führungsrohr |
| 2 | Halterung | 6 | Griffstück zum Schieben des Hakens |
| 3 | Anschlussstück mit Dichtung | 7 | Hebel zum Öffnen und Schließen der Schleuse |
| 4 | Haken | | |

Das Führungsrohr enthält einen Haken mit Magnetkupplung, über den der Transport des beladenen Quarzschiffchens erfolgt. Das Öffnen und Schließen der Schleuse sowie die Überführung der Proben in das Verbrennungsrohr erfolgt manuell.

Der MBD wird mit seiner Halterung an den drei Befestigungsschrauben am Verbrennungsofen eingehängt. Die Verbindung zwischen MBD und Verbrennungsrohr erfolgt über ein Anschlussstück, das auf das Verbrennungsrohr aufgeschraubt wird. Es sichert die Gasdichtheit.

Der MBD wird über das Verbindungskabel mit der Schnittstelle im Geräteinnenraum (3 in Abb. 5, S. 21) verbunden. Der MBD wird dann von der Software multiWin erkannt. Als Träger- und Kühlgas dient Argon. Dafür wird der MBD über den Verbindungsschlauch an den Gasausgang "OUT ABD" des multi X 2500 (6 in Abb. 7, S. 22) angeschlossen.

3.7 Vorverbrennungsadapter

Der Vorverbrennungsadapter ist ein optionales Zubehör für Proben, die nass sind und die vor der eigentlichen Verbrennung getrocknet werden sollen. Er wird speziell für die Untersuchung von Klärschlamm angeboten.

Der Vorverbrennungsadapter kann im vertikalen Betriebsmodus zusammen mit dem offenen Verbrennungsrohr eingesetzt werden (Standardvariante).

Der Vorverbrennungsadapter eignet sich für die Trocknung von Frittencontainern mit nassem Filterkuchen, wie sie bei der Probenvorbereitung mittels Schüttelmethode entstehen. Die Schüttelmethode wird vor allem bei der AOX-Bestimmung aus trüben Proben, Schlämmen und Sedimenten eingesetzt (→ "Probenvorbereitung" S. 52).

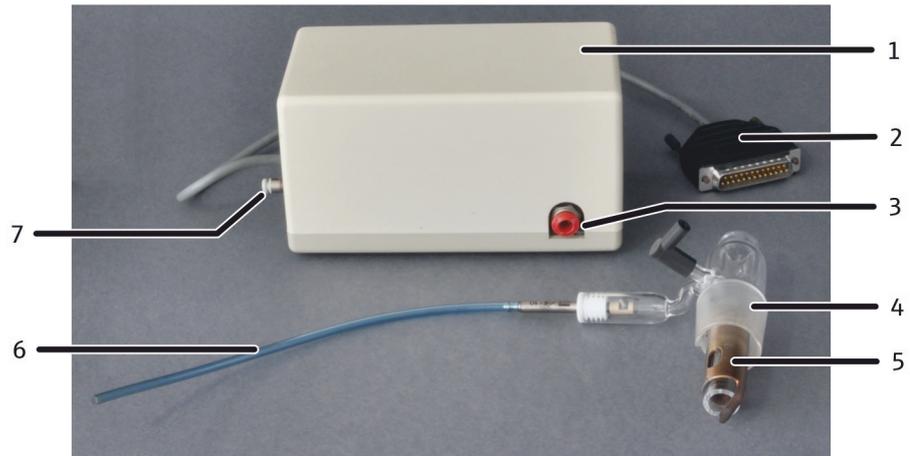


Abb. 40 Vorverbrennungsadapter

- | | | | |
|---|-----------------------------------|---|--------------------------------------|
| 1 | Pneumatikbox | 5 | Haltevorrichtung für Probe |
| 2 | Schnittstellenkabel | 6 | pneumatische Einheit mit Gasschlauch |
| 3 | Anschluss an Sauerstoffversorgung | 7 | Gasanschluss an multi X 2500 |
| 4 | Vorverbrennungsadapter | | |

Der Vorverbrennungsadapter wird anstelle der Sauerstoffschleuse auf das offene Verbrennungsrohr aufgesetzt. Er verfügt neben dem Sauerstoffanschluss über eine pneumatische Einheit, mit der die Haltevorrichtung für die Probe nach unten bewegt werden kann. Der Vorverbrennungsadapter wird über die Pneumatikbox an den multi X 2500 angeschlossen. Über die Steuersoftware multiWin kann dann eingestellt werden, wie lange die Probe, eingeklemmt zwischen Glasrohr und Haltevorrichtung, im oberen Bereich des Verbrennungsrohres vorgetrocknet werden soll. Nach Ablauf der voreingestellten Zeit drückt ein Gasstoß die Haltevorrichtung nach unten. Die Probe fällt in das heiße Verbrennungsrohr und wird im Sauerstoffstrom verbrannt.

3.8 Mini Scrubber Kit

Das Mini Scrubber Kit ist ein Luftreinigungsmodul, das als Zubehör zur Chlorbestimmung mit der Messzelle "high sensitive" dient.

Während des Betriebes dieser Messzelle entsteht essigsäure Abluft. Das Gerät reinigt die entstehende Abluft und ermöglicht auf diese Weise einen Betrieb des Analysators unabhängig vom Anschluss an eine Laborabsaugung.

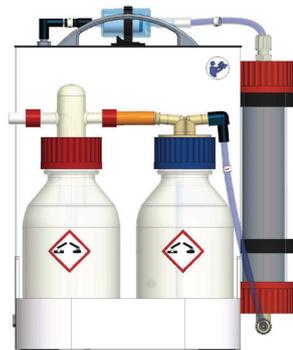


Abb. 41 Mini Scrubber Kit

4 Installation und Inbetriebnahme

4.1 Aufstellbedingungen

Klimatische Bedingungen	Für die Anforderungen an die klimatischen Bedingungen des Aufstellorts siehe "Technische Daten" S. 123 ff. Gegebenenfalls ist für eine Raumtemperierung zu sorgen.
Laborbedingungen	Der Aufstellort muss den Charakter eines chemischen Labors aufweisen. Er muss folgende Bedingungen erfüllen: <ul style="list-style-type: none">▪ Atmosphäre frei von Kohlenwasserstoffen, Halogenen, Schwefelverbindungen und Stickoxiden▪ Staubarme Atmosphäre▪ Keine Erschütterungen▪ Rauchverbot im Betriebsraum des multi X 2500
Anforderungen an den Aufstellplatz	An den Aufstellplatz des multi X 2500 werden folgende Anforderungen gestellt: <ul style="list-style-type: none">▪ Keine ätzenden Dämpfe in unmittelbarer Nähe des multi X 2500, Geräteanschlüsse und Baugruppen könnten korrodieren.▪ Frei von Zugluft; Aufstellung nicht in der Nähe von Fenstern und Türen▪ Nicht in der Nähe von elektromagnetischen Störquellen▪ Keine direkte Einstrahlung von Sonnenlicht oder Heizstrahlung▪ Fronttür und Lüftungsschlitze nicht durch andere Einrichtungsgegenstände verstellen▪ An der Geräterückseite einen Sicherheitsabstand von mindestens 20 cm zu anderen Geräten oder Wänden einhalten

4.2 Energieversorgung



Vorsicht

Der multi X 2500 darf nur an eine ordnungsgemäß geerdete Steckdose entsprechend der Spannungsangabe am Typenschild angeschlossen werden!

Die Installation der elektrischen Anlage des Labors muss der Norm DIN VDE 0100 entsprechen. Am Anschlusspunkt muss elektrischer Strom nach Norm IEC 38 zur Verfügung stehen.

Elektrische Anschlussdaten siehe Abschnitt "Technische Daten" S. 123 ff.

4.3 Gasversorgung

Für die Gasversorgung mit den entsprechenden Anschlüssen und Druckminderern ist der Betreiber verantwortlich.

Die Anschlusschläuche mit Außendurchmesser 6 mm und Innendurchmesser 4 mm werden mitgeliefert. Die Länge beträgt 2 m. Werden andere Längen gewünscht, nehmen Sie bitte Rücksprache mit dem Kundendienst der Analytik Jena. Benötigte Gase siehe Abschnitt "Technische Daten" S. 123 ff.

4.4 Platzbedarf und Geräteanordnung

Der Platzbedarf ergibt sich aus den für die Messaufgabe erforderlichen Systemmodulen. Außerdem wird noch Platz für PC, Monitor und Drucker benötigt.

Abmessungen

Gerät	Maße (Breite x Höhe x Tiefe in cm)
Grundgerät multi X 2500	51 x 47 x 56
Cl-Modul oder TOC-Modul je	30 x 47 x 56
autoX 36	14,5 x 6,5 x 24
autoX36d	14,5 x 18 x 24
autoX 112	51 x 50 x 40
ABD	52 x 21 x 50

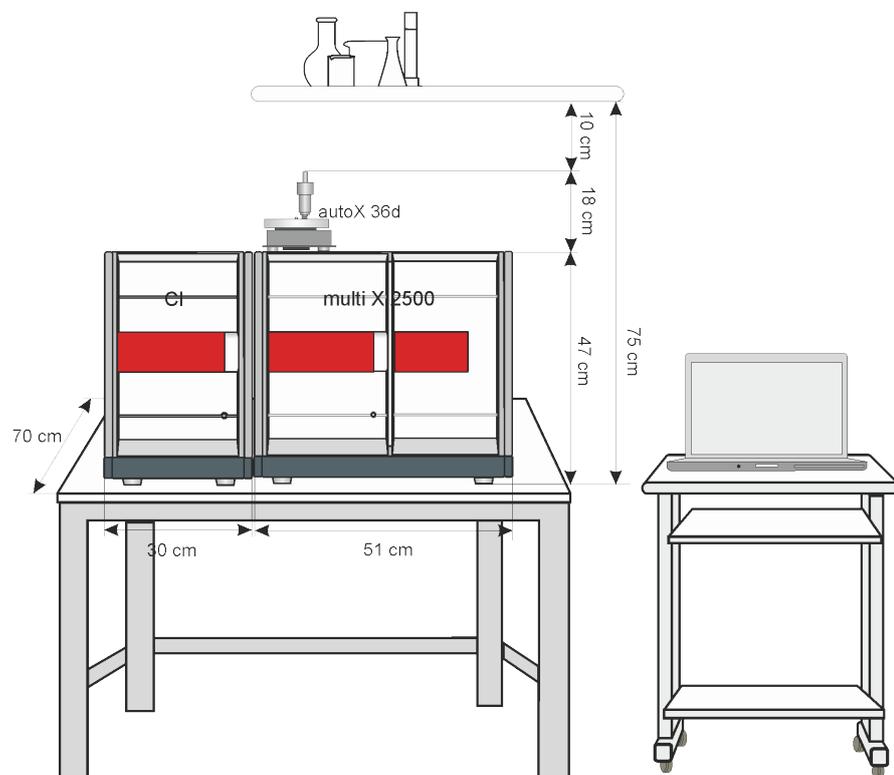


Abb. 42 Vertikaler Betriebsmodus mit autoX 36d

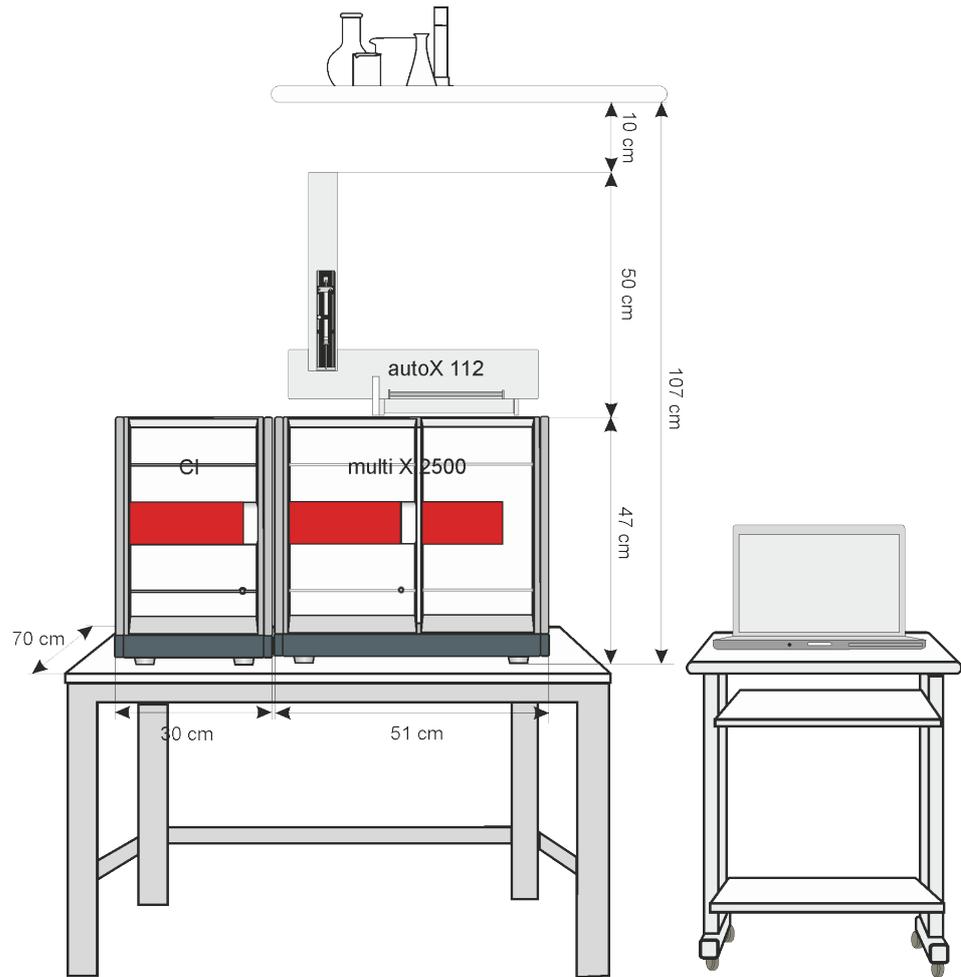


Abb. 43 Vertikaler Betriebsmodus mit autoX 112

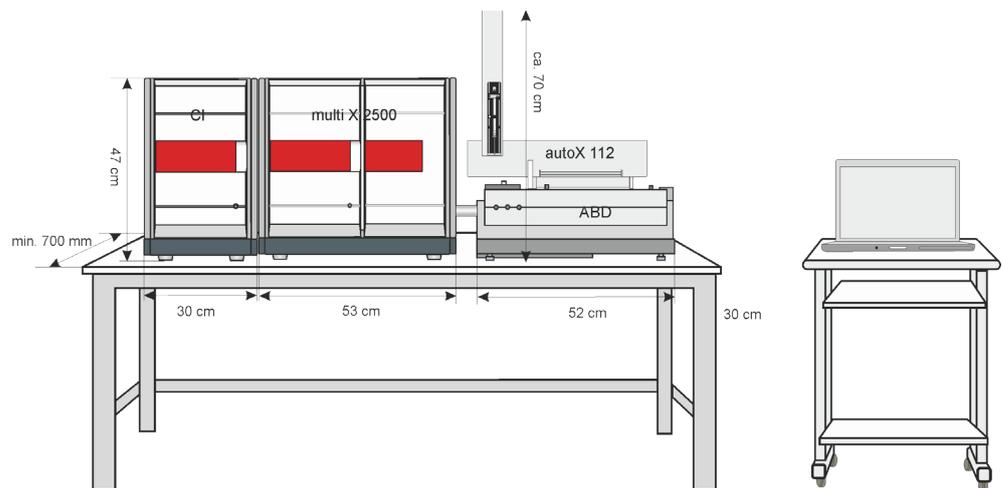


Abb. 44 Horizontaler Betriebsmodus mit ABD und autoX 112

4.5 Analysator aufstellen und anschließen



VORSICHT

Der multi X 2500 darf nur durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von der Analytik Jena autorisiertes und geschultes Fachpersonal aufgestellt, montiert und installiert werden!

Jeder unbefugte Eingriff am multi X 2500 kann den Benutzer und die Funktionssicherheit des Gerätes gefährden und schränkt Gewährleistungsansprüche ein bzw. schließt diese ganz aus.



BEACHTEN

Transportverpackung aufbewahren! Ein Rücktransport im Servicefall muss in der Originalverpackung erfolgen. Nur so können Transportschäden vermieden werden.

Auspacken und Montage des Basismoduls erfolgt durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal.

Überprüfen Sie beim Auspacken des Gerätes die Vollständigkeit und die Unversehrtheit der Lieferung entsprechend der beiliegenden Packliste. Der Kundendienst testet nach der Montage die Funktion des multi X 2500 und weiterer Systemkomponenten und dokumentiert den Test.

multi X 2500 anschließen



BEACHTEN

Schließen Sie die Komponenten des multi X 2500 elektrisch stets im ausgeschalteten Zustand an! Durch das Stecken oder Ziehen von elektrischen Kontakten kann die empfindliche Elektronik des multi X 2500 und der Detektormodule beschädigt werden.

BEACHTEN

Durch Kondenswasser und Temperaturunterschiede können die elektronischen Komponenten des multi X 2500 beschädigt werden.

Lassen Sie den multi X 2500 nach Transport und Lagerung vor Inbetriebnahme mindestens eine Stunde im Betriebsraum akklimatisieren.



1. Die Netzkabel an den Netzanschluss des multi X 2500 und das Chlormodul anschließen. Die Netzkabel mit dem Netz verbinden.



2. Den multi X 2500 und das Chlormodul über das serielle Kabel miteinander verbinden.

- Schnittstelle CI-Coul auf der Rückseite des Chlormoduls (1)
- Schnittstelle Cl-Coul auf der Rückseite des Grundgeräts (2)

Standardvariante (AOX vertikal):

3. Den Abluftschlauch am Ausgang "exhaust" des Chlormoduls (3) anschließen. Den Schlauch mit der Absaugung verbinden oder in einen Abzug legen.
4. Den mitgelieferten Gasschlauch an die Gasversorgung im Labor und an den Gasanschluss O₂ IN an der Geräterückseite anschließen.

Optionale Varianten (AOX horizontal, EOX, POX, TX):

5. Den Abluftschlauch am Ausgang "waste" des Chlormoduls (4) anschließen. Den Schlauch mit der Absaugung verbinden oder in einen Abzug legen.
6. Den mitgelieferten Gasschlauch an die Sauerstoffversorgung im Labor und an den Gasanschluss O₂ IN an der Geräterückseite anschließen.
7. Den mitgelieferten Gasschlauch an die Argonversorgung im Labor und an den Gasanschluss Ar IN an der Geräterückseite anschließen.

Der Ausgang "exhaust" des Grundgeräts muss nicht mit der Absaugung verbunden werden, da keine Abluft über diesen Ausgang an die Umgebung abgegeben wird.

4.6 Weitere Systemkomponenten anschließen

Der Anschluss weiterer Systemkomponenten an das Grundgerät des multi X 2500 ist in den Benutzeranleitungen der Systemkomponenten beschrieben:

- Probengeber autoX 112
- Autoinjektor
- Automatischer Schiffchenvorschub (ABD)
- Manueller Schiffchenvorschub (MBD)
- TOC-Modul

5 Bedienung

5.1 Analysator einschalten

Kontrollieren Sie vor dem Einschalten:

- Die Trägergase sind mit einem Vordruck von 4 ... 6 bar angeschlossen.
- Im Ofen ist ein Verbrennungsrohr eingesetzt.
- Die Gaszuführungsschläuche sind angeschlossen.
- Das Chlormodul ist angeschlossen.
- Der Probengeber (optional) ist aufgestellt.

1. Den Analysator und das Chlormodul einschalten.
 - ✓ Die Geräte werden hochgefahren. Die Status-LEDs an den Frontseiten leuchten nach ca. 30 s grün.
2. Den PC einschalten.
3. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin starten. Sich mit Benutzername und Passwort anmelden.
4. Das Analysensystem durch Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
 - ✓ Es erfolgt die Initialisierung und die automatische Erkennung aller angeschlossenen Komponenten.

Warmlauf- und
Einlaufphasen

Nach der Anmeldung erfolgt die Initialisierung und Abfrage der Komponenten. Im Statusfenster werden aktuelle Werte angezeigt:

- Ofentemperatur: Die Aufheizdauer beträgt je nach vorgegebener Solltemperatur ca. 30 ... 40 min.
- Weitbereichscoulometer: ca. 10 min Einlaufzeit
- NDIR-Detektor (nur TOC-Bestimmung): Diese Baugruppe benötigt nach Einschalten des TOC-Moduls eine Einlaufzeit von ca. 15 min.

Im Statusfenster sind während dieser Zeit die Anzeigen der noch nicht betriebsbereiten Komponenten rot.

5.2 Analysator ausschalten



WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!

Standardvariante

1. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin beenden. Gerät abkühlen lassen.
BEACHT! Grundgerät und Chlormodul erst nach kurzer Wartezeit abschalten. Wenn die Lüfter nicht mehr laufen, besteht sonst die Gefahr der Überhitzung.
2. Grundgerät und Chlormodul am Geräteschalter ausschalten.
3. Die Elektrode aus der Messzelle entfernen und vorschriftsmäßig aufbewahren (→ "Kombielektrode reinigen und aufbewahren" S. 92).
4. Die Messzelle leeren und reinigen (→ "Messzelle warten" S. 91).
5. Nach dem Abkühlen Schwefelsäuregefäß aus dem Grundgerät entnehmen und leeren.

Optionale Varianten

**BEACHT!**

Stellen Sie die Gasversorgung erst aus, nachdem Sie die Schwefelsäure entfernt haben bzw. nachdem das Gerät abgekühlt ist. Wenn beim Abkühlen ein Unterdruck entsteht, kann Schwefelsäure in die Gastransferleitung gelangen. Solange die Gasversorgung offen ist, verhindert der Argon-Sicherheitsbypass an der Auto-Protection-Baugruppe, dass dies geschieht.

Wenn die laufende Gasversorgung, z. B. durch eine Notabschaltung, ausfällt oder wenn der Gasdruck aufgrund einer Verstopfung im laufenden Betrieb oder während des Abkühlens sinkt, kann es zu einem Rückschlag von Schwefelsäure in das Analysensystem kommen. Trennen Sie die beheizte Transferleitung sofort vom Schwefelsäuregefäß, wenn die Schutzgasversorgung nicht gewährleistet ist.

1. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin beenden.
2. Im Chlormodul die Gastransferleitung vom Schwefelsäuregefäß trennen. Die Schwefelsäure aus dem Schwefelsäuregefäß entfernen (→ "Schwefelsäure wechseln und Schwefelsäuregefäß im Chlormodul reinigen" S. 101).
WARNUNG! Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen. Auch am Schliff des Schwefelsäuregefäßes und am Schlauch, der in das Schwefelsäuregefäß eintaucht, können sich noch Säurereste befinden.
VORSICHT! Verbrennungsgefahr an den Enden der beheizten Gastransferleitung! Die Enden können im Betrieb über 100 °C heiß werden.
3. Den Analysator abkühlen lassen. Danach den multi X 2500 und das Chlormodul am Netzschalter ausschalten. Die Gasversorgung abstellen.
4. Die Elektrode aus der Messzelle entfernen und vorschriftsmäßig aufbewahren (→ "Elektroden reinigen und aufbewahren" S. 104).
5. Die Messzelle leeren und reinigen (→ "Messzelle warten S. 103).

5.3 Analysator nach Notabschaltung in Betrieb nehmen



WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß und der Gastransferleitung Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!



VORSICHT

Verbrennungsgefahr am heißen Ofen und an der Gastransferleitung. Das Gerät vor der Wiederinbetriebnahme abkühlen lassen.

Wird der multi X 2500 optional mit Multi-Purpose Verbrennungsrohr betrieben, kann sich nach einer Notabschaltung Schwefelsäure in der Gastransferleitung befinden. Gehen Sie beim Prüfen der Gastransferleitung besonders umsichtig vor!

Beachten Sie bei einer Wiederinbetriebnahme des Analysators die folgenden Hinweise:

1. Im Chlormodul die Gastransferleitung vom Schwefelsäuregefäß trennen. Die Schwefelsäure aus dem Schwefelsäuregefäß entfernen (→ "Schwefelsäure wechseln und Schwefelsäuregefäß im Chlormodul reinigen" S. 101).
2. Im Grundgerät die Gastransferleitung von der Auto-Protection-Baugruppe trennen und den Stecker des Heizkabels aus dem Steckplatz ziehen.
3. Die Gastransferleitung vorsichtig aus dem Grundgerät entnehmen und auf Kontaminierung mit Schwefelsäure prüfen.
4. Die Gastransferleitung ggf. reinigen:
Gastransferleitung mit destilliertem Wasser und anschließend mit Ethanol spülen.
Gastransferleitung trocknen (z. B. durch Ausblasen mit einem inerten Gas).
5. Die Gastransferleitung wieder einbauen:
Dafür die Gastransferleitung mit der Auto-Protection-Baugruppe verbinden und den Stecker des Heizkabels in den Steckplatz stecken.
Die Gastransferleitung durch die Wand zum Chlormodul führen und mit dem Schwefelsäuregefäß verbinden (→ "Chlormodul vorbereiten" S. 68).
6. Das Schwefelsäuregefäß wieder mit Schwefelsäure füllen und im Chlormodul installieren.

6 AOX-Bestimmung

Bei der AOX-Bestimmung werden die Proben entsprechend der in der Norm enthaltenen Säulen- oder Schüttelmethode vorbereitet. Die beladene Aktivkohle wird im Sauerstoffstrom verbrannt. Die organisch gebundenen Halogene werden dabei zu Halogenwasserstoffen umgesetzt, deren Massenkonzentration als Chlorid bestimmt wird.

Die AOX-Bestimmung kann im multi X 2500 im vertikalen und horizontalen Betriebsmodus erfolgen. Empfohlen wird die Standardvariante im vertikalen Betriebsmodus. Die Standardvariante ist apparativ einfach, benötigt wenig Platz und erzeugt geringere Betriebskosten. Die Analysendauer ist vergleichsweise gering.

Zum Arbeiten im horizontalen Modus ist ein Erweiterungskit sowie ein automatischer Schiffchenvorschub (ABD) bzw. manueller Vorschub (MBD) erforderlich, der die Quarzglasschiffchen mit beladener Aktivkohle in das Verbrennungsrohr überführt.

6.1 Probenvorbereitung

6.1.1 Probenvorbereitung für AOX-Bestimmung aus Wässern

Grundsätzliche Hinweise

Folgende Hinweise beachten:

- Das AOX-Verfahren ist geeignet zur direkten Bestimmung von AOX-Gehalten größer 10 µg/l.
- Der Gehalt an DOC soll kleiner 100 mg/l sein, andernfalls muss die Probe verdünnt werden (insbesondere bei Anwesenheit von Alkoholen, Aromaten oder Carboxylsäuren).
- Der Gehalt an anorganischem Chlorid oder Bromid soll kleiner als 1 g/l sein, andernfalls muss die Probe verdünnt oder z. B. eine Festphasenextraktion zur Probenvorbereitung (SPE-AOX-Verfahren) durchgeführt werden.
- Werden Wasserproben aufgrund ihres Gehalts an Oxidationsmitteln (z. B. Cl_2 , I_2 oder ClO_3) bei Probenahme mit Na_2SO_3 versetzt, sind Überschüsse an Na_2SO_3 zu vermeiden.
- Bei Vorhandensein von Lebzellen in der Probe ist diese bis zur weiteren analytischen Bearbeitung acht Stunden nach Ansäuern stehen zu lassen.
- Die Proben sind so schnell wie möglich zu untersuchen. Ist dies nicht möglich, müssen die Proben bei 4 °C gelagert werden.

Probenvorbereitung



Nitratstammlösung herstellen:

WARNUNG

Konzentrierte Salpetersäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie beim Herstellen der Nitratstammlösung Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!

1. In einem 1 l Messkolben 17 g NaNO₃ in Wasser lösen.
2. 25 ml HNO₃ (konz.) zugeben.
3. Mit Wasser auf 1000 ml auffüllen.

Probe vorbereiten:

1. Wasserprobe vor der Adsorption auf Raumtemperatur bringen.
2. 100 ml Probe mit 5 ml Nitratstammlösung versetzen.
3. pH-Wert der Lösung mit HNO₃ auf pH < 2 einstellen.
 - ✓ Die vorbereitete Lösung ist fertig zur Adsorption.

Säulenmethode

Die Adsorption erfolgt in Quarzcontainer, die mit 50 mg Aktivkohle (AOX-Kohle) gefüllt sind. Die Aktivkohle wird durch Keramikwollepfropfen fixiert.

Zur Adsorption gemäß der Säulenmethode können die automatischen Probenvorbereitungsmodule APU 28 connect S, APU 28 connect SPE und deren flexi-Versionen, APUsim oder AFU 3 (mit dem Kit für die Säulenmethode) verwendet werden.

Im Lieferumfang der Probenvorbereitungsmodule sind alle zur Vorbereitung und Durchführung der AOX-Adsorption benötigten Geräte und Hilfsmittel enthalten.

Schüttelmethode

Die Schüttelmethode ist aufwendiger als die Säulenmethode, wird jedoch häufig für die Adsorption aus trüben Proben angewendet. Beachten Sie, dass hohe Chloridkonzentrationen im Vergleich zur Säulenmethode stärker stören.

1. In einen 250 ml Erlenmeyer-Kolben 100 ml Probe, 5 ml Nitratstammlösung und 50 mg AOX-Kohle geben. Kolben mit einem Stopfen verschließen.

Für die AOX-Kohle-Dosierung wird die AJ-Abfüll-Vorrichtung empfohlen.

2. Die Suspension 1 h lang schütteln.
3. Wasser/Aktivkohle bzw. Wasser/Aktivkohle/Schlamm auf einer Membranfiltrationsapparatur mit einem chloridfreien Polycarbonat-Membranfilter (0,45 µm, 25 mm Durchmesser) abtrennen.
4. In einen 1 l Messkolben 50 ml der Nitratstammlösung geben und den Messkolben mit Wasser auffüllen (Nitratwaschlösung).
5. Die beladene AOX-Kohle mit mindestens 25 ml Nitratwaschlösung bis zur Chloridfreiheit portionsweise nachwaschen.

Beim Filtrieren darf nur so wenig wie möglich Laborluft durch die AOX-Kohle gesaugt werden.

6. Das Filter mit dem feuchten Filterkuchen für die Verbrennung im vertikalen Betriebsmodus in einen chloridfrei geglähten Frittencontainer (18 x 6 mm bzw. 18 x 8 mm) schieben und mit etwas Keramikwolle fixieren.

Für die Verbrennung im horizontalen Betriebsmodus (mit Multi-Purpose Verbrennungsrohr) wird das Filter mit dem feuchten Filterkuchen in ein Quarzglasschiffchen mit Niederhalter geschoben.

Alternativ zur Membranfiltration kann die Abtrennung Wasser/Aktivkohle bzw. Wasser/Aktivkohle/Schlamm mit der automatischen Filtrationseinheit AFU 3 erfolgen. Hierbei werden die Aktivkohle bzw. das Aktivkohle-/Schlammgemisch mittels Überdruck von bis zu 2 bar in Frittencontainer (18 x 8 mm) gedrückt.

Diese können anschließend im vertikalen Betriebsmodus (mit offenem Verbrennungsrohr) verbrannt und analysiert werden.

6.1.2 Probenvorbereitung für AOX-Bestimmung aus Schlamm und Sedimenten

Anreicherung und Filtration erfolgen prinzipiell wie unter Schüttelmethode (→ "Probenvorbereitung für AOX-Bestimmung aus Wässern" S. 52) beschrieben. Je nach zu erwartendem AOX-Gehalt werden (10 ... 100) mg Probe (z. B. Klärschlamm) zusammen mit etwa 20 mg AOX-Kohle in einem 25 ml Erlenmeyer-Kolben mit 10 ml Nitrat-Stammlösung versetzt und für 1 h geschüttelt. Im Anschluss werden die Proben mittels Membranfiltrationsapparatur bzw. AFU 3 filtriert, mit Nitratwaschlösung gewaschen und der Verbrennung zugeführt.

6.2 AOX-Bestimmung im vertikaler Betriebsmodus (empfohlen)

Probenvorbereitung	Säulen- oder Schüttelmethode
Betriebsmodus	Vertikal
Messzelle	"sensitive"
Messbereich	1 ... 100 µg Cl
Elektrolytvolumen	20 ml
Verbrennungsrohr	Offenes Verbrennungsrohr optional mit Vorverbrennungsadapter (Schüttelmethode)
manuelle Probenzufuhr	Ohne Zubehör
automatische Probenzufuhr	Einen der folgenden Probengeber: autoX 36 (für Säulenmethode oder Schüttelmethode) autoX 36d (Säulenmethode) autoX 112 mit AOX-Rack (Säulenmethode)

Für die AOX-Bestimmung im vertikalen Betriebsmodus wird der Analysator in der Standardkonfiguration betrieben. Er ist mit dem offenem Verbrennungsrohr und der Messzelle "sensitive" ausgestattet.

Für die Untersuchung von Klärschlamm und Sedimenten kann der Analysator optional mit einem Vorverbrennungsadapter ausgestattet werden.

Beachten Sie bei Verwendung des Probengebers autoX 112 die Hinweise in der separaten Benutzeranleitung!

6.2.1 Analysator vorbereiten (Standardvariante)

Die Vorbereitung des Analysators umfasst die folgenden Arbeitsschritte:

- Offenes Verbrennungsrohr einsetzen
- Schwefelsäuregefäß (vertikal) einsetzen
- Chlormodul vorbereiten

Die Vorbereitung der Elektrolytlösung und die Endpunktroutine für die Messzelle wird im darauffolgenden Kapitel beschrieben (→ "Messzelle vorbereiten" S. 59).

Offenes Verbrennungsrohr einsetzen



VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Einbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor!

VORSICHT

Bei der Arbeit mit Quarzwolle Staubbildung vermeiden! Nach dem Einatmen von Staub kann es zu Reizungen der Atemwege kommen.



BEACHTEN

Durch Alkalisalze (Handschweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungsofens Kristallisationen im Quarzglas auf, die die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzen.

Berühren Sie das Verbrennungsrohr beim Einbau nicht mit der Hand. Tragen Sie Schutzhandschuhe. Reinigen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Einsetzen in den Verbrennungsofen von außen (z. B. durch Abwischen mit einem feuchten Zellstoff).

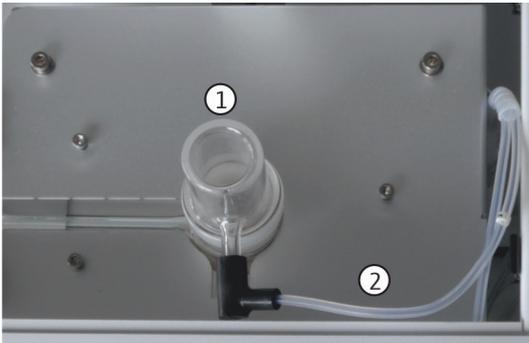


Die Steuersoftware multiWin beenden. Warten, bis das Grundgerät abgekühlt ist.

1. Den Analysator und das Chlormodul ausschalten und die Netzstecker aus der Netzsteckdose ziehen. Die Gasversorgung abstellen.
2. Die obere Abdeckung entfernen und die Fronttüren öffnen.
3. Falls nicht bereits erfolgt, den Verbrennungsofen in die vertikale Einbaulage schwenken.



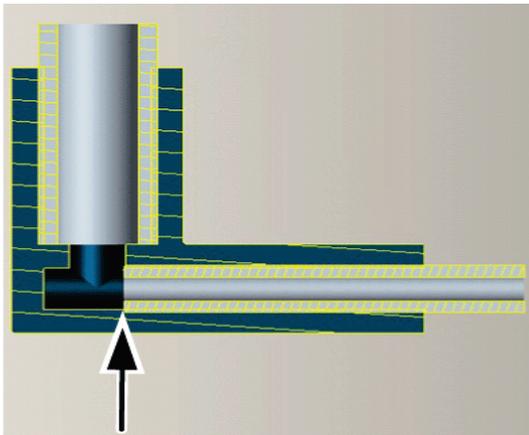
4. Vorsichtig einen Quarzwollepropfen bis zum Boden in das offene Verbrennungsrohr hineinschieben.



5. Das Verbrennungsrohr in den Verbrennungsofen einsetzen. Dabei die Anschlüsse am Verbrennungsrohr in die Aussparungen am Ofen einpassen.

6. Die Sauerstoffschleuse (1) auf das Verbrennungsrohr aufsetzen.

Den Winkeladapter (2) mit dem Sauerstoffschlauch (Schlauch Nr. 3) an die Sauerstoffschleuse anschließen.



BEACHT! Beim Winkeladapter den Sauerstoffschlauch und den Anschluss an der Schleuse nicht über die Schenkellänge hinauschieben (siehe Pfeil). Nur dann kann das Gas ungehindert fließen.

- ✓ Das offene Verbrennungsrohr ist montiert und kann mit dem Schwefelsäuregefäß verbunden werden.



7. Die Hitzebrücke im Ausschnitt des Ofens über dem Gasausgang des Verbrennungsrohres anbringen.

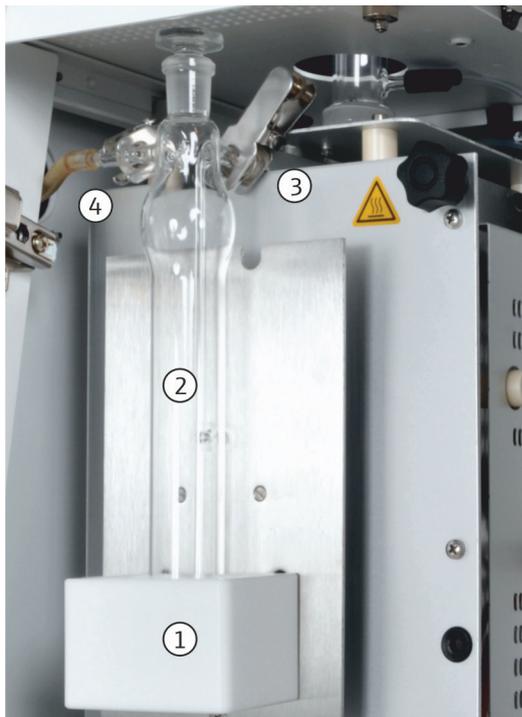
Schwefelsäuregefäß (vertikal) einsetzen:



WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!

In der Standardkonfiguration wird das Schwefelsäuregefäß am Ofen des multi X 2500 angebracht und direkt über einen Kugelschliff mit dem offenen Verbrennungsrohr verbunden.



1. Die Auffangschale (1) am Verbrennungsofen anbringen.
2. Das Schwefelsäuregefäß (vertikal, 2) mit 40 ml konzentrierter Schwefelsäure füllen.
3. Den Stopfen auf das Schwefelsäuregefäß aufsetzen.
4. Das Schwefelsäuregefäß vorsichtig in die Auffangwanne am Verbrennungsofen stellen.
5. Das Schwefelsäuregefäß über die Gabelklemme (3) mit dem offenen Verbrennungsrohr verbinden.

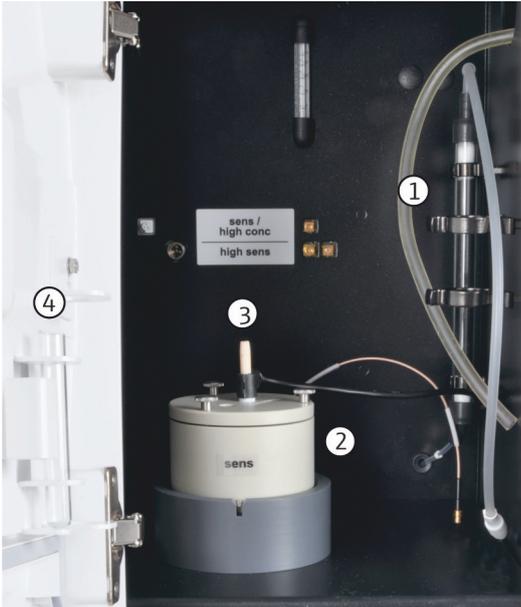


6. Den Messgasschlauch (4) über den Kugelschliffadapter an das Schwefelsäuregefäß anschließen. Die Verbindung mit einer Gabelklemme sichern.
7. Falls nicht bereits erfolgt, den Messgasschlauch durch die Öffnungen oben in den Seitenwänden von Grundgerät und Chlormodul führen.



8. Die obere Abdeckung aufsetzen und die Türen schließen.
 - ✓ Das Schwefelsäuregefäß (vertikal) ist montiert.

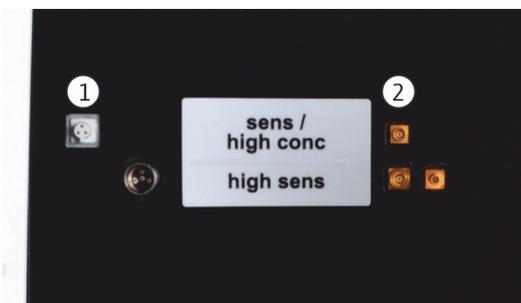
Chlormodul vorbereiten:



1. Das Adsorptionsrohr (1) mit Aktivkohle füllen und in das Chlormodul einsetzen (→ "Aktivkohle im Adsorptionsrohr erneuern" S. 91).
2. Die Messzelle "sensitive" mit Deckel (2) in das Chlormodul einsetzen.
3. Die Kombielektrode in die Öffnung (3) der Messzelle einsetzen.
4. Das Aufbewahrungsgefäß für die Kombielektrode (4) in die Halterung in der Tür des Chlormoduls einsetzen.



5. Den Gasausgang der Messzelle (5) über die Saugolive und den Schlauch Nr. 5 mit dem oberen Ende des Adsorptionsrohrs verbinden.
6. Das untere Ende des Adsorptionsrohrs mit dem Schlauch Nr. 4 zur Saugpumpe verbinden.
7. Den Messgasschlauch auf den Anschluss der Kombielektrode (6) aufstecken.



8. Die Kombielektrode und die Messzelle an der rückwärtigen Innenwand des Chlormoduls elektrisch anschließen.
 - Anschluss Kombielektrode (1)
 - Anschluss Messzelle (2)

6.2.2 Messzelle vorbereiten

Die Vorbereitung der Messzelle umfasst die folgenden Arbeitsschritte:

- Elektrolytlösung herstellen
- Endpunktroutine durchführen

In der Standardvariante wird der Analysator mit der Messzelle "sensitive" ausgestattet. Sie ist funktionsgleich mit der optionalen Messzelle "high concentration", in der lediglich mit einem größeren Volumen an Elektrolytlösung gearbeitet wird.

Elektrolytlösung
herstellen



WARNUNG

100 %ige Essigsäure (Eisessig), konzentrierte Salpetersäure und Thymol können schwere Verätzungen verursachen! Methanol ist ein giftiger, leicht entzündlicher Stoff.

Tragen Sie bei der Herstellung der Elektrolytlösung entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Hinweise und Vorgaben aus den Sicherheitsdatenblättern!

Benötigte Reagenzien:

- 200 ml Essigsäure c = 100 % (Eisessig)
- 4 ml Salpetersäure konz.
- 4 g Gelatine
- 1,0 g Thymol
- 0,3 g Thymolblau
- 500 ml Methanol

Elektrolytlösung
herstellen

Elektrolytlösungen für die Messzellen "sensitive" und "high concentration" wie folgt herstellen:

1. Lösung A:

500 ml Wasser in einen 1000 ml-Messkolben füllen, 4 ml HNO₃ (konz.) zusetzen, vorsichtig 200 ml Essigsäure zugeben und mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

2. Lösung B1:

4 g Gelatine in einem Becherglas mit 400 ml Wasser verrühren, 3 h quellen lassen und anschließend unter Erwärmen auf 35 ... 45 °C lösen. Überschüssige Gelatine setzt sich am Boden des Becherglases ab. Bitte nur den klaren Überstand weiterverwenden.

3. Lösung B2:

1,0 g Thymol und 0,3 g Thymolblau in einem Becherglas in 500 ml Methanol lösen.

4. Lösung B:

Die Lösung B1 nach Abkühlen auf 18 ... 22 °C langsam und unter Rühren in die Lösung B2 geben, in einen 1000 ml Messkolben überführen und mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

5. Lösung C – gebrauchsfertiger Elektrolyt:

8 ml der Lösung B in einen 100 ml-Messzylinder pipettieren und mit der Lösung A auf 100 ml auffüllen oder

40 ml der Lösung B in einen 500 ml-Messzylinder pipettieren und mit der Lösung A auf 500 ml auffüllen.

Lagerung und Haltbarkeit der Elektrolyt-Lösungen

- Die Lösungen A und B sind in fest verschlossenen Flaschen bei 4 ± 3 °C etwa 6 Monate haltbar.
- Die gebrauchsfertige Elektrolytlösung (Lösung C) ist in fest verschlossenen Glasgefäßen bei 20 ... 25 °C etwa 30 Tage haltbar.

Endpunktroutine durchführen

Eine Endpunktroutine ist nach jedem Elektrolytwechsel notwendig. Bei der Endpunktroutine wird der Elektrolyt auf den optimalen Arbeitsbereich der Messzelle eingestellt. Der Arbeitspunkt der coulometrischen Messzelle liegt im Bereich von 1000 ... 5000 Counts.

1. Endpunktroutine manuell über den Menüpunkt SYSTEM ► ENDPUNKTROUTINE starten.
2. Die Saugolive mit dem Schlauch Nr. 5 aus dem Deckel der Messzelle ziehen. Nach Aufforderung die HCl-Lösung direkt in die Messzelle dosieren:
 - Messzelle "sensitive": 200 µl einer 0,01 N HCl-Lösung
 - Messzelle "high concentration": 200 µl einer 0,1 N HCl-Lösung
3. Unmittelbar nach der Dosierung die Endpunktroutine durch Klick auf [OK] aktivieren.
4. Im Fenster GERÄTE-STATUS erscheint während des Vorgangs der Status ENDPUNKTROUTINE. Nach der Endpunktroutine erscheinen im Fenster GERÄTE-STATUS der Status PAUSENTITRATION und der aktuelle Indikatorwert.
 - ✓ Das System ist messbereit.

Der ermittelte Arbeitspunkt der Kombielektrode wird unter dem Menüpunkt SYSTEM ► KOMPONENTENTEST in der Registerkarte CL-AMP angezeigt.

Kombielektrode schützen

Um die Kombielektrode vor unnötigem Verschleiß zu schützen, Folgendes beachten:

- Vor der Endpunktroutine immer frischen Elektrolyt in die Messzelle einfüllen.
- Endpunktroutine nicht mehrmals hintereinander durchführen.

6.2.3 Messungen mit manueller Probenzufuhr durchführen

**WARNUNG**

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!

1. Das Schwefelsäuregefäß (vertikal) täglich frisch mit Schwefelsäure füllen. Das offene Verbrennungrohr ggf. von gebrauchten Quarzcontainern leeren und reinigen.
2. Die Messzelle vorbereiten:
 - Die Messzelle täglich frisch mit Elektrolytlösung füllen.
Messzelle "sensitive": 20 ml
 - Den Magnetrührstab in die Messzelle einsetzen. Den Deckel aufsetzen und mit den drei Rändelschrauben festschrauben.
 - Die Kombielektrode in die gekennzeichnete Öffnung einsetzen und elektrisch anschließen. Die Messzelle elektrisch anschließen.
 - Den Gasüberführungsschlauch vom Schwefelsäuregefäß im Grundgerät an die Kombielektrode anschließen. Den Schlauch zum Adsorptionsrohr (Schlauch Nr. 5) über die Saugolive an die Messzelle "sensitive" anschließen.
3. Den Analysator und das Chlormodul einschalten.
 - ✓ Die Geräte werden hochgefahren. Die Status-LEDs an der Frontseite leuchten nach ca. 30 s grün.
4. Die Sauerstoffversorgung öffnen und auf einen Vordruck von 4 ... 6 bar einstellen.
5. Den PC einschalten.
6. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin starten und sich mit Benutzernamen und Passwort anmelden.
7. Das Analysensystem durch Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
 - ✓ Es erfolgt die Initialisierung und die automatische Erkennung aller angeschlossenen Komponenten.

Im Fenster Gerätestatus werden die noch nicht betriebsbereiten Komponenten rot dargestellt. Die Aufheizzeit des Ofens auf 950 °C beträgt 30 ... 40 min. Während der Einlaufphase ist ein Messstart nicht möglich.

Ist der Analysator nach ca. 40 min noch nicht messbereit, nach den Hinweisen im Kapitel "Störungsbeseitigung" S. 107 eine Fehlersuche durchführen.
8. Eine Endpunktroutine für die Messzelle durchführen.
9. Die Messzelle ggf. mit einer Direktmethode prüfen.
10. Die Proben für die manuelle Probenaufgabe bereitstellen.

Je nach Probenvorbereitung handelt es sich bei den Proben um Quarzcontainer mit beladener Aktivkohle (Säulenmethode) oder um Frittencontainer mit Filter und feuchtem Filterkuchen (Schüttelmethode).
11. Im Menü METHODE ► METHODE NEU eine neue Methode erstellen und freigeben.
12. Die neue oder eine bereits bestehende Methode über den Menübefehl METHODE ► METHODE – AKTIVIEREN aktivieren.
13. Die Messung starten:
 - Im Menü START ► START-ANALYSE wählen.
 - Eine Analysengruppe auswählen bzw. neu erstellen.

- Eine Analysensequenz erstellen.
Im Feld NAME für alle Proben die Proben-ID eintragen.
Die Eintragungen mit [OK] bestätigen.
 - Auf die Schaltfläche [MESSUNG STARTEN] klicken.
 - ✓ Die vorbereitete Analysensequenz wird abgearbeitet.
14. Den Aufforderungen in der Steuer- und Auswertesoftware multiWin folgen und die Proben nacheinander über die Sauerstoffschleuse in das Verbrennungsrohr einwerfen. Die Probenaufgabe jeweils mit [OK] bestätigen.
- ✓ Die beladene Aktivkohle wird im Sauerstoffstrom zu Halogenwasserstoff, Kohlendioxid und Wasser verbrannt. Nach Trocknung des Pyrolysegases wird das Halogenid mikro-coulometrisch im Chlormodul bestimmt.

6.2.4 Messungen mit dem Probengeber autoX 36 / autoX 36d durchführen



WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!

1. Den Probengeber über das Schnittstellenkabel an den Anschluss "sampler" hinten am multi X 2500 anschließen.
2. Das Schwefelsäuregefäß (vertikal) täglich frisch mit Schwefelsäure füllen.
Das offene Verbrennungsrohr ggf. von gebrauchten Quarzcontainern leeren.
3. Bei Verwendung des Probengebers autoX 36d (mit Ausstoßfunktion):



Den Quarztiegel mit einer Pinzette in das offene Verbrennungsrohr einsetzen.

Der Quarztiegel verhindert, dass die Quarzwolle bei direktem Kontakt mit der heißen Aktivkohle verklumpt. Sie kann dann Asche und Ruß nicht mehr aus dem Messgasstrom filtern.

4. Die obere Abdeckung des Analysators abnehmen und den Probengeber ohne Rack in die Öffnung einsetzen.
5. Die Messzelle vorbereiten:
 - Die Messzelle täglich frisch mit Elektrolytlösung füllen.
Messzelle "sensitive": 20 ml
 - Den Magnetrührstab in die Messzelle einsetzen. Den Deckel aufsetzen und mit den drei Rändelschrauben festschrauben.
 - Die Kombielektrode einsetzen und elektrisch anschließen. Die Messzelle elektrisch anschließen.

- Den Gasüberführungsschlauch vom Schwefelsäuregefäß im Grundgerät an die Kombielektrode anschließen. Den Schlauch zum Adsorptionsrohr (Schlauch Nr. 5) über die Saugolive an die Messzelle "sensitive" anschließen.
6. Den Analysator und das Chlormodul einschalten.
 - ✓ Die Geräte werden hochgefahren. Die Status-LEDs an der Frontseite leuchten nach ca. 30 s grün.
 7. Die Sauerstoffversorgung öffnen und auf einen Vordruck von 4 ... 6 bar einstellen.
 8. Den PC einschalten.
 9. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin starten und sich mit Benutzername und Passwort anmelden.
 10. Das Analysensystem durch Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
 - ✓ Es erfolgt die Initialisierung und die automatische Erkennung aller angeschlossenen Komponenten.

Im Fenster Gerätestatus werden die noch nicht betriebsbereiten Komponenten rot dargestellt. Die Aufheizzeit des Ofens auf 950 °C beträgt 30 ... 40 min. Während der Einlaufphase ist ein Messstart nicht möglich.

Ist der Analysator nach ca. 40 min noch nicht messbereit, nach den Hinweisen im Kapitel "Störungsbeseitigung" S. 107 eine Fehlersuche durchführen.

11. Eine Endpunktroutine für die Messzelle durchführen.
12. Die Messzelle ggf. mit einer Direktmethode prüfen.
13. Nach Aufforderung durch die Steuer- und Auswertesoftware multiWin das bestückte Probenrack auf den Probengeber aufsetzen.

Die Position 0 muss dabei in Richtung Verbrennungsrohr bzw. Ausstoßer zeigen. Rack vorsichtig drehen, bis es einrastet. Die Abdeckung auf das Rack aufsetzen.
14. Im Menü METHODE ► METHODE NEU eine neue Methode erstellen und freigeben.
15. Die neue oder eine bereits bestehende Methode über den Menübefehl METHODE ► METHODE – AKTIVIEREN aktivieren.
16. Die Messung starten:
 - Im Menü START ► START-ANALYSE wählen.
 - Eine Analysengruppe auswählen bzw. neu erstellen.
 - Eine Analysensequenz erstellen.

Im Feld NAME für alle Proben die Proben-ID eintragen.
Die Eintragungen mit [OK] bestätigen.
 - Auf die Schaltfläche [MESSUNG STARTEN] klicken.
 - ✓ Die vorbereitete Analysensequenz wird abgearbeitet. Die Proben werden im Sauerstoffstrom verbrannt. Im Chlormodul wird das Halogenid bestimmt.

6.2.5 Vorverbrennungsadapter installieren



VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Einbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor!

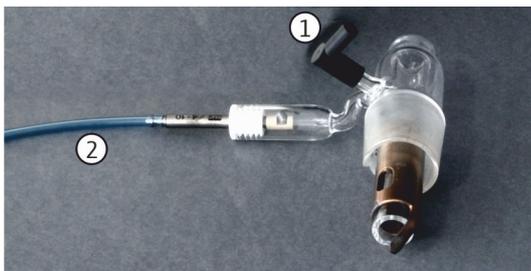


BEACHTEN

Durch Alkalisalze (Handschweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungsofens Kristallisationen im Quarzglas auf, die die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzen.

Berühren Sie das Verbrennungsrohr beim Einbau nicht mit der Hand. Tragen Sie Schutzhandschuhe. Reinigen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Einsetzen in den Verbrennungsofen von außen (z. B. durch Abwischen mit einem feuchten Zellstoff).

1. Die Steuersoftware multiWin beenden. Den multi X 2500 abkühlen lassen und dann ausschalten. Die Gasversorgung abstellen.
2. Die obere Abdeckung entfernen und die Fronttüren öffnen.

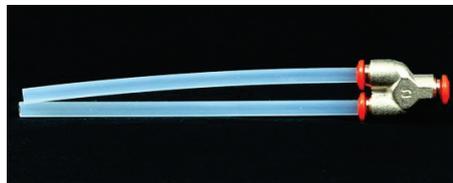


3. Den Vorverbrennungsadapter anstelle der Sauerstoffschleuse auf das offene Verbrennungsrohr aufsetzen.
4. Den Winkeladapter (1) mit dem Sauerstoffschlauch (Schlauch Nr. 3) an den Adapter anschließen.
5. Den Schlauch der Pneumatikeinheit (2) an den Schlauch Nr. 20 im multi X 2500 anschließen.

(Schlauch Nr. 20 ist mit einer Halterung oben am Gehäuse des multi X 2500 befestigt.)



6. Die obere Abdeckung wieder aufsetzen. Die Türen schließen.
7. Das Schnittstellenkabel der Pneumatikbox (3) an den Anschluss "extern" (3) auf der Rückseite des Grundgeräts anschließen.
8. Den Sauerstoffanschluss an der Pneumatikbox (4) über den Gassplit (siehe unten) mit dem Grundgerät (Anschluss IN O₂, 4) an die Gasversorgung anschließen.



9. Die Pneumatikbox über den Anschluss (5) und den Verbindungsschlauch mit dem Anschluss "Modul Klärschlamm" am Grundgerät (5) verbinden.

✓ Der Vorverbrennungsadapter ist installiert und kann über die Software multiWin gesteuert werden.

6.3 AOX-Bestimmung im horizontalen Betriebsmodus

Probenvorbereitung	Säulen- oder Schüttelmethode
Betriebsmodus	horizontal
Messzelle	"sensitive"
Messbereich	1 ... 100 µg Cl
Elektrolytvolumen	20 ml
Verbrennungsrohr	Multi-Purpose Verbrennungsrohr
manuelle Probenzufuhr	Mit Manuellem Schiffchenvorschub (MBD)
automatische Probenzufuhr	Mit Automatischem Schiffchenvorschub (ABD), für große Probenserien kombiniert mit Probengeber autoX 112 mit AOX/Feststoff-Rack (Säulen- und Schüttelmethode)

Bei der AOX-Bestimmung im horizontalen Betriebsmodus wird mit dem Multi-Purpose Verbrennungsrohr gearbeitet. Die umgesetzten Halogenwasserstoffe werden in der Messzelle "sensitive" quantifiziert.

Je nach Probenvorbereitung handelt es sich bei den Proben um Quarzcontainer mit beladener Aktivkohle oder um Filter mit feuchtem Filterkuchen. Die Proben werden in ein Quarzglasschiffchen gegeben. Das Quarzglasschiffchen wird dann mithilfe des Manuellen Schiffchenvorschubs (MBD) oder des Automatischen Schiffchenvorschubs (ABD) in das Verbrennungsrohr eingebracht.

Für große Probenserien kann der ABD mit dem Probengeber autoX 112 kombiniert werden. Die Installation und Inbetriebnahme von ABD und autoX 112 ist in den separaten Benutzeranleitungen beschrieben.

6.3.1 Analysator vorbereiten (Optionale Variante)

Die Vorbereitung des Analysators umfasst die folgenden Arbeitsschritte:

- Auto-Protection-Baugruppe und Gastransferleitung einbauen
- Multi-Purpose Verbrennungsrohr einsetzen
- Chlormodul vorbereiten

Auto-Protection-
Baugruppe einbauen



VORSICHT

Am Verbrennungsöfen besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Einbau der Auto-Protection-Baugruppe nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen!



BEACHTEN

Schließen Sie die Komponenten des multi X 2500 elektrisch stets im ausgeschalteten Zustand an! Durch das Stecken oder Ziehen von elektrischen Kontakten kann die empfindliche Elektronik des multi X 2500 beschädigt werden.

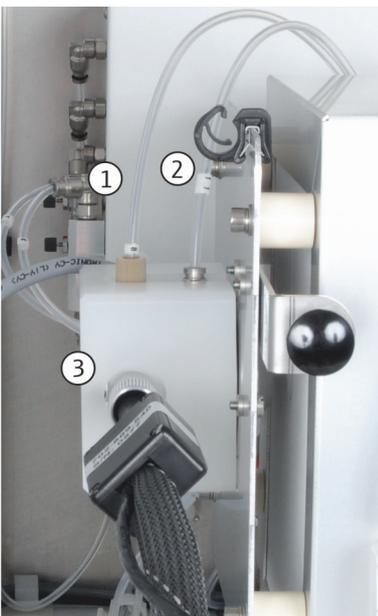
1. Die Software multiWin beenden. Den multi X 2500 abkühlen lassen. Dann das Grundgerät und das Chlormodul am Netzschalter ausschalten und die Gasversorgung abstellen.

2. Den Verbrennungssofen in die horizontale Lage kippen.



3. Mit der linken Hand die Auto-Protection-Baugruppe halten und mit der rechten Hand am Knauf der Klemmhalterung ziehen, um die Verriegelung zu öffnen.

Die Auto-Protection-Baugruppe am Verbrennungssofen feststecken.



4. Den Schlauch 8 (1) in den Anschluss schrauben.
5. Den Schlauch 11 (2) aufstecken. Dafür am Steckverbinder den Ring nach unten drücken.
6. Die Gastransferleitung (3) in den seitlichen Anschluss einschrauben.



7. Die elektrischen Anschlüsse für die Auto-Protection-Baugruppe (4) und für die Gastransferleitung (5) in die Anschlüsse stecken.
8. Die Gastransferleitung durch die Öffnung links oben im Grundgerät in das Chlormodul führen.
9. Die pneumatische Dichtung an der Auto-Protection-Baugruppe öffnen. Kippschalter (6) nach oben umlegen, damit das Verbrennungsrohr eingesetzt werden kann.

Multi-Purpose Verbrennungsrohr einsetzen:



WARNUNG

Explosionsgefahr! Die Schlauchanschlüsse für Argon und Sauerstoff am Verbrennungsrohr dürfen nicht verwechselt werden.



VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Einbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor!



BEACHTEN

Durch Alkalisalze (Handschweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungsofens Kristallisationen im Quarzglas auf, die die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzen.

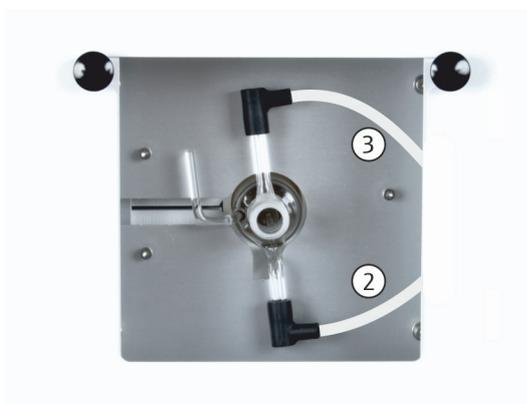
Berühren Sie beim Einbau das Verbrennungsrohr nicht mit der Hand. Tragen Sie Schutzhandschuhe. Reinigen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Einsetzen in den Verbrennungsofen von außen (z. B. durch Abwischen mit einem feuchten Zellstoff).

BEACHTEN

Die Auto-Protection-Baugruppe kann zerstört werden, wenn die pneumatische Dichtung geschlossen wird, ohne dass ein Verbrennungsrohr in den Ofen eingesetzt ist. Legen Sie den Kippschalter nur nach unten um, wenn ein Verbrennungsrohr eingesetzt ist.



1. Die Wartungsklappen auf der rechten Seite des Grundgerätes öffnen.
2. Das Multi-Purpose Verbrennungsrohr in den Verbrennungsofen einsetzen.



3. Schlauch 3 (2) und Schlauch 4 (3) an das Verbrennungsrohr anschließen. Hierzu die Schlauchenden in die Winkeladapter am Verbrennungsrohr einstecken.
BEACHTEN! Die Schläuche und Anschlüsse nicht über die Schenkellängen der Winkeladapter hinauschieben. Nur dann kann das Gas ungehindert fließen.
4. Ein Probenaufgabemodul (MBD, ABD) anschließen.



5. Den multi X 2500 anschalten. Die Gaszufuhr öffnen.
6. Die pneumatische Dichtung zur Auto-Protection-Baugruppe schließen. Dafür Kippschalter (1) nach unten kippen.
 - ✓ Das Verbrennungsrohr ist damit installiert und in der Auto-Protection-Baugruppe verriegelt.

Chlormodul vorbereiten:



WARNUNG

Als Trockenmittel wird konzentrierte Schwefelsäure verwendet. Die konzentrierte Säure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß Schutzkleidung! Beachten Sie die Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!



BEACHTEN

Mögliche Schädigung der Saugpumpe des Chlormoduls!

Bei Verwendung des Multi-Purpose Verbrennungsrohrs auf korrekten Anschluss der Gaseinleitung in die Messzelle achten. Messzelle niemals über Saugolive und Schlauch mit der Saugpumpe verbinden. Anderenfalls wird der Elektrolyt in die Pumpeneinheit gesaugt.

Der Schlauch der Transferleitung wird mit einer Hohlschraube mit Dichtkegel an den Verbinder am Anschluss des Schwefelsäuregefäßes angeschlossen. Achten Sie auf korrekten Sitz der Dichtkegel!

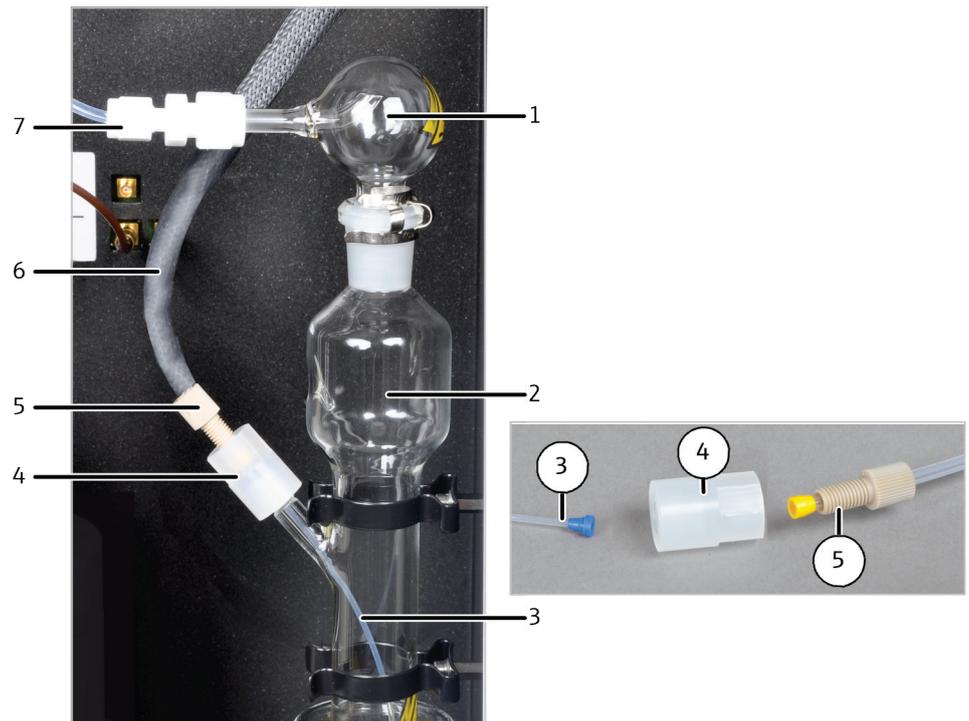
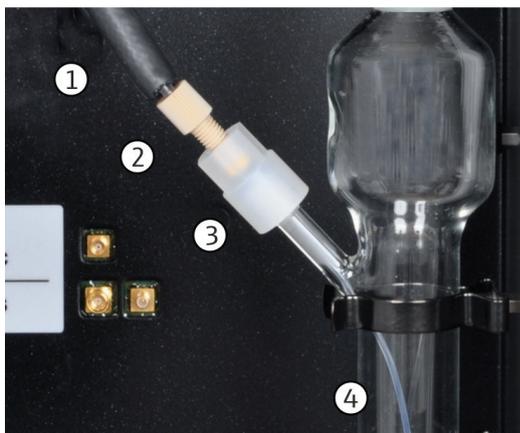


Abb. 45 Verbindung Transferleitung – Schwefelsäuregefäß im Chlormodul

- | | | | |
|---|--------------------------------|---|---------------------------------|
| 1 | Sicherheitsaufsatz | 5 | Hohlschraube |
| 2 | Schwefelsäuregefäß | 6 | Gastransferleitung |
| 3 | Schlauch zur Messgaseinleitung | 7 | Messgasüberführung in Messzelle |
| 4 | Verbinder | | |

- Das Schwefelsäuregefäß (2 in Abb. 45) außerhalb des Chlormoduls mit 20 ml konzentrierter Schwefelsäure füllen. Dafür das Schwefelsäuregefäß in einem großen Becherglas (z. B. 500 ml) sicher abstellen. Einen Trichter verwenden.
- Den Sicherheitsaufsatz (1) auf das Schwefelsäuregefäß aufsetzen und die Sicherheitsklammer anbringen. Den Sicherheitsaufsatz über den Teflon-Verbinder (7) mit dem Messgasschlauch verbinden.



- Das gefüllte Schwefelsäuregefäß vorsichtig in die Halterung einsetzen.
- Den dünnen Schlauch (4 in Abb. links) in das Schwefelsäuregefäß einsetzen. Darauf achten, dass der Dichtkegel richtig am Schwefelsäuregefäß anliegt.
- Den Verbinder (3) an das Schwefelsäuregefäß anschrauben.
- Die Transferleitung (1) über die Hohlschraube (2) an den Verbinder anschließen. Darauf achten, dass der Dichtkegel richtig in der Hohlschraube sitzt.
- Zur Sicherheit: Petrischale und Becherglas unter das Schwefelsäuregefäß stellen.

Messzelle einsetzen:



BEACHTE

Mögliche Schädigung der Saugpumpe des Chlormoduls!

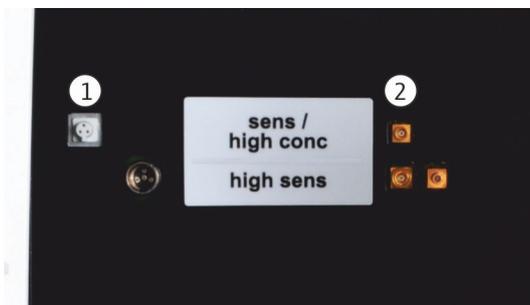
Bei Verwendung des Multi-Purpose Verbrennungsrohrs auf korrekten Anschluss der Gaseinleitung in die Messzelle achten. Messzelle niemals über Saugolive und Schlauch mit der Saugpumpe verbinden. Anderenfalls wird der Elektrolyt in die Pumpeneinheit gesaugt.

Die Messzellen "sensitive" und "high concentration" werden wie folgt in das Chlormodul eingesetzt:

1. Die Messzelle "sensitive" mit Deckel in das Chlormodul einsetzen. Optional die Messzelle "high concentration" in das Chlormodul einsetzen (TX-Bestimmung).



2. Das Aufbewahrungsgefäß für die Kombielektrode in die Halterung in der Tür des Chlormoduls einsetzen.
3. Die Kombielektrode in die Öffnung der Messzelle einsetzen.
4. Den Messgasschlauch vom Schwefelsäuregefäß mit dem Teflon-Verbinder (1) auf den Anschluss der Kombielektrode aufstecken.
5. Die Saugolive (2) mit dem Abluftschlauch im Chlormodul verbinden.



6. Die Kombielektrode und die Messzelle an der rückwärtigen Innenwand des Chlormoduls anschließen:
 - Anschluss Kombielektrode (1)
 - Anschluss Messzelle (2)

6.3.2 Messzelle vorbereiten

Die Vorbereitung der Messzelle für die tägliche Messung umfasst die folgenden Arbeitsschritte:

- Elektrolytlösung herstellen
- Endpunktroutine durchführen

Für die Vorbereitung der Messzellen "sensitive" und "high concentration" siehe Kapitel "Messzelle vorbereiten" S. 59.

6.3.3 Messungen durchführen



WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!

1. Das Schwefelsäuregefäß im Chlormodul täglich frisch mit Schwefelsäure füllen (→ "Schwefelsäure wechseln und Schwefelsäuregefäß im Chlormodul reinigen" S. 101).
2. Die Messzelle vorbereiten:
 - Die Messzelle täglich frisch mit Elektrolytlösung füllen.
Messzelle "sensitive": 20 ml
 - Den Magnetrührstab in die Messzelle einsetzen. Den Deckel aufsetzen und mit den drei Rändelschrauben festschrauben.
 - Die Kombielektrode einsetzen und elektrisch anschließen. Die Messzelle elektrisch anschließen.
 - Die Kombielektrode mit dem Schlauch vom Schwefelsäuregefäß verbinden.
 - Die Saugolive mit dem Abluftschlauch verbinden.

BEACHTEN! Messzelle niemals über die Saugolive und einen Schlauch mit der Saugpumpe verbinden. Anderenfalls wird der Elektrolyt in die Pumpeneinheit gesaugt.
3. Den Analysator und das Chlormodul einschalten.
 - ✓ Die Geräte werden hochgefahren. Die Status-LEDs an der Frontseite leuchten nach ca. 30 s grün.
4. Die Gasversorgung öffnen und auf einen Vordruck von 4 ... 6 bar einstellen.
5. Den PC einschalten.
6. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin starten und sich mit Benutzername und Passwort anmelden.
7. Das Analysensystem durch Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.

- ✓ Es erfolgt die Initialisierung und die automatische Erkennung aller angeschlossenen Komponenten.

Im Fenster Gerätestatus werden die noch nicht betriebsbereiten Komponenten rot dargestellt. Die Aufheizzeit des Ofens auf 950 °C beträgt 30 ... 40 min. Während der Einlaufphase ist ein Messstart nicht möglich.

Ist der Analysator nach ca. 40 min noch nicht messbereit, nach den Hinweisen im Kapitel "Störungsbeseitigung" S. 107 eine Fehlersuche durchführen.

8. Eine Endpunktroutine durchführen.
9. Die Messzelle ggf. mit einer Direktmethode prüfen.
10. Die Proben bereitstellen:
 - Das AOX/Feststoff-Rack des Probengebers autoX 112 mit Proben bestücken.
 - Alternativ die Proben für die Probenzufuhr mit dem ABD und MBD bereithalten.
11. Im Menü METHODE ▶ METHODE NEU eine neue Methode erstellen und freigeben.
12. Die neue oder eine bereits bestehende Methode über den Menübefehl METHODE ▶ METHODE – AKTIVIEREN aktivieren.
13. Die Messung starten:
 - Im Menü START ▶ START-ANALYSE wählen.
 - Eine Analysengruppe auswählen bzw. neu erstellen.
 - Eine Analysensequenz erstellen.
Im Feld NAME für alle Proben die Proben-ID eintragen.
Die Eintragungen mit [OK] bestätigen.
 - Auf die Schaltfläche [MESSUNG STARTEN] klicken.
 - ✓ Die vorbereitete Analysensequenz wird abgearbeitet.

Bei manueller Probenaufgabe folgen Sie den Aufforderungen in der Steuer- und Auswertesoftware multiWin und geben die Proben nacheinander auf.

7 EOX-Bestimmung

Probenvorbereitung	Extraktion organisch gebundener Halogene mit organischen Lösungsmitteln	
Betriebsmodus	vertikal oder horizontal	
Messzellen	"sensitive"	"high sensitive"
Messbereich	1 ... 100 µg Cl	0,01 ... 10 µg Cl
Elektrolytvolumen	20 ml	65 ml
Verbrennungsrohr	Multi-Purpose Verbrennungsrohr	
manuelle Probenzufuhr	über Injektionsport mit Septum, optional mit Autoinjektor	
automatische Probenzufuhr	vertikal: mit Probengeber autoX 112 (mit EOX/Flüssig-Rack und Dosierspritze) horizontal: mit Automatischen Schiffchenvorschub (ABD) in Kombination mit Probengeber autoX 112 (mit EOX/Flüssig-Rack und Dosierspritze)	

Zur EOX-Bestimmung werden die Proben entsprechend den in den Normen festgelegten Extraktionsmethoden vorbereitet. Die Extrakte (max. 100 µl) werden im Argon/Sauerstoffstrom verbrannt. Sie werden dabei zu Halogenwasserstoffen umgesetzt, deren Massenkonzentration im Chlormodul als Chlorid bestimmt wird.

Die EOX-Bestimmung kann im vertikalen oder horizontalen Betriebsmodus erfolgen. In beiden Fällen wird mit dem Multi-Purpose Verbrennungsrohr gearbeitet.

Die Bestimmung der umgesetzten Halogenwasserstoffe erfolgt je nach Konzentration in einer der Messzellen "high sensitive" oder "sensitive". Für sehr niedrige EOX-Gehalte wird die Messzelle "high sensitive" empfohlen.

Bei der EOX-Bestimmung werden die Extrakte über den Injektionsport direkt in das Verbrennungsrohr injiziert. Dafür wird eine Schraubkappe mit Septum auf das Verbrennungsrohr geschraubt. Für eine exakte Dosierung einzelner Proben kann der Autoinjektor genutzt werden. Für große Probenserien steht der Probengeber autoX 112 zur Verfügung.

Bei der EOX-Bestimmung im horizontalen Betriebsmodus wird der Probengeber autoX 112 mit dem Automatischen Schiffchenvorschubs (ABD) kombiniert. Die Extrakte werden über den Injektionsport mit Septum an der Schleuse des ABD in Quarzglasschiffchen injiziert. Der ABD überführt die beladenen Quarzglasschiffchen dann in das Verbrennungsrohr des multi X 2500.

Die Proben sind reich an organischen Lösungsmitteln. Deshalb wird empfohlen, den Analysator im horizontalen Betriebsmodus mit einem Flammensensor auszustatten. Der Flammensensor wird mit dem ABD verbunden und kontrolliert die Geschwindigkeit des Schiffchenvorschubs. Dadurch verhindert er starke Rußbildung im Verbrennungsrohr.

Die Installation und Inbetriebnahme von ABD und autoX 112 ist in den separaten Benutzeranleitungen beschrieben.

7.1.1 Analysator vorbereiten (Optionale Variante)

Die Vorbereitung des Analysators umfasst die folgenden Arbeitsschritte:

- Auto-Protection-Baugruppe und Gastransferleitung einbauen
- Multi-Purpose Verbrennungsrohr einsetzen
- Chlormodul vorbereiten

Für den Einbau von Auto-Protection-Baugruppe und Gastransferleitung siehe Kapitel "AOX-Bestimmung im horizontalen Betriebsmodus" S. 65.

Multi-Purpose Verbrennungsrohr einsetzen:

Im Folgenden wird beschrieben, wie das Multi-Purpose Verbrennungsrohr im horizontalen oder vertikalen Betriebsmodus eingesetzt wird.



WARNUNG

Explosionsgefahr! Die Schlauchanschlüsse für Argon und Sauerstoff am Verbrennungsrohr dürfen nicht verwechselt werden.



VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Einbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor!



BEACHTEN

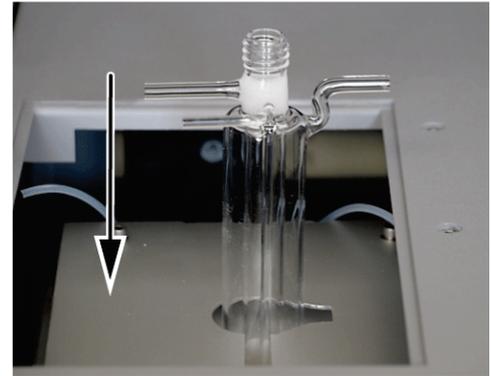
Durch Alkalisalze (Handschweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungsofens Kristallisationen im Quarzglas auf, die die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzen.

Berühren Sie beim Einbau das Verbrennungsrohr nicht mit der Hand. Tragen Sie Schutzhandschuhe. Reinigen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Einsetzen in den Verbrennungsofen von außen (z. B. durch Abwischen mit einem feuchten Zellstoff).

1. Sicherstellen, dass der Analysator ausgeschaltet ist. Gasversorgung abstellen.
2. Im vertikalen Betriebsmodus die obere Abdeckung entfernen. Im horizontalen Betriebsmodus die Wartungsklappen auf der rechten Seite öffnen.
3. Das Verbrennungsrohr in den Verbrennungsofen einsetzen. Dabei die Anschlüsse am Verbrennungsrohr in die Aussparungen am Ofen einpassen.



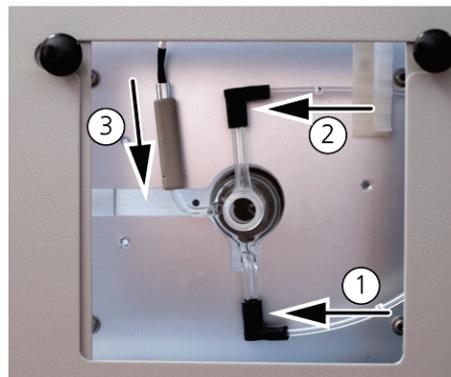
Horizontaler Betriebsmodus



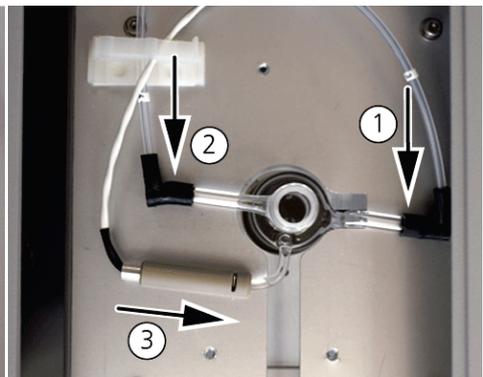
Vertikaler Betriebsmodus

4. Die Gaszufuhr öffnen.
5. Schlauch 3 (1) und Schlauch 4 (2) an das Verbrennungsrohr anschließen. Hierzu die Schlauchenden in die Winkeladapter am Verbrennungsrohr einstecken.

BEACHT! Die Schläuche und Anschlüsse nicht über die Schenkellängen der Winkeladapter hinauschieben. Nur dann kann das Gas ungehindert fließen.



Horizontaler Betriebsmodus



Vertikaler Betriebsmodus

6. Optional den Flammensensor (3) auf den Anschluss aufstecken.
7. Eine Schraubkappe mit Septum auf das Verbrennungsrohr aufschrauben.



8. Die pneumatische Dichtung zur Auto-Protection-Baugruppe schließen. Dafür Kippschalter (1) nach unten kippen.

✓ Das Verbrennungsrohr ist damit in der Auto-Protection-Baugruppe verriegelt.

9. Im vertikalen Betriebsmodus die obere Abdeckung wieder aufsetzen.
10. Ein Probenaufgabemodul anschließen.

Chlormodul vorbereiten

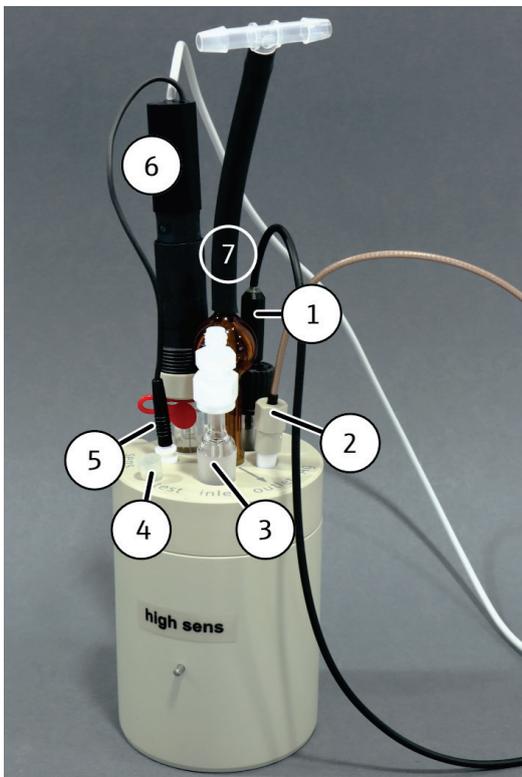
Für die EOX-Bestimmung wird das Schwefelsäuregefäß in das Chlormodul eingesetzt. Für den Einbau des Schwefelsäuregefäßes siehe Kapitel "AOX-Bestimmung im horizontalen Betriebsmodus" S. 65.

Für die Bestimmung geringer EOX-Gehalte empfiehlt es sich, die Messzelle "high sensitive" zu verwenden. Die Installation dieser Messzelle wird im Folgenden beschrieben. Die Verwendung der Messzelle "sensitive" wird unter AOX-Bestimmung im horizontalen Betriebsmodus vorgestellt.

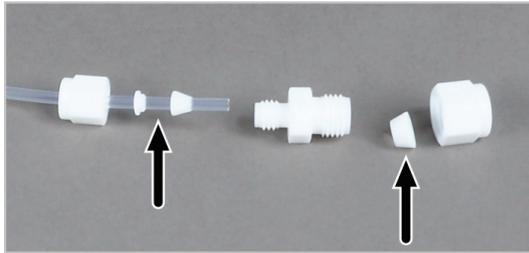
Die Messzelle "high sensitive" wird wie folgt in das Chlormodul eingesetzt:



1. Die Messzelle "high sensitive" mit Magnetrührstab und Deckel in das Chlormodul einsetzen.
2. Die Messzelle mit Elektrolyt füllen (→ "Messzelle vorbereiten" S. 77).

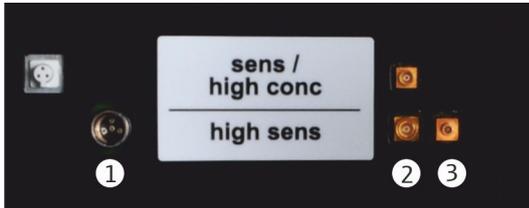


3. Die Komponenten in die folgenden Öffnungen einsetzen:
 Platinelektrode mit Salzbrücke (1): Öffnung "Pt"
 Silberelektrode (2): Öffnung "Ag"
 Gaseinleitungsrohr (3): Öffnung "inlet"
 Sensorelektrode (5): Öffnung "sens"
 Referenzelektrode (6): große Öffnung "ref"
 Adapter (7): mittlere Öffnung "outlet"
 Die Öffnungen im Deckel richten die Sensorelektrode und die Referenzelektrode zueinander aus.
4. Die Öffnung für Direktinjektionen (4, "test") mit einem Stopfen verschließen.
5. Den kurzen Schlauch mit T-Stück an den Adapter (7) anschließen. Den Abluftschlauch im Detektionsmodul mit einem Schenkel des T-Stücks verbinden.
6. Den Vorverstärker auf die Referenzelektrode aufsetzen. Den Vorverstärker mit der Sensorelektrode verbinden.



7. Den Messgasschlauch vom Schwefelsäuregefäß über die Teflon-Verschraubung an das Gaseinleitungsrohr (4) anschließen.

BEACHT! Die zwei Dichtkegel der Teflon-Verschraubung müssen in richtiger Lage auf dem Schlauch sitzen. Die Gasdichtheit ist sonst nicht gewährleistet.



8. Die Elektroden an der rückwärtigen Innenwand des Chlormoduls anschließen:

- Anschluss Sensorelektrode (1)
- Anschluss Silberelektrode (2)
- Anschluss Platinelektrode (3)

7.1.2 Messzelle vorbereiten

Die Vorbereitung der Messzelle für die tägliche Messung umfasst die folgenden Arbeitsschritte:

- Elektrolytlösung herstellen
- Endpunktoutine durchführen

An dieser Stelle wird die Vorbereitung der Messzelle "high sensitive" beschrieben. Für die Vorbereitung der Messzellen "sensitive" und "high concentration" siehe Kapitel "Messzelle vorbereiten" S. 59.

Elektrolytlösung herstellen

Für Messungen mit der Messzelle "high sensitive" wird eine Elektrolytlösung benötigt. Die Elektrolytlösung wird auch als Brückenelektrolyt für die Referenzelektrode verwendet.



WARNUNG

100 %ige Essigsäure (Eisessig) kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei der Herstellung der Elektrolytlösung entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Hinweise und Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!

Benötigte Reagenzien:

- 800 ml Essigsäure c = 100 % (Eisessig)
- 2,7 g Natriumacetat p.a., wasserfrei

Elektrolytlösung herstellen

1 l Elektrolytlösung für die Messzelle "high sensitive " wie folgt herstellen:

1. 2,7 g Natriumacetat (CH_3COONa) in 200 ml Reinstwasser in einem 1 l Messkolben lösen.
2. Vorsichtig und unter Schwenken des Messkolbens 800 ml Eisessig hinzufügen. Vorsichtig umschütteln.

BEACHT! Nur die angegebenen Mengen an Wasser und Eisessig verwenden. Kolben nicht bis zur 1 l-Marke auffüllen (Volumenkontraktion).

Endpunktroutine durchführen	<p>Über eine Endpunktroutine wird der Elektrolyt im Arbeitsbereich der Titrationszelle auf den optimalen Arbeitspunkt der Sensorelektrode eingestellt.</p> <p>Arbeitsbereich:</p> <ul style="list-style-type: none">▪ untere Grenze: 1000 Counts▪ obere Grenze: 10000 Counts▪ optimaler Arbeitspunkt: 3000 Counts
Automatische Endpunktroutine	<p>Sobald der Indikatorwert außerhalb des Arbeitsbereichs der Titrationszelle liegt, wird automatisch eine Endpunktroutine ausgelöst. Dies kann auch bei einer Mehrfachbestimmung zwischen zwei Messungen erfolgen. Im Fenster GERÄTE-STATUS erscheint während des Vorgangs der Status ENDPUNKTROUTINE.</p> <ul style="list-style-type: none">▪ Indikatorwert größer 10000: Es werden automatisch Silberionen generiert. Der Elektrolyt wird auf den Arbeitspunkt 3000 eingestellt.▪ Indikatorwert kleiner 1000: Sie werden über eine Meldung in der Software aufgefordert, 100 µl HCl (10 mg/l) in die Messzelle zu dosieren. Steigt der Indikatorwert dabei über 10000 werden automatisch Silberionen generiert und der Elektrolyt auf den Arbeitspunkt 3000 eingestellt. <p>Nach der Endpunktroutine braucht die Messzelle etwa 15 min, bis sich ein stabiles Zellpotential eingestellt hat. Während dieser Zeit ist möglicherweise eine negative Drift mit Indikatorwerten <3000 Counts zu beobachten.</p>
Manuelle Endpunktroutine	<p>Für Indikatorwerte innerhalb des Arbeitsbereiches (1000 ... 10000) kann die Endpunktroutine manuell gestartet werden. Der Start erfolgt in der Steuer- und Auswertesoftware über den Menübefehl SYSTEM ► ENDPUNKTROUTINE.</p> <p>Nach der Endpunktroutine wird im Fenster GERÄTE-STATUS der aktuelle Indikatorwert angezeigt. Das System ist messbereit.</p>

7.1.3 Messungen durchführen



WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure und konzentrierte Essigsäure können schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie beim Umfüllen der Schwefelsäure und der Elektrolytlösung entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Hinweise und Vorgaben aus den Sicherheitsdatenblättern!



BEACHTEN

Wenn die laufende Gasversorgung, z. B. durch eine Notabschaltung, ausfällt oder wenn der Gasdruck aufgrund einer Verstopfung im laufenden Betrieb oder während des Abkühlens sinkt, kann es zu einem Rückschlag von Schwefelsäure in das Analysensystem kommen. Trennen Sie die beheizte Transferleitung sofort vom Schwefelsäuregefäß, wenn die Schutzgasversorgung nicht gewährleistet ist.

1. Das Schwefelsäuregefäß im Chlormodul täglich frisch mit Schwefelsäure füllen (→ "Schwefelsäure wechseln und Schwefelsäuregefäß im Chlormodul reinigen" S. 101).
2. Die Messzelle täglich frisch mit Elektrolytlösung füllen:
 - Die gebrauchte Elektrolytlösung verwerfen und die Messzelle reinigen.
 - Die Messzelle mit Elektrolytlösung füllen.
Messzelle "high sensitive": ca. 65 ml
 - Den Magnetrührstab in die Messzelle einsetzen. Den Deckel aufsetzen.
 - Die Elektroden einsetzen und elektrisch anschließen.
 - Den Messgasschlauch vom Schwefelsäuregefäß über die Teflon-Verschraubung an das Gaseinleitungsrohr anschließen.
 - Den Adapter an den Absaugschlauch anschließen.

BEACHTEN! Die Messzelle "high sensitive" nicht mit der Saugpumpe verbinden. Anderenfalls könnte Elektrolyt in die Pumpe gesaugt werden.
3. Den Brückenelektrolyten in der Referenzelektrode täglich bis zur Nachfüllöffnung auffüllen. Empfehlung: Brückenelektrolyten immer dann wechseln, wenn frische Elektrolytlösung hergestellt wird.
4. Den Analysator und das Chlormodul einschalten.
 - ✓ Die Geräte werden hochgefahren. Die Status-LEDs an der Frontseite leuchten nach ca. 30 s grün.
5. Die Gasversorgung öffnen und auf einen Vordruck von 4 ... 6 bar einstellen.
6. Den PC einschalten.
7. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin starten und sich mit Benutzername und Passwort anmelden.
8. Das Analysensystem durch Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
 - ✓ Es erfolgt die Initialisierung und die automatische Erkennung aller angeschlossenen Komponenten.

Im Fenster Gerätestatus werden die noch nicht betriebsbereiten Komponenten rot dargestellt. Die Aufheizzeit des Ofens auf 950 °C beträgt 30 ... 40 min. Während der Einlaufphase ist ein Messstart nicht möglich.

Ist der Analysator nach ca. 40 min noch nicht messbereit, nach den Hinweisen im Kapitel "Störungsbeseitigung" S. 107 eine Fehlersuche durchführen.

9. Eine Endpunktroutine durchführen, um den Elektrolyt auf den optimalen Arbeitsbereich der Messzelle einzustellen.
10. Die Messzelle ggf. mit einer Direktmethode prüfen.
11. Die Proben bereitstellen:

Das EOX/Flüssig-Rack des Probengebers autoX 112 mit Proben bestücken.
Alternativ die Proben für die manuelle Zufuhr mit Spritze oder Autoinjektor bereithalten.
12. Im Menü METHODE ► METHODE NEU eine neue Methode erstellen und freigeben.
13. Die neue oder eine bereits bestehende Methode über den Menübefehl METHODE ► METHODE – AKTIVIEREN aktivieren.
14. Die Messung starten:
 - Im Menü START ► START-ANALYSE wählen.
 - Eine Analysengruppe auswählen bzw. neu erstellen.
 - Eine Analysensequenz erstellen.
Im Feld NAME für alle Proben die Proben-ID eintragen.
Die Eintragungen mit [OK] bestätigen.
 - Auf die Schaltfläche [MESSUNG STARTEN] klicken.
 - ✓ Die vorbereitete Analysensequenz wird abgearbeitet.

Bei manueller Probenaufgabe folgen Sie den Aufforderungen in der Steuer- und Auswertesoftware multiWin und geben die Proben nacheinander auf.

8 TX-/TOX-Bestimmung

Probenvorbereitung	Keine		
Betriebsmodus	horizontal vertikal (für flüssige, leichtverdampfbare Proben, die mit einer Spritze dosiert werden können)		
Messzelle	"sensitive"	"high sensitive"	"high concentration"
Messbereich	1 ... 100 µg Cl	0,01 ... 10 µg Cl	10 ... 1000 µg Cl
Elektrolytvolumen	20 ml	65 ml	120 ml
Verbrennungsrohr	Multi-Purpose Verbrennungsrohr		
automatische Probenzufuhr	Überführung der Feststoffproben mit Automatischen Schiffchenvorschub (ABD), für große Probenserien in Kombination mit Probengeber autoX 112 (mit AOX-Feststoff-Rack) Überführung flüssiger Proben mit Autoinjektor, für große Probenserien in Kombination mit Probengeber autoX 112 (mit EOX-Flüssig-Rack)		

Mit dem multi X 2500 kann der Gehalt an Gesamtchlor (TX) bzw. der Gehalt des gesamten organisch gebundenen Chlors (TOX) in festen und flüssigen Proben bestimmt werden. Feste und hochviskose flüssige Proben (max. 100 mg) werden in Quarzglasschiffchen eingewogen. Flüssige, leicht verdampfbare Proben (max. 100 µl) können mit µl-Spritzen in das Verbrennungsrohr dosiert werden. Die Proben werden ohne weitere Probenvorbereitung im Argon/Sauerstoffstrom verbrannt. Organische Halogenverbindungen werden dabei zu Halogenwasserstoffen umgesetzt. Ihre Massenkonzentration wird als Chlorid bestimmt.

Die TX-Bestimmung erfolgt in Abhängigkeit von der Probenmatrix im horizontalen Betriebsmodus oder vertikalen Betriebsmodus. Im horizontalen Betriebsmodus werden die Proben mithilfe des Automatischen Probenvorschubs in das Multi-Purpose Verbrennungsrohr überführt. Im vertikalen Betriebsmodus dosiert der Autoinjektor oder der Probengeber autoX 112 flüssige Proben direkt in das Multi-Purpose Verbrennungsrohr. Der vertikale Betriebsmodus wird vor allem für die Untersuchung von reinen Kraftstoffen und Lösemitteln genutzt. Die umgesetzten Halogenwasserstoffe werden je nach Chlorgehalt in einer der drei Messzellen quantifiziert.

Für die Analyse organischer Proben im horizontalen Betriebsmodus wird dringend empfohlen, den Analysator mit dem optionalen Flammensensor auszustatten. Der Flammensensor wird mit dem ABD verbunden und kontrolliert die Geschwindigkeit des Schiffchenvorschubs. Dadurch verhindert er starke Rußbildung im Verbrennungsrohr.

9 POX-Bestimmung

Probenvorbereitung	Ausblasen organisch gebundener Halogene im Argonstrom, Argonversorgung über Gasausgang "ABD OUT" am Grundgerät
Betriebsmodus	vertikal
Messzelle	"sensitive"
Messbereich	1 ... 100 µg Cl
Elektrolytvolumen	20 ml
Verbrennungsrohr	Offenes Verbrennungsrohr
Probenzufuhr	über POX-Schleuse als Aufsatz auf das Verbrennungsrohr Verwendung von Autoinjektor und Probengeber nicht möglich

Bei der POX-Bestimmung werden in der Wasserprobe enthaltene organisch gebundene Halogene unter definierten Bedingungen mit Argon ausgeblasen und im Sauerstoffstrom verbrannt. Sie werden dabei zu Halogenwasserstoffen umgesetzt, deren Massenkonzentration als Chlorid bestimmt wird.

Der Analysator wird in der Standardkonfiguration im vertikalen Betriebsmodus mit offenem Verbrennungsrohr und Messzelle "sensitive" betrieben. Für die Vorbereitung des Analysators und der Messzelle sowie die Durchführung von Messungen siehe auch Kapitel "AOX-Bestimmung im vertikaler Betriebsmodus (empfohlen)" S. 54.

Der Anschluss des Probengefäßes an den multi X 2500 ist im Schlauchplan dargestellt und wird im Folgenden beschrieben. Die Temperierung des Probengefäßes im Wasserbad erfolgt außerhalb des Analysators und liegt in der Verantwortung des Anwenders.

9.1 Messungen durchführen

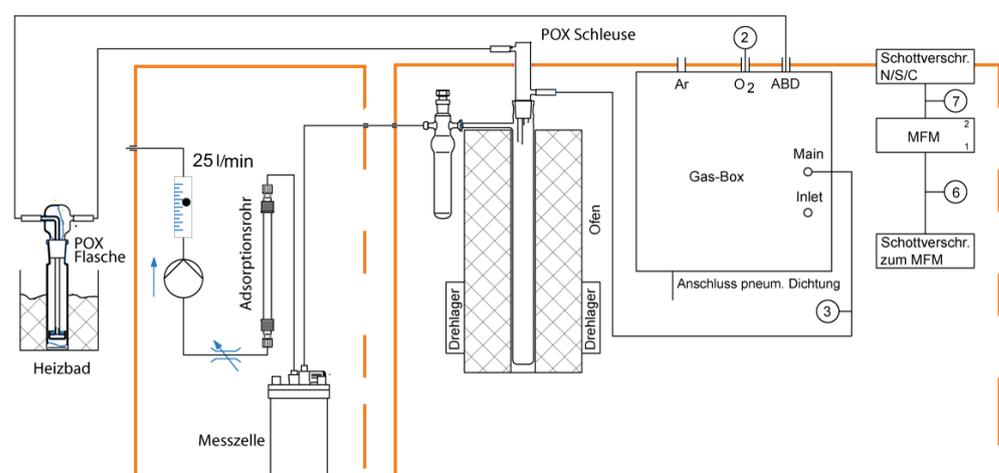


Abb. 46 Schlauchplan POX-Bestimmung



WARNUNG

Das Ausblasen der organisch gebundenen Halogene darf nur mit Argon erfolgen! Ansonsten besteht Explosionsgefahr! Schließen Sie den Ausblasaufsatz nur an den Anschluss "ABD OUT" an der Geräterückseite des Grundgerätes an! Vergewissern Sie sich vor Messstart, dass der Ausblasaufsatz richtig angeschlossen ist!

WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!



VORSICHT

Verbrennungsgefahr beim Entfernen der Sauerstoffschleuse! Die Sauerstoffschleuse ist bei Betrieb des Verbrennungsofens sehr heiß! Tragen Sie zum Entfernen der Sauerstoffschleuse Schutzhandschuhe!

1. Das Schwefelsäuregefäß (vertikal) täglich frisch mit Schwefelsäure füllen.
Das offene Verbrennungsrohr ggf. von gebrauchten Quarzcontainern leeren und reinigen.
2. Die obere Abdeckung auf den Analysator auflegen.
3. Die Messzelle vorbereiten:
 - Die Messzelle täglich frisch mit Elektrolytlösung füllen.
Messzelle "sensitive": 20 ml
 - Den Magnetrührstab in die Messzelle einsetzen. Den Deckel aufsetzen und mit den drei Rändelschrauben festschrauben.
 - Die Kombielektrode einsetzen und elektrisch anschließen. Die Messzelle elektrisch anschließen.
 - Den Gasüberführungsschlauch vom Schwefelsäuregefäß im Grundgerät an die Kombielektrode anschließen. Den Schlauch zum Adsorptionsrohr (Schlauch Nr. 5) über die Saugolive an die Messzelle "sensitive" anschließen.
4. Den Analysator und das Chlormodul einschalten.
 - ✓ Die Geräte werden hochgefahren. Die Status-LEDs an der Frontseite leuchten nach ca. 30 s grün.
5. Die Gasversorgung öffnen und auf einen Vordruck von 4 ... 6 bar einstellen.
6. Den PC einschalten.
7. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin starten und sich mit Benutzername und Passwort anmelden.
8. Das Analysensystem durch Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
 - ✓ Es erfolgt die Initialisierung und die automatische Erkennung aller angeschlossenen Komponenten.

Im Fenster Gerätestatus werden die noch nicht betriebsbereiten Komponenten rot dargestellt. Die Aufheizzeit des Ofens auf 950 °C beträgt 30 ... 40 min. Während der Einlaufphase ist ein Messstart nicht möglich.

Ist der Analysator nach ca. 40 min noch nicht messbereit, nach den Hinweisen im Kapitel "Störungsbeseitigung" S. 107 eine Fehlersuche durchführen.

9. Eine Endpunktoutine für die Messzelle durchführen.

10. Die Messzelle ggf. mit einer Direktmethode prüfen.

11. Von der Sauerstoffschleuse zur POX-Schleuse wechseln:

VORSICHT! An der Sauerstoffschleuse und dem Verbrennungsrohr besteht Verbrennungsgefahr. Schutzhandschuhe tragen!

- Die obere Abdeckung abnehmen.
- Den Winkeladapter von der Sauerstoffschleuse abziehen. Die Sauerstoffschleuse abnehmen.
- Die POX-Schleuse auf das Verbrennungsrohr aufsetzen.
- Den Sauerstoffschlauch (2, Schlauch Nr. 3) an die POX-Schleuse anschließen.

Den Messgasschlauch (1, Schlauch vom Ausgang der POX-Flasche) an die POX-Schleuse anschließen.

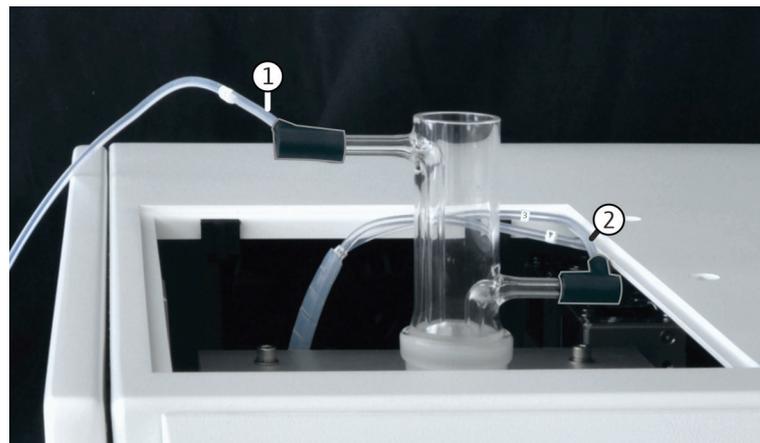


Abb. 47 Anschlüsse an der POX-Schleuse

1 Anschluss Messgasschlauch

2 Anschluss Sauerstoffschlauch

12. Den Argonschlauch an das POX-Gefäß anschließen:

WARNUNG! Das POX-Gefäß nur wie folgt anschließen, sonst besteht Explosionsgefahr!

Den Schlauch vom Eingang des Ausblasaufsatzes (2) an den Anschluss "ABD OUT" (1) an der Geräterückseite des Grundgerätes anschließen.

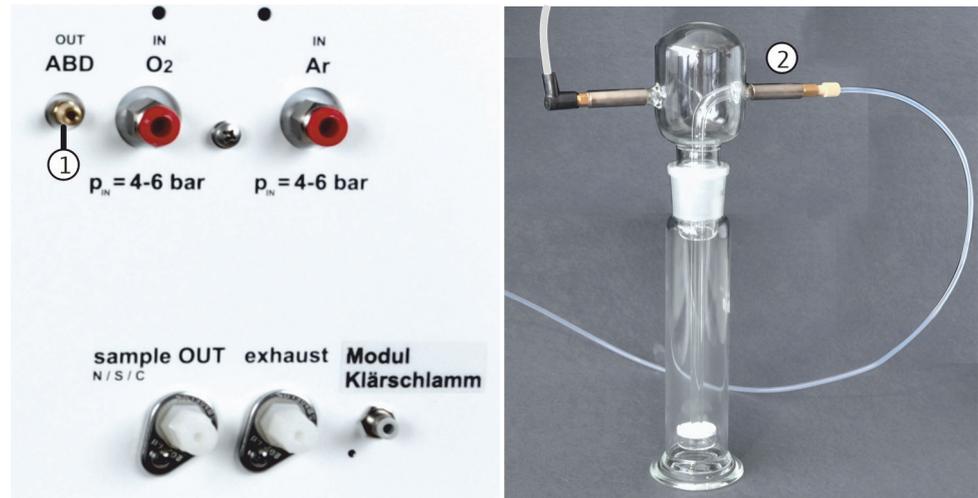


Abb. 48 Anschluss des Argonschlauchs an Grundgerät und POX-Gefäß

13. Im Menü METHODE ► METHODE NEU eine neue Methode erstellen und freigeben.
14. Die Analysenparameter festlegen: Probenvolumen, Ofentemperatur, POX-Ausblaszeit, Dosierzeit, Verzögerungszeit, Integrationszeit.
Die Messzeit ergibt sich aus der Summe der eingestellten Zeiten.
15. Die neue oder eine bereits bestehende Methode über den Menübefehl METHODE ► METHODE – AKTIVIEREN aktivieren.
16. Die Messung starten:
 - Im Menü START ► START-ANALYSE wählen.
 - Eine Analysengruppe auswählen bzw. neu erstellen.
 - Eine Analysensequenz erstellen.
Im Feld NAME für alle Proben die Proben-ID eintragen.
Die Eintragungen mit [OK] bestätigen.
 - Auf die Schaltfläche [MESSUNG STARTEN] klicken.
 - ✓ Die vorbereitete Analysensequenz wird abgearbeitet.

Folgen Sie den Aufforderungen in der Steuer- und Auswertesoftware multiWin, setzen den Aufblasaufsatz auf das Probengefäß und bestätigen dies mit [OK].

10 Wartung und Pflege

10.1 Wartungsintervalle

Wartungsobjekt	Tätigkeit	Wartungsintervall
Analysator	Gasfluss kontrollieren	täglich
	Systemdichtheit kontrollieren	täglich
	Gerät reinigen und pflegen	wöchentlich
	Alle Schlauchverbindungen auf festen Sitz prüfen	wöchentlich
	Defekte Schläuche und Verbindungen ersetzen	bei Bedarf (Undichtigkeit)
	Befestigungsschrauben auf festen Sitz prüfen	monatlich
	Partikelfilter in den Gaseingängen wechseln	bei Bedarf (wenn Sollwerte der Gasflüsse nicht mehr eingestellt werden können oder bei Undichtigkeiten)
Verbrennungsrohr	auf Risse und Beschädigung kontrollieren	monatlich
	Quarzwollepropfen am Boden des Verbrennungsrohres visuell prüfen, ggf. wechseln	nach Entleeren des Verbrennungsrohres bzw. wöchentlich
	Verbrennungsrohr erneuern (wechseln)	bei Bedarf (Kristallisation, Risse)
	Winkeladapter an der Sauerstoffschleuse auf festen Sitz, Risse bzw. Beschädigungen kontrollieren	monatlich
	Injektionsport mit Septum auf Dichtheit kontrollieren, Septum wechseln (bei Einsatz des Multi-Purpose Verbrennungsrohres)	täglich, bei Bedarf
Schwefelsäuregefäß	Schwefelsäure wechseln	bei Bedarf, mind. 1 mal täglich
	Schwefelsäuregefäß reinigen und trocknen	wöchentlich bei Spurenanalytik mit Messzelle "high sensitive" bei jedem Wechsel der Schwefelsäure, sonst sinkt analytische Performance
	Sicherheitsaufsatz reinigen und trocknen	wöchentlich
	Messgasschlauch reinigen und trocknen	wöchentlich
Chlormodul	Adsorptionsmittel im Adsorptionsrohr wechseln	nach 40 Betriebsstunden oder wöchentlich
	Saugfluss kontrollieren	täglich, bei Bedarf Saugfluss auf 20 l/h nachregulieren Bei starkem Abfall des Saugflusses nach Verstopfungen und Undichtigkeiten suchen
	Messzelle reinigen	täglich bei Elektrolytwechsel
	Elektrolyt wechseln	messtäglich oder nach 8 h Messbetrieb
	Referenzelektrode (bei Einsatz der Messzelle "high sensitive")	
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Füllstand Brückenelektrolyt der Referenzelektrode prüfen, bei Bedarf auffüllen ▪ Brückenelektrolyt wechseln 	täglich immer, wenn frische Elektrolytlösung hergestellt wird

Wartungsobjekt	Tätigkeit	Wartungsintervall
Auto-Protection-Baugruppe	(bei Einsatz des Multi-Purpose Verbrennungsrohrs)	
	Filter kontrollieren, ggf. wechseln	Vierteljährlich, Wechsel bei Bedarf: <ul style="list-style-type: none"> ■ wenn Filter verrußt, verschmutzt oder gerissen ist ■ wenn Schwefelsäure bei einer Notabschaltung in die APB gesaugt wurde
	Pneumatische Dichtung kontrollieren, ggf. wechseln	Bei Gasaustritt aus der pneumatischen Dichtung (hörbares Zischen)

10.2 Partikelfilter in den Gaseingängen wechseln



WARNUNG

Explosions- und Brandgefahr bei Vertauschen der Gasanschlüsse! Gasleitungen immer korrekt anschließen und die geforderten Gasdrücke einstellen.

Die Gaseingänge "Ar" und "O₂" auf der Rückseite des multi X 2500 sind mit einem Partikelfilter ausgerüstet. Der Partikelfilter muss getauscht werden, wenn die Prozessgase nicht mehr auf den Sollwert eingestellt werden können (Meldung in der Software beachten) und Undichtigkeiten im System bereits ausgeschlossen wurden.

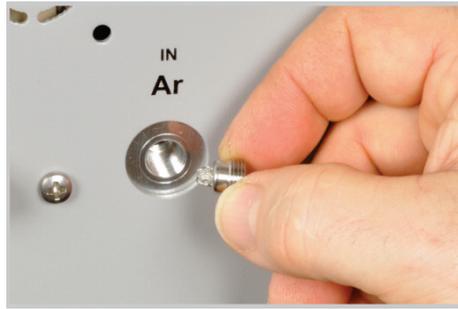
1. Den multi X 2500 und das Chlormodul ausschalten und die Netzstecker aus den Anschlüssen herausziehen.
2. Die Gasversorgung am Absperrhahn abstellen.
3. Das Chlormodul und Probenaufgabemodule vom multi X 2500 trennen und vorsichtig zur Seite schieben, um an die Geräterückseite zu gelangen.
4. Den Gasschlauch aus dem Anschluss auf der Rückseite des multi X 2500 ziehen. Dabei roten Ring hineindrücken.



5. Die Gasanschlüsse mit 13 mm-Maulschlüssel abschrauben.



6. Den innenliegenden Partikelfilter mit einem 5 mm-Innensechskantschlüssel herausschrauben.



7. Den neuen Partikelfilter einsetzen und festschrauben.

8. Die Gasanschlüsse einschrauben und mit dem Maulschlüssel festziehen.
9. Die Gasschläuche anschließen. Darauf achten, die Gasschläuche in die richtigen Anschlüsse zu stecken!
10. Das Chlormodul und die Probenaufgabemodule wieder anschließen.
11. Die Gasversorgung anstellen.
12. Die Netzstecker an die Anschlüsse am multi X 2500 und Chlormodul anstecken und die Geräte am Netzschalter einschalten.
 - ✓ Der multi X 2500 ist wieder arbeitsbereit.

10.3 Wartungsmaßnahmen (Standardvariante)

10.3.1 Offenes Verbrennungsrohr ausbauen und reinigen



WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!



VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor!

Stellen Sie vor dem Ausschalten die Ofentemperatur in multiWin auf 20 °C ein und beenden Sie multiWin. Bei der Prüfung der Systemdichtheit nach dem Einbau besteht ansonsten Verbrennungsgefahr!



VORSICHT

Bei der Arbeit mit Quarzwolle Staubbildung vermeiden! Nach dem Einatmen von Staub kann es zu Reizungen der Atemwege kommen.

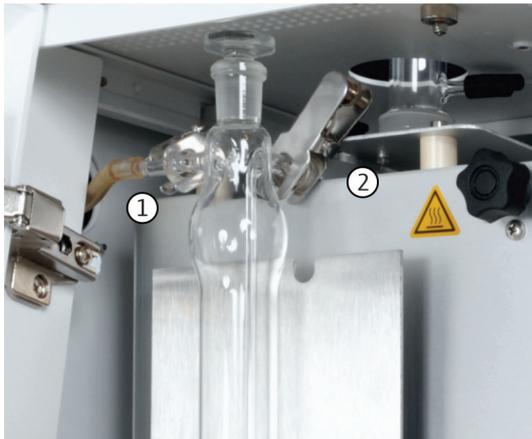


BEACHTEN

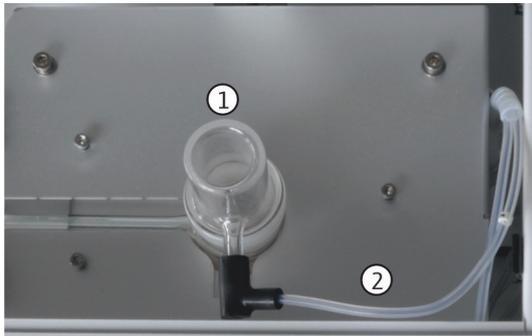
Durch Alkalisalze (Handschweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungsofens Kristallisationen im Quarzglas auf, die die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzen.

Berühren Sie das Verbrennungsrohr beim Wiedereinbau nicht mit der Hand. Tragen Sie Schutzhandschuhe. Reinigen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Einsetzen in den Verbrennungsofen von außen (z. B. durch Abwischen mit feuchtem Zellstoff).

1. Die Steuersoftware multiWin beenden und den Analysator abkühlen lassen.
2. Den multi X 2500 und das Chlormodul ausschalten und die Netzstecker aus der Netzsteckdose ziehen. Die Gasversorgung abstellen.
3. Die obere Abdeckung des multi X 2500 bzw. das Probenaufgabemodul entfernen und die Fronttüren öffnen.



4. Den Verbindungsschlauch und den Kugelschliffadapter (1) vom Schwefelsäuregefäß (vertikal) lösen.
5. Die Gabelklemme (2) zwischen Schwefelsäuregefäß und Verbrennungsrohr lösen.
6. Das Schwefelsäuregefäß vorsichtig aus der Auffangwanne nehmen und entleeren. Die Hinweise zum Umgang mit konzentrierter Schwefelsäure beachten!



7. Die Sauerstoffschleuse (1) abnehmen. Den Winkeladapter (2) von der Sauerstoffschleuse abziehen.
8. Die Temperaturbrücke aus dem Analysator entfernen.
9. Das offene Verbrennungsrohr nach oben aus dem Ofen herausziehen.



10. Das Verbrennungsrohr auf übermäßige Kristallisation, Risse und ausgeplatzte Stellen prüfen. Nur intakte Verbrennungsrohre erneut verwenden.
11. Den Quarzwollepropfen aus dem Verbrennungsrohr entfernen und prüfen.
12. Das leere Verbrennungsrohr gründlich mit Reinstwasser spülen und gut trocknen.

13. Den entfernten Quarzwollepropfen bzw. einen neuen Pfropfen vorsichtig bis zum Boden in das Verbrennungsrohr hineinschieben.

Für den Einbau des Verbrennungsrohres erfolgt in umgekehrter Reihenfolge.

10.3.2 Schwefelsäure wechseln und Schwefelsäuregefäß (vertikal) reinigen



WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!

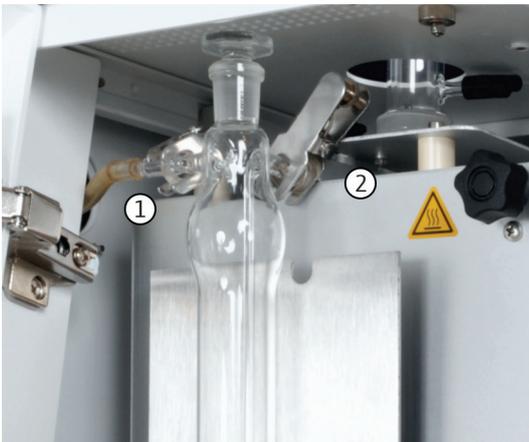


VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau des Schwefelsäuregefäßes nur im kalten Betriebszustand vor!

Die Schwefelsäure absorbiert das bei der Verbrennung entstehende Wasser. Wenn der Säuregehalt unter 85 % sinkt, kann die Schwefelsäure das Reaktionsgas nicht mehr ausreichend trocknen. Als Folge werden zu niedrige und stark streuende AOX-Gehalte gemessen. Die Schwefelsäure muss deshalb einmal täglich gewechselt werden. Bei hohen Probendurchsätzen kann ein häufigerer Wechsel erforderlich sein.

1. Die Steuersoftware multiWin beenden und den Analysator abkühlen lassen.
2. Den multi X 2500 und das Chlormodul ausschalten und die Netzstecker aus der Netzsteckdose ziehen. Die Gasversorgung abstellen.
3. Die obere Abdeckung bzw. das Probenaufgabemodul entfernen und die Fronttüren öffnen.



4. Den Verbindungsschlauch und Kugelschliffadapter (1) vom Schwefelsäuregefäß (vertikal) lösen.
5. Die Gabelklemme (2) zwischen Schwefelsäuregefäß und Verbrennungrohr lösen.
6. Das Schwefelsäuregefäß vorsichtig aus der Auffangwanne entnehmen und entleeren. Die Hinweise zum Umgang mit konzentrierter Schwefelsäure beachten!
7. Das Schwefelsäuregefäß mehrmals mit destilliertem Wasser spülen. Gefäß mit Ethanol nachspülen. Dann trocknen (z. B. durch Ausblasen mit einem inerten Gas).
8. Das Schwefelsäuregefäß mit ca. 40 ml konz. Schwefelsäure füllen. Den Stopfen auf das Gefäß aufsetzen.

Der Einbau des Schwefelsäuregefäßes erfolgt in umgekehrter Reihenfolge.

10.3.3 Aktivkohle im Adsorptionsrohr erneuern

Die Aktivkohle muss wöchentlich bzw. nach etwa 40 Betriebsstunden erneuert werden.



1. Die Steuersoftware multiWin beenden und den Analysator ausschalten.
 2. Das Grundgerät und das CI-Modul am Netzschalter ausschalten. Die Gaszufuhr ausschalten.
 3. Das Adsorptionsrohr aus der Halterung ziehen.
 4. Die Schläuche mit den Steckverbindern oben und unten vom Glasrohr abziehen.
 5. Die Wattepfropfen entfernen und das Adsorptionsmittel vorsichtig ausschütten.
 6. Die eine Seite des Glasrohres mit Baumwollwatte verschließen und neue Aktivkohle einfüllen.
 7. Das Glasrohr mit Baumwollwatte verschließen.
 8. Im Chlormodul die beiden Steckverbinder wieder auf das gefüllte Adsorptionsrohr stecken.
 9. Das Adsorptionsrohr in die Halterung drücken.
- BEACHT! Schläuche nicht verdrehen oder abknicken.

10.3.4 Messzelle warten

Da es während des Betriebes durch den stetigen Eintrag von warmen Reaktionsgasen zur Verdunstung von Elektrolytbestandteilen kommt, wird ein täglicher Wechsel der Elektrolytlösung empfohlen:

1. Den verbrauchten Elektrolyt entfernen.
2. Die Messzelle und den Magnetrührstab mit destilliertem Wasser und Ethanol spülen.
3. Die Messzelle und den Magnetrührstab anschließend vorsichtig mit Zellstoff auswischen bzw. abwischen, um eventuell vorhandene Silberchlorid-Niederschläge zu beseitigen.

4. Die Messzelle mit frischem Elektrolyt füllen:

Messzelle "sensitive": 20 ml

Messzelle "high concentration": ca. 120 ml

Beachten Sie weiterhin folgende Hinweise:

- Wird das System für mehrere Tage außer Betrieb genommen, säubern Sie die Messzelle und bewahren Sie sie trocken auf.

- Kontrollieren Sie regelmäßig die Ummantelung des Magnetrührstabes auf Risse. In die Elektrolytlösung gelangende Metallionen können die Analytik stören.
- Vermeiden Sie das Eindringen von Flüssigkeit in den Rühr-/Kühlblock und in die Steckkontakte (Kurzschlussgefahr).

10.3.5 Kombielektrode reinigen und aufbewahren



BEACHTEN

Mögliche Zerstörung der Kombielektrode durch Reinigungsmittel oder Schleifmittel! Die Kombielektrode besteht aus Keramikwerkstoffen und ist besonders im Bereich der Elektrodeneinschmelzungen mechanisch empfindlich. Die Kombielektrode darf zur Reinigung nur mit Ethanol und destilliertem Wasser gespült werden.

Ein Eintrocknen des Elektrolyten auf der Kombielektrode kann zu einer irreversiblen Verringerung der Empfindlichkeit bzw. zur Beschädigung der Elektrode führen. Sorgen Sie deshalb dafür, dass der Elektrolyt auf der Kombielektrode niemals eintrocknet:

- bei kurzer Betriebspause (von einem Tag zum nächsten):
Die Kombielektrode in frischer Elektrolytlösung aufbewahren.
- bei Außerbetriebnahme über mehrere Tage:
Die Kombielektrode vorsichtig mit Ethanol und anschließend mit Reinstwasser abspülen.
Für gründliche Reinigung die Elektrode über Nacht in Ethanol tauchen. Ethanol mit Magnetrührer rühren. Dabei weder Messzelle noch Elektrode mit den elektrischen Anschlüssen im Chlormodul verbinden.
Die Kombielektrode mit Zellstoff abwischen und trocken aufbewahren.

Das Herausziehen aus dem Deckel der Messzelle und das Anschließen an das Messgas kann bei falschem Handling zu großer mechanischer Beanspruchung und damit zum Bruch am elektrischen Anschluss der Kombielektrode führen.

Richtig

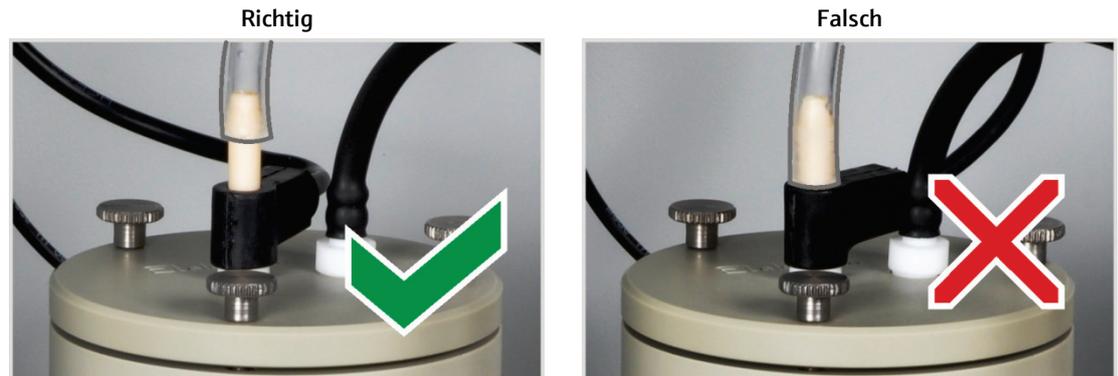


Umfassen Sie die Elektrode von oben und ziehen Sie die Elektrode gerade nach oben aus dem Deckel.

Falsch



Ziehen und ruckeln Sie nicht an der seitlichen Anschlusschülse für die elektrischen Verbindungen. Die Anschlüsse in der Hülse brechen (von außen nicht sichtbar)!



Schieben Sie den Messgasschlauch nur ca. 1 cm weit auf die Elektrode. Die Gasdichtheit ist damit hergestellt.

Wenn Sie den Schlauch zu weit auf die Elektrode schieben, saugt er sich an der Elektrode fest. Beim Herunterziehen des Schlauchs kann die Elektrode brechen!

10.4 Wartungsmaßnahmen (Optionale Variante)

10.4.1 Einstellungen der Gasflüsse prüfen

1. Die Systemkomponenten des multi X 2500 einschalten.
2. Die Gaszufuhr zum Grundgerät öffnen.
3. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin starten.
4. Eine Methode aktivieren.
 - ✓ Im Fenster Geräte-Status werden die aktuellen Gasflüsse angezeigt:

Beispiel: EOX-Bestimmung		
MFC	Soll	Beschreibung
MFC 1	300 ml/min	Sauerstoff (Hauptsauerstoff), Schlauch 3, Wert kann in der Methode nicht verändert werden
MFC 2	0 ml/min (Ruhezustand)	Sauerstoff für Nachverbrennungsphase, Schlauch 4, Inlet-Eingang am Verbrennungsrohr, Wert wird in der Methode eingestellt
MFC 3	100 ml/min (Ruhezustand)	Pyrolysegas (Argon), Schlauch 4, Inlet-Eingang am Verbrennungsrohr, Wert wird in der Methode eingestellt

Fehlerhafte Gaseingangsflüsse werden im Fenster Geräte-Status rot gekennzeichnet.

10.4.2 Systemdichtheit prüfen



BEACHTEN

Mögliche Zerstörung des internen MFM durch korrosive Gase! Verwenden Sie zur Prüfung der Systemdichtheit nur das zum Lieferumfang gehörende Set zur Flussüberprüfung. Stellen Sie sicher, dass das Schwefelsäuregefäß vollständig entleert ist.

Die Prüfung der Systemdichtheit erfolgt nicht automatisch. Mithilfe des zum Lieferumfang gehörenden Sets zur Flussüberprüfung kann die Systemdichtheit manuell geprüft werden. Dabei wird erkannt, ob der bereitgestellte Gasfluss dem Sollfluss entspricht. Lecks und Verstopfungen können aufgedeckt werden.

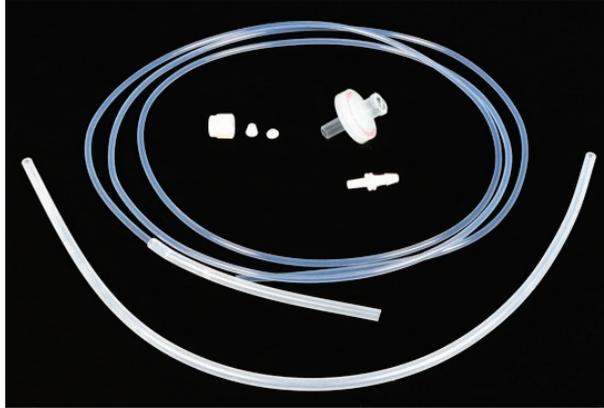


Abb. 49 Set Flussüberprüfung

1. Die Fronttüren des Analysators und des Chlormoduls öffnen.
2. Die Schwefelsäure vollständig aus dem Schwefelsäuregefäß im Chlormodul entfernen. Das Schwefelsäuregefäß reinigen und trocknen (→ "Schwefelsäure wechseln und Schwefelsäuregefäß im Chlormodul reinigen" S. 101).

BEACHT! Schwefelsäuregefäß stets reinigen und trocknen. Prüfen, ob sich Säuretropfen im Schlauchsystem niedergeschlagen haben. Schlauchsystem ggf. reinigen. Selbst geringe Spuren von Schwefelsäure im Gasweg schädigen den MFM.

3. Den Messgasschlauch vom Gaseinleitungsrohr (Messzelle "high sensitive") bzw. von der Kombielektrode (Messzelle "sensitive"/"high concentration") abtrennen.
4. Im Analysator die Verschraubung "MFM in" über der Abdeckung der Steuerelektronik lösen.
5. Mit dem Set Flussüberprüfung den Anschluss "MFM in" (1) mit dem Messgasschlauch (2) im Chlormodul verbinden.

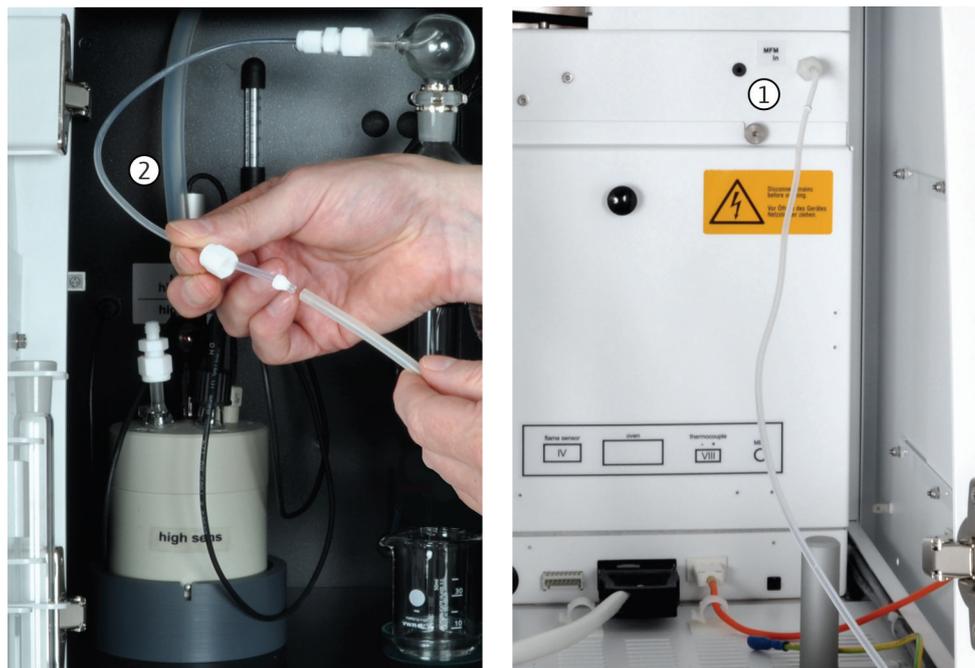


Abb. 50 Anschluss Set Flussüberprüfung

6. Im Menü SYSTEM ► KOMPONENTENTEST in der Registerkarte FLUSS den aktuellen Gasfluss auslesen.
7. Weicht der angezeigte Fluss mehr als ± 10 ml/min vom Sollfluss ab, nach möglichen Ursachen suchen und diese beseitigen.

Der in der Software angezeigte Fluss ist nicht der im System anliegende Fluss. Der Argon-Bypass-Fluss wird nicht erfasst. Der Bypass-Fluss liegt bei ca. 15 ml/min, kann aber zwischen 10 ... 25 ml/min variieren. Dieser Wert muss bei der Flussmessung berücksichtigt werden.

8. Für eine zweite Messung den mitgelieferten Einwegfilter zwischen die Schläuche stecken und erneut den aktuellen Gasfluss auslesen. Der Filter dient als kleiner Widerstand im Gasfluss.
9. Weicht der Gasfluss bei der 2. Messung mehr als 2 % vom Gasfluss bei der 1. Messung ab, nach Verstopfungen und Lecks im System suchen.

Führen diese Maßnahmen nicht zum Erfolg, den Kundendienst der Analytik Jena verständigen.

10.4.3 Auto-Protection-Baugruppe warten



VORSICHT

Am Verbrennungsofen und an der beheizten Gastransferleitung besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Einbau der Auto-Protection-Baugruppe nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen!



BEACHTEN

Schließen Sie die Komponenten des multi X 2500 elektrisch stets im ausgeschalteten Zustand an! Durch das Stecken oder Ziehen von elektrischen Kontakten kann die empfindliche Elektronik des multi X 2500 beschädigt werden.

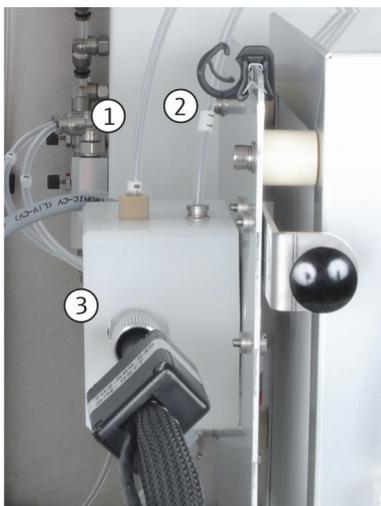
Auto-Protection-Baugruppe ausbauen

Für die folgenden Wartungsarbeiten muss die Auto-Protection-Baugruppe aus dem multi X 2500 ausgebaut werden.

1. Die Software multiWin beenden und den Analysator abkühlen lassen.
2. Die Gastransferleitung vom Schwefelsäuregefäß im Chlormodul trennen.
3. Den multi X 2500 und das Chlormodul am Netzschalter ausschalten und die Gasversorgung abstellen.
4. Wenn nicht bereits geschehen, den Verbrennungsofen in die horizontale Lage kippen.



5. Die pneumatische Dichtung an der Auto-Protection-Baugruppe öffnen. Kippschalter (1) dafür nach oben umlegen.
6. Das Multi-Purpose Verbrennungsrohr ein kleines Stück aus dem Verbrennungsofen herausziehen.
7. Den elektrischen Anschluss für die Auto-Protection-Baugruppe (2) aus dem Anschluss ziehen.



8. Den Schlauch 8 (1) vom Anschluss lösen.
9. Den Schlauch 11 (2) lösen. Dafür am Steckverbinder den Ring nach unten drücken.
10. Die Gastransferleitung (3) aus dem seitlichen Anschluss lösen.

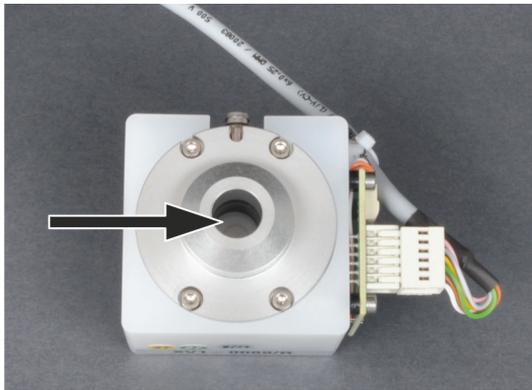


11. Mit der linken Hand die Auto-Protection-Baugruppe halten und mit der rechten Hand am Knauf der Klemmhalterung ziehen, um die Verriegelung zu öffnen.

Die Auto-Protection-Baugruppe aus der Halterung am Verbrennungssofen entfernen.

Filter prüfen/ersetzen

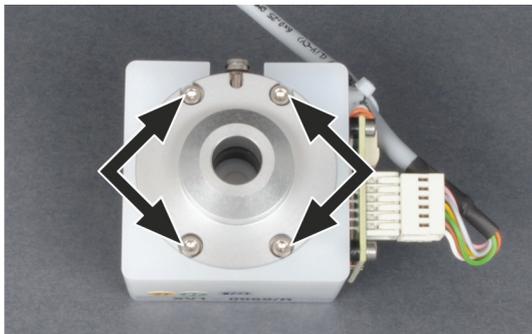
Der Zustand des Filters in der Auto-Protection-Baugruppe muss vierteljährlich kontrolliert werden. Dabei wie folgt vorgehen:



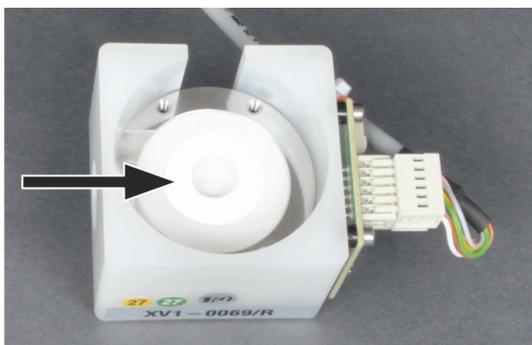
1. Die Auto-Protection-Baugruppe ausbauen.
2. Durch Sichtprüfung den Filter auf Verrußung, anderweitige Verschmutzung oder auf Risse kontrollieren.

Ist der Filter in Ordnung, die Auto-Protection-Baugruppe wieder einbauen.

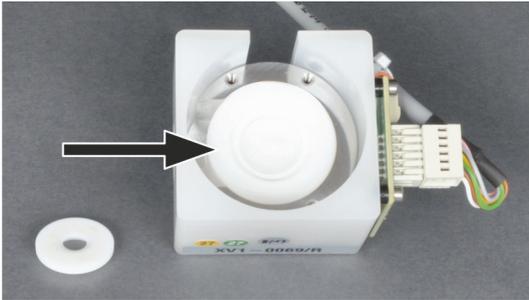
Muss der Filter ersetzt werden, der weiteren Anleitung folgen.



3. Die 4 Schrauben zur Befestigung der pneumatischen Dichtung an der Auto-Protection-Baugruppe heraus schrauben.
4. Die pneumatische Dichtung aus der Auto-Protection-Baugruppe heraus nehmen.



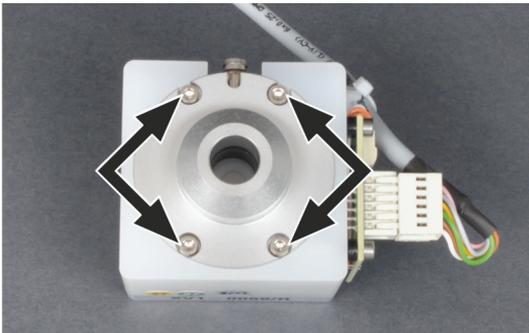
5. Den weißen Zwischenring entfernen.



6. Den verschlissenen Filter entnehmen und einen neuen Filter einsetzen.
Die Einbaulage des Filters ist beliebig.
7. Die Auto-Protection-Baugruppe in umgekehrter Reihenfolge wieder zusammenbauen und in den multi X 2500 einsetzen.
✓ Die Auto-Protection-Baugruppe ist wieder betriebsbereit.

Pneumatische Dichtung wechseln:

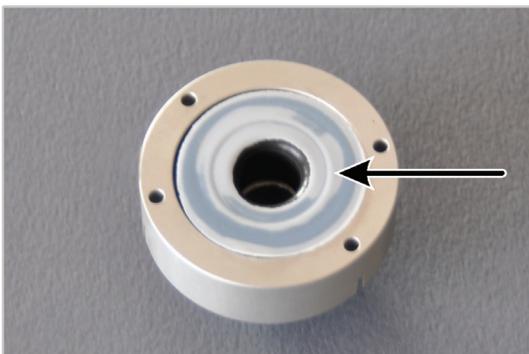
1. Die Auto-Protection-Baugruppe ausbauen.



2. Die 4 Schrauben zur Befestigung der pneumatischen Dichtung an der Auto-Protection-Baugruppe herausdrehen.



3. Gehäuse mit pneumatischer Dichtung aus der Auto-Protection-Baugruppe entnehmen.
4. Anschlussbuchse für Schlauch 11 mit einem Innensechskantschlüssel aus dem Dichtungsgehäuse herausdrehen. Innensechskantschlüssel dafür in die Anschlussbuchse einführen.



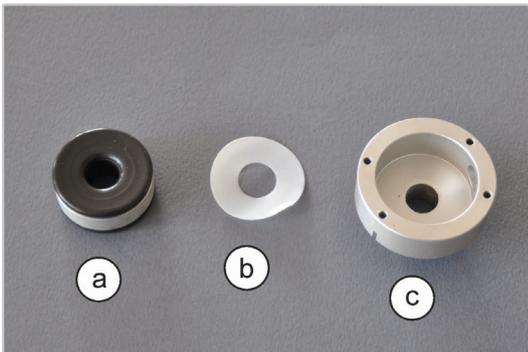
5. PTFE-Scheibe von der Dichtung abziehen (siehe Pfeil).



6. Pneumatische Dichtung aus dem Gehäuse entnehmen.
7. Die zweite PTFE-Scheibe von der Unterseite der Dichtung abziehen.



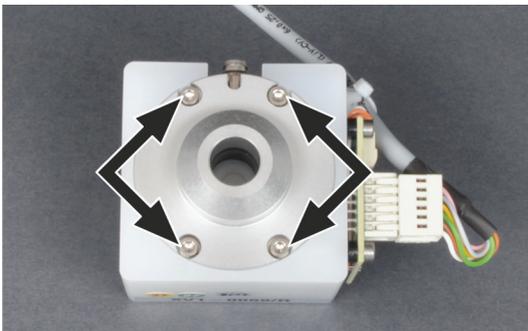
8. Die schwarze Spezialdichtung vorsichtig vom Ring trennen.
9. Neue Spezialdichtung in den Ring einsetzen.



10. Eine PTFE-Scheibe (b) in Gehäuse (c) legen. Die Bohrung im Ring muss mit der Bohrung im Gehäuse übereinstimmen.
11. Die pneumatische Dichtung (a) in das Gehäuse legen. Die Bohrung im Ring muss mit der Bohrung im Gehäuse übereinstimmen.
12. Die Anschlussbuchse für Schlauch 11 mit dem Innensechskantschlüssel wieder einschrauben (siehe Punkt 4).



13. Eine zweite PTFE-Scheibe auf den Zwischenring über dem Filter legen.



14. Die pneumatische Dichtung auf die Auto-Protection-Baugruppe setzen und mit 4 Schrauben befestigen.
 - ✓ Die Auto-Protection-Baugruppe kann wieder im Analysator installiert werden.

10.4.4 Multi-Purpose Verbrennungsrohr ausbauen und reinigen



WARNUNG

Explosionsgefahr! Die Schlauchanschlüsse für Argon und Sauerstoff am Verbrennungsrohr dürfen Wiedereinbau nicht verwechselt werden.



VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor!



BEACHTEN

Durch Alkalisalze (Handschweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungsofens Kristallisationen im Quarzglas auf, die die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzen.

Berühren Sie beim Wiedereinbau das Verbrennungsrohr nicht mit der Hand. Tragen Sie Schutzhandschuhe. Reinigen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Einsetzen in den Verbrennungsofen von außen (z. B. durch Abwischen mit feuchtem Zellstoff).

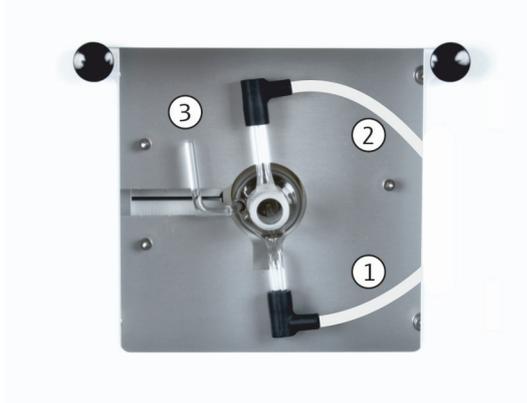
BEACHTEN

Die pneumatische Dichtung in der Auto-Protection-Baugruppe kann zerstört werden, wenn die Dichtung geschlossen wird, ohne dass ein Verbrennungsrohr in den Ofen eingesetzt ist. Legen Sie den Kippschalter nur nach unten um, wenn ein Verbrennungsrohr eingesetzt ist. Alternativ empfehlen wir, die Gasversorgung während der Wartung abzustellen.

1. Die Steuersoftware multiWin beenden und den Analysator abkühlen lassen.
2. Die Gastransferleitung vom Schwefelsäuregefäß im Chlormodul trennen.
3. Den multi X 2500 und das Chlormodul ausschalten. Netzstecker aus der Netzsteckdose ziehen. Gasversorgung abstellen.
4. Im vertikalen Betriebsmodus die obere Abdeckung entfernen.



5. Die Fronttüren des Analysators öffnen.
6. Die pneumatische Dichtung zur Auto-Protection-Baugruppe öffnen. Dafür Kippschalter nach oben kippen. Das Verbrennungsrohr ist damit freigegeben.
7. Das Gerät abkühlen lassen.



8. Schlauch 3 (1) und Schlauch 4 (2) aus den Winkeladaptern am Verbrennungsrohr herausziehen. Falls verwendet, den Flammensensor vom Anschluss (3) abziehen.
9. Das Verbrennungsrohr vorsichtig aus dem Ofen entnehmen.



10. Das Verbrennungsrohr auf übermäßige Kristallisation, Risse und ausgeplatzte Stellen kontrollieren. Nur intakte Verbrennungsrohre wieder verwenden.

11. Das Verbrennungsrohr ggf. mit Lösungsmittel und Bürste bzw. Zellstoff reinigen.

Das Reinigen kann auch durch Ausbrennen in einem Muffelofen oder in der Brennerflamme erfolgen.

Für den Wiedereinbau des Multi-Purpose Verbrennungsrohres siehe "Multi-Purpose Verbrennungsrohr einsetzen" S. 67.

10.4.5 Schwefelsäure wechseln und Schwefelsäuregefäß im Chlormodul reinigen



WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!

Die Schwefelsäure absorbiert das bei der Verbrennung entstehende Wasser. Wenn der Säuregehalt unter 85 % sinkt, kann die Schwefelsäure das Reaktionsgas nicht mehr ausreichend trocknen. Als Folge werden zu niedrige und stark streuende AOX-Gehalte gemessen. Die Schwefelsäure muss deshalb einmal täglich gewechselt werden. Bei hohen Probendurchsätzen kann ein häufigerer Wechsel erforderlich sein.

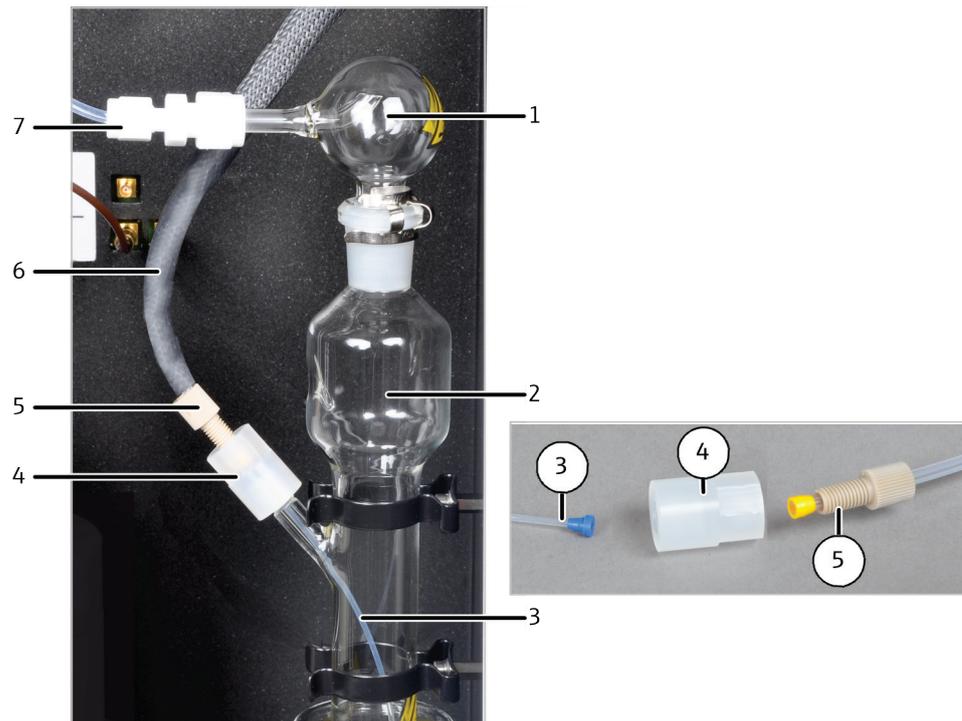


Abb. 51 Verbindung Transferleitung – Schwefelsäuregefäß im Chlormodul

- | | |
|----------------------------------|-----------------------------------|
| 1 Sicherheitsaufsatz | 5 Hohlschraube |
| 2 Schwefelsäuregefäß | 6 Gastransferleitung |
| 3 Schlauch zur Messgaseinleitung | 7 Messgasüberführung in Messzelle |
| 4 Verbinder | |

1. Die Software multiWin beenden. Die beheizte Gastransferleitung abkühlen lassen oder beim Wechsel der Schwefelsäure wärmebeständige Handschuhe tragen.
VORSICHT! Verbrennungsgefahr an den Enden der beheizten Gastransferleitung! Die Enden können im Betrieb über 100 °C heiß werden.
2. Die Hohlschraube vom Verbinder lösen und dadurch die beheizte Gastransferleitung vom Schwefelsäuregefäß trennen.
3. Die Teflon-Verschraubung lösen und den Messgasschlauch vom Sicherheitsaufsatz trennen.
4. Das Schwefelsäuregefäß mit den verbleibenden Komponenten vorsichtig nach oben aus den Halteklammern ziehen und aus dem Modul entnehmen.
5. Zum sicheren Transport und zum Abstellen vor der Reinigung eignet sich ein großes Becherglas (z. B. 500 ml).
6. Für die Messzelle "high sensitive": Das Gaseinleitungsrohr mit PTFE-Verschraubung und Messgasschlauch aus dem Detektionsmodul entnehmen.
7. Den Sicherheitsaufsatz vom Schwefelsäuregefäß lösen.
HINWEIS! Die Grundkörper der Teflon-Verschraubungen verbleiben auf dem Sicherheitsaufsatz, Schlauch und Gaseinleitungsrohr.
8. Den Verbinder für die beheizte Gastransferleitung vom Schwefelsäuregefäß abschrauben.
9. Den dünnen Schlauch aus dem Gefäß herausziehen.
VORSICHT! Am Schlauch können sich noch Reste von Schwefelsäure befinden.

10. Die Schwefelsäure über die obere Öffnung abgießen. Die Schwefelsäure entsorgen.
11. Das Schwefelsäuregefäß und den Sicherheitsaufsatz mehrmals mit Reinstwasser und anschließend mit Ethanol oder Methanol spülen:
12. Den Messgasschlauch, inklusive Verschraubung, mit Reinstwasser und dann mit Ethanol oder Methanol spülen.
13. Die gereinigten Komponenten trocknen, z. B. durch Ausblasen mit einem inerten Gas.
14. Das Schwefelsäuregefäß sicher abstellen und über einen Trichter mit 20 ml konzentrierter Schwefelsäure füllen.
15. Das gefüllte Schwefelsäuregefäß in umgekehrter Reihenfolge im Detektionsmodul installieren.
HINWEIS! Beim Anschluss der Gastransferleitung und der Teflon-Verbinder auf den richtigen Sitz der Dichtkegel achten.

10.4.6 Messzelle warten

Da es während des Betriebes durch den stetigen Eintrag von warmen Reaktionsgasen zur Verdunstung von Elektrolytbestandteilen kommt, wird für alle Messzellen ein täglicher Wechsel der Elektrolytlösung empfohlen.

1. Den verbrauchten Elektrolyt entfernen.
2. Die Messzelle und den Magnetrührstab mit destilliertem Wasser und Ethanol spülen.
3. Die Messzelle und den Magnetrührstab anschließend vorsichtig mit Zellstoff aus- bzw. abwischen, um eventuell vorhandene Silberchlorid-Niederschläge zu beseitigen.
4. Die Messzelle mit frischem Elektrolyt füllen:

Messzelle "high sensitive":	ca. 65 ml
Messzelle "sensitive":	20 ml
Messzelle "high concentration":	ca. 120 ml

Beachten Sie weiterhin folgende Hinweise:

- Wird das System für mehrere Tage außer Betrieb genommen, säubern Sie die Messzelle und bewahren Sie diese trocken auf.
- Kontrollieren Sie regelmäßig die Ummantelung des Magnetrührstabes auf Risse. In die Elektrolytlösung gelangende Metallionen können die Analytik stören.
- Vermeiden Sie das Eindringen von Flüssigkeit in den Rühr-/Kühlblock und in die Steckkontakte (Kurzschlussgefahr).

10.4.7 Elektroden reinigen und aufbewahren

Für die Wartung der Kombielektrode siehe Kapitel "Kombielektrode" S. 92.

Sensorelektrode



Beachten Sie zur Wartung der Sensorelektrode folgende Hinweise:

BEACHTEN

Der Sensorpin und der Goldkontakt der Sensorelektrode sind berührungsempfindlich.

- Den Sensorpin bei Lagerung mit dem Kratzschutz schützen.
- Den Sensorpin vor Gebrauch oder zur Reinigung mit Reinstwasser abspülen. Danach nicht mehr berühren. Pin nicht abtrocknen oder abreiben!
- Den Goldkontakt vor dem Gebrauch oder zur Reinigung mit einem Tuch und etwas Ethanol abreiben. Danach nicht mehr berühren.

Die Sensorelektrode lagern:

- Die Sensorelektrode kann für einige Tage in der Messzelle gelagert werden, die mit ausreichend Elektrolytlösung gefüllt ist.
- Die Sensorelektrode vor einer längeren Lagerung (>1 Monat) mit Reinstwasser reinigen. Den Sensorpin mit dem Kratzschutz versehen. Die Elektrode trocken lagern.

Referenzelektrode



VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Einbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor!

- Wöchentlich den Zustand und Füllstand des Brückenelektrolyten prüfen. Der Brückenelektrolyt soll klar und frei von Niederschlägen oder anderen Partikeln sein.
- Bei Bedarf: Elektrolytlösung nachfüllen oder wechseln.

Die Referenzelektrode lagern:

- Die Referenzelektrode kann für einige Tage in der Messzelle gelagert werden, die mit ausreichend Elektrolytlösung gefüllt ist.
- Für Lagerung <1 Monat: Die Nachfüllöffnung verschließen und die Elektrode in der gefüllten Messzelle belassen, wo sie feucht und dunkel gelagert ist.
- Für Lagerung >1 Monat: Die Nachfüllöffnung verschließen. Die leere Schutzkappe auf die Elektrode aufsetzen. Die Elektrode dunkel und aufrecht stehend aufbewahren, am besten in der Originalverpackung.

Die Referenzelektrode nach langer Lagerung wieder in Betrieb nehmen:

- Innenraum der Elektrode mit etwa 2 ml Elektrolytlösung spülen.
- Elektrode bis zur Nachfüllöffnung mit Elektrolytlösung füllen.

- Die Messzelle mit Elektrolytlösung füllen. Die Elektrode in die Messzelle einsetzen und die Lösung für mehrere Stunden im Detektionsmodul rühren lassen. Dabei die Elektrode nicht mit dem elektrischen Anschluss verbinden.

Platinelektrode

Darauf achten, dass bei der Platinelektrode das Loch der Salzbrücke nicht verstopft ist. Ansonsten ist die Elektrode wartungsfrei.

Silberelektrode

Nach Gebrauch die Silberfläche mit Zellstoff abwischen. Ansonsten ist die Elektrode wartungsfrei. Die Silberelektrode wird mit zunehmender Einsatzdauer verbraucht und muss bei Bedarf ersetzt werden.

10.5 Spritzen reinigen

Die Injektionsspritze im Probengeber und Autoinjektor muss regelmäßig gereinigt werden.

Spülintervalle

- Die Spritze muss nach Ende einer Sequenz, mindestens jedoch täglich nach Arbeitsende gespült werden.
- Bei der Analyse von Proben mit komplexer Matrix, z. B. partikelhaltigen und inhomogenen Lösungen oder hochviskosen Flüssigkeiten, wird eine Spülung nach jeder Probe empfohlen, um Kreuzkontaminationen zu vermeiden.

Empfohlenen Spüllösungen

Die Spüllösung sollte eine ähnliche Polarität wie die Probe haben und mögliche Ausfällungen lösen.

Beispiele für Proben/Spüllösungen

Probe	Spüllösung
Petrochemikalien, Öle, Kraftstoffe	Iso-Octan, Toluol, Xylol
Unbekannte Proben	Ethanol absolut
Generelle Reinigung	Ethanol absolut

Probengeber

Probe	Mindestanzahl Spülzyklen
Normale Probe	3
Proben mit komplexer Matrix	5

- In der Software multiWin die Spülzyklen in der Methode einstellen.
- Bei Bedarf in der Ablaufsteuerung des Konfigurationsmenüs das automatische Spülen der Spritze nach Abarbeitung des Probenracks aktivieren.

Autorinjektor

Probe	Mindestanzahl Spülzyklen
Normale Probe	5
Proben mit komplexer Matrix	10

- Die Spritze aus dem Autoinjektor entnehmen.

- Intensivreinigung
- Von Hand Spüllösung auf die Spritze aufziehen und sie langsam wieder abgeben. Den Vorgang wiederholen, bis alle sichtbaren Verunreinigungen entfernt sind.
 - Die Spritze wieder in den Autoinjektor einsetzen.
- Bei hartnäckigen, sichtbaren Verschmutzungen, die sich mit dem vorgenannten Verfahren nicht beseitigen lassen, kann eine intensive Reinigung der Spritze helfen.
- Kolben vorsichtig aus dem Glaskörper der Spritze herausziehen.
 - Glaskörper und Kolben mit einem geeigneten Lösungsmittel oder Reinstwasser spülen.
 - Glaskörper und Kolben sorgsam trocknen. Dafür beides zum Schluss mit einem leichtflüchtigen Lösungsmittel spülen oder mit Inertgas (Argon) ausblasen.
 - Wenn beide Komponenten sauber, trocken und frei von Partikeln sind, Kolben wieder einsetzen.



Hinweis

Durch Verunreinigungen, Partikel und Feuchtigkeit kann beim Zusammenbau die Teflondichtung des Kolbens beschädigt werden. Die Spritze wird undicht.

- Nadel verstopft
- Mit dem der Spritze beiliegenden Reinigungsdraht die Verstopfung herausdrücken.
 - Anschließend eine Intensivreinigung vornehmen.
- Hinweise zum Erhalt der Funktion der Spritze
- Beachten Sie folgende Hinweise, um die Funktionstüchtigkeit der Spritze zu erhalten. Nichtbeachtung kann die Spritze beschädigen und eine Leckage der Spritze verursachen.
- Lassen Sie die Spritze nicht unnötig ohne Flüssigkeit laufen (nur zum Ausrichten des Probengebers bzw. zum Einstellen des Autoinjektors). Das trockene Bewegen des Kolbens kann die Dichtung beschädigen.
 - Tauchen Sie die Spritze nicht in Lösungsmittel oder saure oder basische wässrige Lösungen ein.
 - Reinigen Sie die Spritze nicht im Ultraschallbad.

11 Störungsbeseitigung

Zur Fehleranalyse können Protokolldateien aufgezeichnet werden. Die Aufzeichnung der Protokolldateien sollte in Absprache mit dem Kundendienst der Analytik Jena erfolgen.

- Die Aufzeichnung der gerätespezifischen Protokolldateien multiWin_Comm.log und multiWin_Flow.log unter EXTRAS ▶ KONFIGURATION ▶ FEHLERANALYSE aktivieren. Die Aufzeichnung der Datei multiWin_Error.log ist immer aktiviert.
- Die Aufzeichnung der multiWin-spezifischen Protokolldatei multiWin_Exception.log unter EXTRAS ▶ KONFIGURATION ▶ FEHLERANALYSE aktivieren.
- Über den Menübefehl HILFE ▶ FEHLERANALYSE eine zip-Datei erzeugen, die dem Kundendienst zur Verfügung gestellt werden kann.



BEACHTEN

Können die Fehler nicht beseitigt werden, ist in jedem Fall der Kundendienst der Analytik Jena zu benachrichtigen. Dies gilt auch, wenn einzelne Fehler gehäuft auftreten. Zur Fehlerdiagnose ist die erzeugte zip-Datei per E-Mail an den Kundendienst der Analytik Jena zu senden.

11.1 Störungsbeseitigung nach Softwaremeldungen



BEACHTEN

Ungeeignete USB-Kabel oder unzulässige Verlängerungen verursachen häufig Probleme in der Kommunikation zwischen Steuermodul und PC. Verwenden Sie nur das von der Analytik Jena gelieferte USB-Kabel. Verlängerungen in der USB-Verbindung sind nicht zulässig!

Fehlermeldung									
1	Kommunikationsfehler! Keine Antwort von der Firmware!								
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Ursache</th> <th>Beseitigung</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Grundgerät nicht eingeschaltet</td> <td>▪ Grundgerät einschalten</td> </tr> <tr> <td>Grundgerät nicht mit PC verbunden</td> <td>▪ Verbindung Grundgerät – PC prüfen</td> </tr> <tr> <td>falsche Schnittstelle am PC ausgewählt</td> <td>▪ gesteckte Schnittstelle am PC prüfen ▪ ggf. andere Schnittstelle in multiWin auswählen über Menü EXTRAS ▶ SCHNITTSTELLE ▪ initialisieren</td> </tr> </tbody> </table>	Ursache	Beseitigung	Grundgerät nicht eingeschaltet	▪ Grundgerät einschalten	Grundgerät nicht mit PC verbunden	▪ Verbindung Grundgerät – PC prüfen	falsche Schnittstelle am PC ausgewählt	▪ gesteckte Schnittstelle am PC prüfen ▪ ggf. andere Schnittstelle in multiWin auswählen über Menü EXTRAS ▶ SCHNITTSTELLE ▪ initialisieren
Ursache	Beseitigung								
Grundgerät nicht eingeschaltet	▪ Grundgerät einschalten								
Grundgerät nicht mit PC verbunden	▪ Verbindung Grundgerät – PC prüfen								
falsche Schnittstelle am PC ausgewählt	▪ gesteckte Schnittstelle am PC prüfen ▪ ggf. andere Schnittstelle in multiWin auswählen über Menü EXTRAS ▶ SCHNITTSTELLE ▪ initialisieren								

2	Kommunikationsfehler! Serielle Schnittstelle nicht vorhanden!	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikationsprobleme	<ul style="list-style-type: none"> ▪ USB-Verbindung zwischen Grundgerät und PC trennen und nach ca. 10 s neu stecken ▪ initialisieren
3	Kommunikationsfehler! Serielle Schnittstelle nicht erreichbar!	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikationsprobleme	<ul style="list-style-type: none"> ▪ USB-Verbindung zwischen Grundgerät und PC trennen und nach ca. 10 s neu stecken ▪ initialisieren
7	Betriebssystemfehler: Nicht autorisierter Zugriff	
	Ursache	Beseitigung
	undefiniertes Beenden von multiWin	<ul style="list-style-type: none"> ▪ multiWin beenden ▪ USB-Kabel lösen und nach ca. 10 s neu stecken ▪ Neustart Betriebssystem (PC) ▪ Neustart Firmware (Grundgerät) ▪ Neustart multiWin
12	Signal-Echo empfangen, Schnittstellenauswahl überprüfen	
	Ursache	Beseitigung
	falsche Schnittstelle ausgewählt	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Schnittstellenauswahl prüfen
14	Datenübertragung unterbrochen	
	Ursache	Beseitigung
	kein Datentransfer seit 10 s	<ul style="list-style-type: none"> ▪ initialisieren
17	Falsche Schnittstellen Protokoll ID	
	Ursache	Beseitigung
	Fehler nach Update (Programmversionen Firmware – multiWin passen nicht zusammen)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Update notwendig
20	Timeout: InitEnd	
	Ursache	Beseitigung
	Zeitüberschreitung bei Initialisierung	<ul style="list-style-type: none"> ▪ initialisieren
21	Timeout: StatusBusy	
	Ursache	Beseitigung
	Zeitüberschreitung im Betrieb (Gerät nicht messbereit)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
22	Timeout: Ende	
	Ursache	Beseitigung
	Zeitüberschreitung beim Beenden von multiWin	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
23	Timeout: StopEnd	
	Ursache	Beseitigung
	Zeitüberschreitung bei Messabbruch	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren

50	Firmware-Reset	
	Ursache	Beseitigung
	interner Rechner (Firmware) ist neu gestartet	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
61	Befehl vom PC nicht vollständig	
62	Befehl vom PC ohne STX	
64	Befehl vom PC CRC-Fehler	
65	Befehl vom PC ungültiger Befehl	
66	Befehl vom PC ungültiger MESS-Befehl	
67	Befehl MTXT vom PC fehlt	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikationsfehler	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
130	CI-Detektor: keine Verbindung	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikation gestört, nachdem der Detektor beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
131	CI-Detektor: falscher Befehlsaufbau	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikation zum Chlormodul gestört	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ Chlormodul aus-/einschalten ▪ initialisieren
132	CI-Sensor: Indikationsfehler	
	Ursache	Beseitigung
	Indikatorwert nach Titrationsstart außer Bereich (Messstart nicht möglich)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ Initialisieren ▪ Endpunktroutine durchführen ▪ Status der Messzelle kontrollieren über SYSTEM ▶ KOMPONENTENTEST ▶ CHLOR
133	CI-Detektor: falsche Zelle	
	Ursache	Beseitigung
	keine Initialisierung nach Zellenwechsel	<ul style="list-style-type: none"> ▪ initialisieren
134	CI-Detektor: falscher Status	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren ▪ Status der Titrationszelle kontrollieren über Menüpunkt SYSTEM ▶ KOMPONENTENTEST Karte CHLOR
135	CI-Detektor: falsche Version	
	Ursache	Beseitigung
	Übertragungsfehler	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren ▪ Status der Titrationszelle kontrollieren über Menüpunkt SYSTEM ▶ KOMPONENTENTEST ▶ CHLOR

200	Gasbox: keine Verbindung	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
201	Gasbox: Fehler beim Setzen Sollfluss	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
202	Gasbox: Konvertierungsfehler 1	
203	Gasbox: Konvertierungsfehler 2	
204	Gasbox: Konvertierungsfehler 3	
205	Gasbox: Konvertierungsfehler 4	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
206	Gasdruckfehler	
	Ursache	Beseitigung
	Überdruck im Analysensystem durch blockierte Gaswege, z. B: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Verbrennungsrohr (Inlet Fritte) ▪ Filter in Auto-Protection-Baugruppe ▪ abgeklemmte Gasschläuche ▪ Verstopfung an Verbindern/Koppelstellen ▪ Gaseinleitung in Messzelle ▪ Adsorptionsrohr Siehe auch Benutzeranleitungen der Systemmodule.	WARNUNG! Bei einem Überdruck im System ist äußerste Vorsicht geboten! Schalten Sie niemals ein Gerät, das unter Überdruck steht, ab! <ul style="list-style-type: none"> ▪ keine Probe aufgeben ▪ multiWin nicht schließen ▪ Grundgerät und Module nicht ausschalten ▪ Gaszufuhr nicht abschalten ▪ Gerät über Chlormodul manuell belüften Manuelle Belüftung: WARNUNG! Konzentrierte Schwefelsäure! Tragen Sie Schutzkleidung. <ul style="list-style-type: none"> ▪ Schlauchverbindung zur Messzelle lösen. ▪ Gastransferleitung vom Schwefelsäuregefäß im Chlormodul lösen. Schwefelsäure entfernen. ▪ Gastransferleitung von Auto-Protection-Baugruppe lösen. Nach Abbau des Überdrucks: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Geräte abschalten, Gaszufuhr schließen. ▪ Ursache für Überdruck suchen und beseitigen.
220	Sampler: keine Verbindung	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikation gestört, nachdem Probengeber beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
222	Schiffchen zerbrochen	
	Ursache	Beseitigung
	Schiffchen beim Entfernen aus dem Verbrennungsrohr defekt (nur bei Verwendung von ABD)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ zerbrochenes Schiffchen aus dem System entfernen ▪ initialisieren

222	Sampler: falsche Spritzengröße	
	Ursache	Beseitigung
	keine Spritze eingesetzt	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Spritze in autoX 112 einsetzen
224	Sampler: falscher Greifer	
	Ursache	Beseitigung
	kein Greifer eingesetzt	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Greifer in autoX 112 einsetzen
225	Sampler: Position nicht erreicht	
	Ursache	Beseitigung
	autoX 36 – Sollposition wird nicht erreicht	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Probengeber auf mechanische Behinderung kontrollieren, ggf. Behinderung beseitigen ▪ Rack erneut aufsetzen ▪ initialisieren
226	Sampler: Laufzeit überschritten	
	Ursache	Beseitigung
	Meldung des Samplers autoX 112, dass Bewegung abgeschlossen, dauert zu lange (autoX 112 defekt)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Protokolldateien aufzeichnen ▪ Kundendienst benachrichtigen
230	ABD: keine Verbindung	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikation gestört, nachdem ABD beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
232	Fehler: Flammensensor	
	Ursache	Beseitigung
	Ableich Flammensensor fehlgeschlagen	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Protokolldateien aufzeichnen ▪ Kundendienst benachrichtigen
260	Sample Handling fehlt	
	Ursache	Beseitigung
	kein Probenaufgabemodul erkannt	<ul style="list-style-type: none"> ▪ mindestens ein Probenaufgabemodul anschließen (autoX, Autoinjektor, ABD, MBD) ▪ initialisieren
270	Autoinjektor: keine Verbindung	
	Ursache	Beseitigung
	keine Kommunikation mit Autoinjektor	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
271	Autoinjektor: Laufzeit überschritten	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kommunikation mit Autoinjektor gestört ▪ Fertigmeldung nach Dosierende nicht erhalten 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ Autoinjektor kontrollieren ▪ initialisieren

272	Autoinjektor: falsche Spritzengröße	
	Ursache	Beseitigung
	Dosiervolumen und Spritzengröße sind unterschiedlich	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosiervolumen und Spritzengröße abgleichen
273	Autoinjektor: Spritze nicht richtig aufgezo-	
	Ursache	Beseitigung
	Spritze nicht bis zum Anschlag aufgezo-	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Spritze vollständig aufziehen ▪ Spritze einsetzen
274	Autoinjektor: keine Verbindung	
	Ursache	Beseitigung
	Autoinjektorkupplung wurde nicht gefun-	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Anschluss prüfen ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
300	Temperaturcontroller: keine Verbindung	
	Ursache	Beseitigung
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
304	Temperaturcontroller: Kommunikationsfehler	
	Ursache	Beseitigung
	Temperatur lässt sich nicht setzen	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Meldung bestätigen ▪ initialisieren

11.2 Gerätefehler und analytische Probleme

11.2.1 Grundlegende Hinweise

Es können weitere Probleme auftreten, die nicht von der Systemüberwachung erfasst werden. Ein Messstart ist möglich. Erkannt werden solche Fehler meist an nicht plausibel erscheinenden Messergebnissen (analytische Probleme) bzw. sie sind gerätetechnisch deutlich sichtbar.

Führen die angegebenen Lösungsvorschläge nicht zum Erfolg, benachrichtigen Sie den Kundendienst der Analytik Jena.

11.2.2 Gerätefehler

Ofen heizt nicht	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Stecker Thermoelement nicht angeschlossen ▪ Temperatur in der Software falsch eingestellt ▪ keine Methode geladen ▪ Fehler in der Stromversorgung 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Stecker Thermoelement anschließen (4 in Abb. 5, S. 21) ▪ Temperatureinstellung in der Methode prüfen ▪ Methode laden ▪ Gerät einschalten, interne Sicherung prüfen ▪ Verbindung Grundgerät – PC prüfen
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fehler in der internen Elektronik 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kundendienst benachrichtigen

Ofentemperatur liegt außerhalb der Toleranzgrenzen bzw. Solltemperatur wird nicht erreicht	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Temperaturcontroller defekt ▪ Fehler in der Elektronik 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kundendienst benachrichtigen
Prozessgase (Eingangsfluss) liegen nicht an	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gasversorgung nicht angeschlossen ▪ Gasvordruck zu niedrig ▪ Gaszufuhr undicht ▪ keine Methode geladen ▪ Gasbox defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gasversorgung anschließen ▪ Gasvordruck an der Abnahmestelle auf 4 ... 6 bar einstellen ▪ Gaszufuhr prüfen ▪ Methode laden ▪ Kundendienst benachrichtigen
Sollfluss am Ausgang zum Detektormodul zu klein	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verbindung Schlauch – Winkeladapter – Verbrennungsrohr nicht korrekt ▪ pneumatische Dichtung in der Auto-Protection-Baugruppe dichtet Verbrennungsrohr nicht ab ▪ Septum am Eingang des Verbrennungsrohres sitzt falsch oder ist undicht ▪ Anschluss Transferleitung an der Auto-Protection-Baugruppe undicht ▪ im horizontalen Betriebsmodus Übergang Kupplungsrohr zum ABD undicht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verbindung prüfen und auf korrekten Sitz an den Verbindungsstellen achten ▪ Argon-Versorgung prüfen, pneumatische Dichtung über Kippschalter öffnen ▪ Lage des Septums prüfen, ggf. neues Septum einlegen ▪ Anschluss prüfen ▪ Dichtung des Kupplungsstückes kontrollieren Ausrichtung Verbrennungsrohr – Kupplung – ABD prüfen, Verbindung handfest anziehen
Gasaustritt aus der pneumatischen Dichtung (hörbares Zischen)	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verschraubung des Gasanschlusses für Schlauch 8 locker ▪ pneumatische Dichtung defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verschraubung und Kontermutter festziehen ▪ pneumatische Dichtung austauschen (→ Kapitel 10.4.3, S. 96)
Auto-Protection-Baugruppe heizt nicht	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Baugruppe nicht angeschlossen ▪ Heizung oder Temperaturcontroller defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Stecker anschließen (3 in Abb. 6, S. 21) ▪ Kundendienst verständigen
Autoinjektor wird nicht erkannt	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Autoinjektor und autoX 112 gleichzeitig angeschaltet 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Probengeber autoX 112 ausschalten

11.2.3 Analytische Probleme

Verbrennung an der Kanüle

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Argon- und Sauerstoffanschluss am Multi-Purpose Verbrennungsrohr vertauscht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gase richtig anschließen (1-2 in Abb. 10, S. 23)

Minderbefunde unabhängig von der Detektion

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierfehler ▪ System nicht dicht ▪ Temperatur zu niedrig eingestellt ▪ Falsche oder ungeeignete Kalibrierung ▪ Probenverlust bei bzw. vor der Probenezufuhr durch Verdampfen oder Verschütten ▪ Nachverbrennungszeit nicht ausreichend 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierung prüfen ▪ Systemdichtheit kontrollieren (→ Kapitel 10.4.2, S. 93) ▪ Temperatureinstellungen in der Methode prüfen ▪ Kalibrierung prüfen, ggf. wiederholen ▪ Flüssigproben verschließen Samplerroutine bei Feststoffproben prüfen ▪ Insbesondere bei Feststoffen eine Nachverbrennungszeit von 120 s in der Methode einstellen
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verrußung im System 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verrußte Teile reinigen oder austauschen

Verschleppungen

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ ungenügende Spülung der Probenaufgabekomponenten ▪ Verbrennungsrohr bei EOX-Bestimmungen nicht ausreichend gespült ▪ Kontamination im Injektionsport des Verbrennungsrohrs oder in der Schleuse des ABD 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierspritzen vor der Probenaufnahme spülen ▪ Verbrennungsrohr mit sauberem Lösungsmittel spülen, d. h. Blankmessungen bis zur Wertekonstanz ▪ Septum wechseln, Schleuse reinigen

streuende Messwerte

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierung fehlerhaft ▪ Verbrennungsrohr kontaminiert oder stark auskristallisiert 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierung prüfen ▪ Verbrennungsrohr reinigen oder austauschen

12 Transport und Lagerung

Beachten Sie die Sicherheitshinweise in Kapitel "Sicherheitshinweise Transport und Inbetriebnahme" S. 10. Transportieren Sie das Grundgerät und das Chlormodul besonders vorsichtig, um Schäden durch Stöße, Erschütterungen oder Vibrationen zu vermeiden.

Verpacken Sie das Grundgerät und seine Systemkomponenten (z. B. Elektroden) stets in der Originalverpackung. Verpacken Sie alle Glasteile einzeln und bruchstabil.



WARNUNG

Konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen! Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt!

12.1 Gerät für Transport vorbereiten (Standardvariante)

1. Die Steuersoftware multiWin beenden und den Analysator abkühlen lassen.
2. Das Grundgerät und das Chlormodul am jeweiligen Geräteschalter ausschalten.
3. Die Gasversorgung abstellen.
4. Die Netzstecker aus den Netzsteckdosen ziehen.
5. Alle Verbindungen an der Rückseite des Grundgerätes und an der Rückseite des Chlormoduls lösen:
 - Gasanschlüsse
 - Serielle Verbindungskabel
 - Netzkabel
 - Abluftschlauch

Im Grundgerät

1. Am Schwefelsäuregefäß (vertikal) die Schlauchverbindung zur Messzelle sowie die Verbindung zum Verbrennungsrohr (Gabelklemmen) lösen.
2. Das Schwefelsäuregefäß entleeren und ausspülen. Die Auffangwanne vom Verbrennungssofen abnehmen.
3. Das Verbrennungsrohr und die Sauerstoffschleuse aus dem Verbrennungssofen entnehmen.
4. Den Verbrennungssofen ausbauen (→ "Verbrennungssofen ausbauen" S. 117).
5. Im Grundgerät alle Schläuche entfernen bzw. die Schlauchenden in Tütchen verpacken und sie mit Klebeband im Gerät fixieren.
6. Die obere Abdeckung des Grundgerätes sowie die Wartungsklappen an der rechten Geräteseite mit Klebeband sichern.

Im Chlormodul

1. Die Kombielektrode aus der Messzelle entnehmen. Dabei die Schlauchverbindung und den elektrischen Anschluss lösen. Die Elektrode in der Originalverpackung verpacken.
2. Den elektrischen Anschluss der Messzelle lösen. Die Messzelle aus dem Chlormodul entnehmen und ausspülen.
3. Das Adsorptionsrohr ausbauen.
4. Das Aufbewahrungsgefäß für die Kombielektrode aus der Halterung an der Tür des Chlormoduls entfernen.
5. Den Abzugsschlauch des Chlormoduls mit Klebeband fixieren.

12.2 Gerät für Transport vorbereiten (Optionale Varianten)



BEACHTEN

Schalten Sie das Grundgerät erst aus, nachdem Sie die Schwefelsäure entfernt haben bzw. nachdem das Gerät abgekühlt ist. Wenn beim Abkühlen Unterdruck entsteht, kann Schwefelsäure in die Gastransferleitung gelangen. Solange das Grundgerät angeschaltet ist, verhindert der Argon-Sicherheitsbypass an der Auto-Protection-Baugruppe, dass dies geschieht.

Wird der multi X 2500 optional mit dem Multi-Purpose Verbrennungsrohr betrieben, bereiten Sie die Geräte wie folgt für den Transport vor:

1. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin beenden.
2. Im Chlormodul die Gastransferleitung vom Schwefelsäuregefäß trennen und die Schwefelsäure entfernen (→ "Schwefelsäure wechseln und Schwefelsäuregefäß im Chlormodul reinigen" S. 101).

WARNUNG! Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen. Auch am Schliff des Schwefelsäuregefäßes und am Schlauch, der in das Schwefelsäuregefäß eintaucht, können sich noch Säurereste befinden.

VORSICHT! Verbrennungsgefahr an den Enden der beheizten Gastransferleitung! Die Enden können im Betrieb über 100 °C heiß werden.

3. Nach dem Abkühlen den Analysator und das Chlormodul am Netzschalter ausschalten. Die Netzstecker aus den Netzsteckdosen ziehen.
4. Die Gasversorgung abstellen.
5. Alle Verbindungen an der Rückseite des Grundgerätes und an der Rückseite des Chlormoduls lösen:
 - Gasanschlüsse
 - serielle Verbindungskabel
 - Netzkabel
 - Abluftschlauch

Im Grundgerät

1. Nachdem das Gerät abgekühlt ist, alle Schlauchverbindungen lösen.
VORSICHT! Am heißen Verbrennungssofen besteht Verbrennungsgefahr!
2. Das Verbrennungsrohr entnehmen.
3. Die Gastransferleitung aus den Anschlüssen lösen und entnehmen.
4. Die Auto-Protection-Baugruppe ausbauen.
5. Den Verbrennungssofen ausbauen (→ "Verbrennungssofen ausbauen" S. 117).
6. Alle Schläuche lösen bzw. die Schlauchenden in Tütchen verpacken und mit Klebeband im Grundgerät fixieren.
7. Die obere Abdeckung des Grundgerätes sowie die Wartungsklappen an der rechten Geräteseite mit Klebeband sichern.

Im Chlormodul

1. Die Schlauchverbindung vom Schwefelsäuregefäß zur Messzelle lösen. Den Sicherheitsaufsatz abnehmen. Das leere Schwefelsäuregefäß entnehmen und spülen.
2. Die elektrischen Anschlüsse der Elektroden lösen. Alle Elektroden in der Originalverpackung verpacken. Dabei die Hinweise zu Wartung und Pflege der Elektroden beachten (→ "Elektroden reinigen und aufbewahren" S. 104).
3. Die Messzelle entfernen und ausspülen.
WARNUNG! Die Elektrolytlösung der Messzelle "high sensitive" enthält konzentrierte Essigsäure. Gehen Sie beim Leeren der Messzelle vorsichtig um!
4. Den Abzugsschlauch mit Klebeband am Chlormodul fixieren.

12.3 Verbrennungssofen aus- und einbauen

12.3.1 Verbrennungssofen ausbauen



WARNUNG

Gefahr des elektrischen Schlags! Vor dem Ausbau des Verbrennungssofens den multi X 2500 am Netzschalter ausschalten und den Netzstecker aus der Steckdose ziehen!

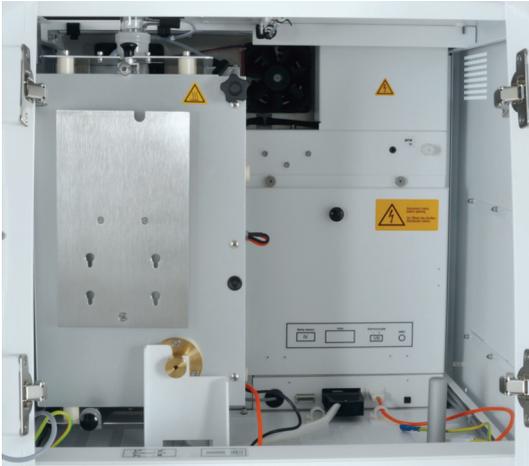


VORSICHT

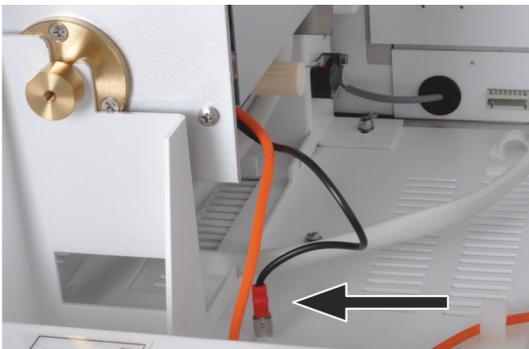
Am Verbrennungssofen besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau des Verbrennungssofens nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen!

1. Die Software multiWin beenden. Das Grundgerät abkühlen lassen.
2. Den multi X 2500 und das Chlormodul am Netzschalter ausschalten und die Netzstecker aus der Steckdose ziehen. Die Gasversorgung abstellen.
3. Die Obere Abdeckung entfernen. Die Fronttüren öffnen und aushängen.

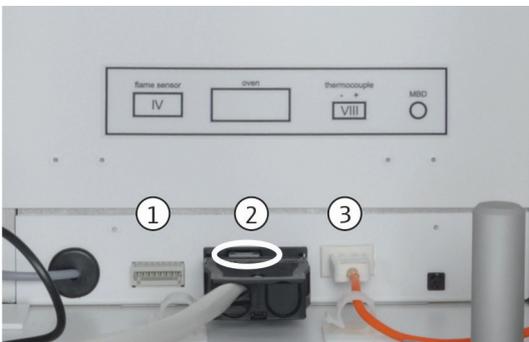
4. Das Verbrennungsrohr ausbauen (→ "Offenes Verbrennungsrohr ausbauen und reinigen" S. 88 bzw. "Multi-Purpose Verbrennungsrohr ausbauen und reinigen" S. 100).



5. Den Verbrennungssofen in die vertikale Lage kippen, um an die Schnittstellen im Geräteinnenraum zu gelangen.



6. Den Schutzleiter des Verbrennungssofens vom Anschluss an der Bodenplatte lösen.



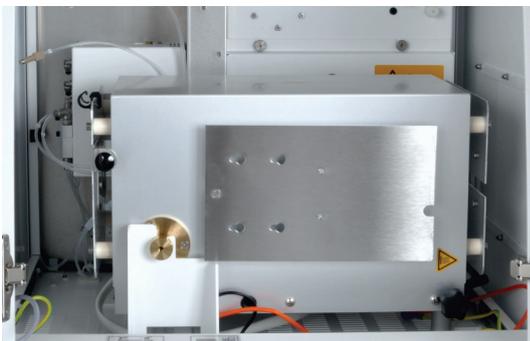
7. Die Steckverbinder aus den Steckplätzen lösen:

- Steckverbinder des Flammensensors (1)
- Steckverbinder des Verbrennungssofens (2)
- Steckverbinder des Thermoelements (3)

Dafür den grauen Hebel am Steckverbinder des Ofens (2) leicht anheben (siehe Kreis).



8. Den Verbrennungsofen in die horizontale Lage kippen.
9. Ggf. die Auto-Protection-Baugruppe vom Verbrennungsofen abbauen (→ "Auto-Protection-Baugruppe warten" S. 96).



10. Den Verbrennungsofen vorsichtig aus der Kippvorrichtung im multi X 2500 herausheben.
11. Die Fronttüren wieder einhängen.

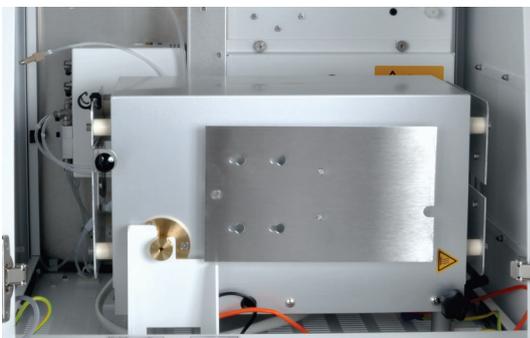
12.3.2 Verbrennungsofen einbauen



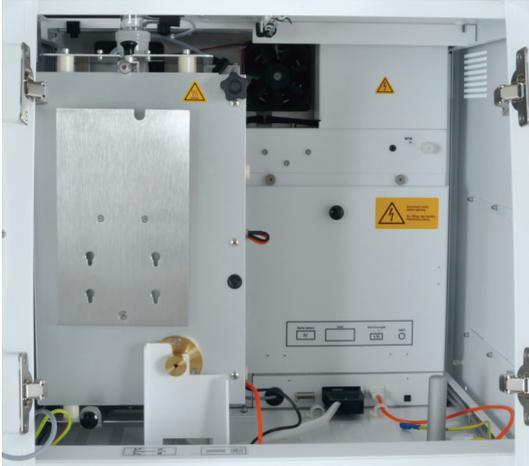
WARNUNG

Gefahr des elektrischen Schlags! Vor dem Einbau des Verbrennungsofens den multi X 2500 am Netzschalter ausschalten und den Netzstecker aus der Steckdose ziehen!

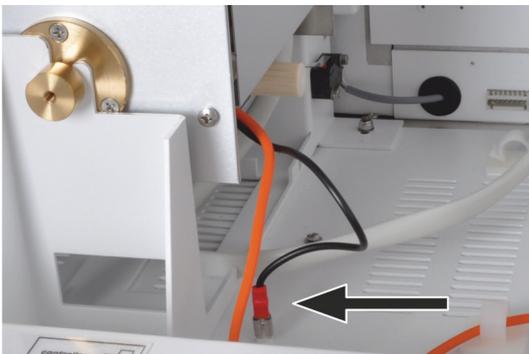
1. Sicherstellen, dass der multi X 2500 nicht am Netz angeschlossen ist.
2. Die obere Abdeckung entfernen. Die Türen des multi X 2500 öffnen und aushängen.



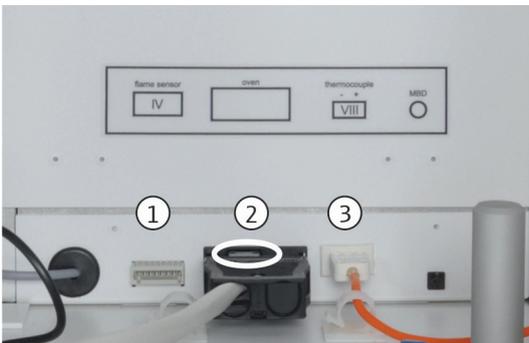
3. Den Verbrennungsofen horizontal in den multi X 2500 einsetzen.



4. Den Verbrennungsofen in die vertikale Lage kippen, um an die Schnittstellen im Geräteinnenraum zu gelangen.

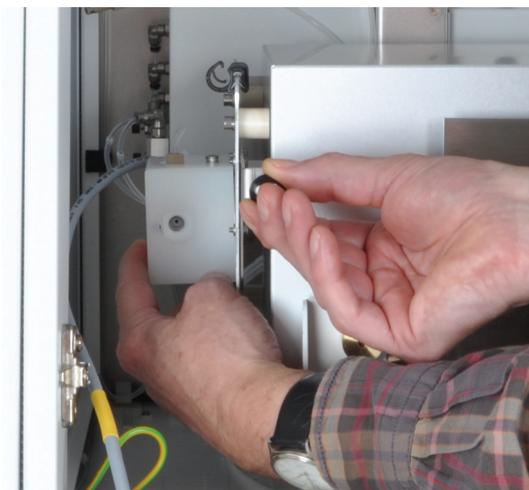


5. Den Schutzleiter des Verbrennungsofens auf den Anschluss an der Bodenplatte stecken.



6. Die Steckverbinder in die Steckplätzen stecken:
- Steckverbinder des Flammensensors (1)
 - Steckverbinder des Verbrennungsofens (2)
 - Steckverbinder des Thermoelements (3)

Die Kabel von Flammensensor und Thermoelement in die Schlauchschellen legen.



7. Den Verbrennungsofen in die horizontale Lage kippen.
8. Ggf. die Auto-Protection-Baugruppe einbauen (→ "Auto-Protection-Baugruppe einbauen" S. 65).

9. Das Verbrennungsrohr einbauen (→ "Offenes Verbrennungsrohr einsetzen" S. 55 bzw. "Multi-Purpose Verbrennungsrohr einsetzen" S. 67).

10. Obere Abdeckung auflegen und die beiden Fronttüren wieder einhängen. Die Fronttüren schließen.

- ✓ Der Verbrennungssofen ist damit komplett eingebaut.

12.4 Umgebungsbedingung für Transport und Lagerung



BEACHTEN

Umwelteinflüsse und Kondenswasserbildung können zur Zerstörung einzelner Komponenten des multi X 2500 führen!

Eine Lagerung des multi X 2500 ist nur in klimatisierten Räumen zulässig. Die Atmosphäre sollte halogen- und kohlenwasserstofffrei, staubarm und frei von ätzenden Dämpfen sein.

Wird der multi X 2500 nicht sofort nach Lieferung aufgestellt oder wird er für eine längere Zeit nicht benötigt, sind die einzelnen Module in den Originalverpackungen zu lagern. In die Verpackungen bzw. in die Geräte ist ein geeignetes Trockenmittel einzubringen, um Schäden durch Feuchtigkeit zu vermeiden.

Für Temperatur und Luftfeuchte während der Lagerung siehe "Technische Daten" S. 123.

13 Entsorgung

Schwefelsäure	Das verbrauchte Trockenmittel wird zunächst vorsichtig mit Wasser verdünnt und anschließend mit Natronlauge neutralisiert. Die entsprechenden Gefahrenhinweise und Sicherheitshinweise sind zu beachten! Die neutralisierten Abfälle müssen gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung zugeführt werden.
Elektrolytlösung	Die Elektrolytlösung wird vorsichtig neutralisiert und als Silbersalzrückstand in Gefäßen gesammelt. Diese sollten gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung bzw. Wiederverwendung zugeführt werden.
Adsorptionsmittel	Die zur Adsorption von Essigsäuredämpfen eingesetzte Aktivkohle sollte entsprechend den gesetzlichen Vorschriften entsorgt werden.
Elektroden	Die in den Elektroden eingesetzten Metalle (Platin, Silber) dürfen nicht in die Kanalisation, in Oberflächenwasser oder in das Grundwasser sowie nicht in das Erdreich gelangen. Entsorgen Sie die Elektroden nach den geltenden Bestimmungen als Sondermüll.
Analysator	Der multi X 2500 mit seinen elektronischen Komponenten ist nach Ablauf der Lebensdauer nach den geltenden gesetzlichen Bestimmungen als Elektronikschrott zu entsorgen.

14 Spezifikation

14.1 Technische Daten

Allgemeine Kenndaten	Bezeichnung/Typ	Analysator multi X 2500
	Abmessungen Grundgerät (B x H x T)	ca. 510 x 470 x 560 mm
	Abmessungen Chlormodul (B x H x T)	ca. 300 x 470 x 560 mm
	Masse Grundgerät	ca. 25 kg
	Masse Chlormodul	ca. 12 kg
Verfahrensdaten	Aufschlussprinzip	Oxidative Verbrennung
	Aufschlussstemperatur	700 ... 1100 °C
	Messgastrocknung	konzentrierte Schwefelsäure
	Detektionsprinzip	microcoulometrische Endpunkttitration (Argentometrie)
	Arbeitsbereiche Weitbereichscoulometer	3
	Temperierung der Messzelle	integrierte Kühlung
	Rührung Messzelle	integrierter Magnetrührer, Drehzahl fest
Messverfahren	vertikal	AOX
	horizontal (optional)	AOX, EOX, TX
	vertikal (optional)	EOX, POX, TOC
Probenzuführung vertikal	AOX	Direkter Einwurf der beladenen Aktivkohle im Quarzcontainer oder Ausstoßen der beladenen Aktivkohle aus dem Container in offenes Verbrennungsrohr
	EOX	Direktinjektion des Extrakts in das Multi-Purpose Verbrennungsrohr über Injektionsport mit Septum
	POX	Austreiben und Überführen im Trägergasstrom über Spezialschleuse für offenes Verbrennungsrohr
	TOC	Direktinjektion der wässrigen Proben in das TOC-Verbrennungsrohr über Injektionsport mit Septum
Probenzuführung horizontal	AOX	Überführung der beladenen Aktivkohle mit oder ohne Quarzcontainer im Quarzglasschiffchen in das Multi-Purpose Verbrennungsrohr
	EOX	Injektion Extrakt über Injektionsport mit Septum oder Überführung der Flüssigproben mit ABD in das Multi-Purpose Verbrennungsrohr
	TX	Direkte Überführung von Feststoffproben im Quarzglasschiffchen in das Multi-Purpose Verbrennungsrohr
Messzelle "high sensitive"	Messmodus	Potentiometrie
	Messbereich	0,01 ... 10 µg Cl
	Generatorstrom	100 µA
	Elektrolytvolumen	65 ml

Messzelle "sensitive"	Messmodus	Biamperometrie
	Messbereich	1 ... 100 µg Cl
	Generatorstrom	1 mA
	Elektrolytvolumen	20 ml
Messzelle "high concentration"	Messmodus	Biamperometrie
	Messbereich	10 ... 1000 µg Cl
	Generatorstrom	10 mA
	Elektrolytvolumen	120 ml
Gasversorgung	Option 1	Sauerstoff, 4.5 (oder besser)
	Für reine AOX-Systeme und kombinierte AOX/TOC-Systeme:	
Option 2	Synthetische Luft (aus Druckgasflasche) Kohlenwasserstofffrei, CO ₂ -frei	
	Option 3	Gereinigte Druckluft (über TOC-Gasgenerator) CO ₂ < 1 ppm, Kohlenwasserstoffe (als CH ₄) < 0,5 ppm Vordruck: 4 ... 6 bar Gasverbrauch (parameterabhängig): Vertikaler Betriebsmodus max. 42 l/h Horizontaler Betriebsmodus max. 24 l/h
Argon	für AOX horizontal, EOX, POX, TX (wird nicht für AOX vertikal benötigt) 4.6 (Halogen- und Kohlenwasserstoff frei) Vordruck: 4 ... 6 bar Gasverbrauch (parameterabhängig): Vertikaler Betriebsmodus max. 15 l/h Horizontaler Betriebsmodus max. 10 l/h	
Elektrische Kenngrößen	Spannungsversorgung	110 ... 240 V AC, 50/60 Hz
	Absicherung Grundgerät	T 10 A H (2x)
	Absicherung Chlormodul	T 4,0 A H (2x)
	Nur Originalsicherungen der Analytik Jena verwenden!	
	mittlere typische Leistungsaufnahme Grundgerät	1000 VA
	mittlere typische Leistungsaufnahme Cl-Modul	100 VA
	Schnittstelle zum PC	USB
Umgebungsbedingungen Betrieb	Temperatur	20 ... 35 °C
	Luftfeuchte	max. 90 % bei 30 °C
	Luftdruck	0,7 bar bis 1,06 bar
	max. zulässige Einsatzhöhe	2000 m
Umgebungsbedingungen Lagerung	Temperatur	15 ... 55 °C
	Luftfeuchte	10 ... 30 % (Trockenmittel verwenden)

14.2 Richtlinien und Normen

Schutzklasse und Schutzart	<p>Der Analysator hat die Schutzklasse I.</p> <p>Das Gehäuse hat die Schutzart IP 20.</p>
Gerätesicherheit	<p>Der Analysator erfüllt die Sicherheitsnormen</p> <ul style="list-style-type: none">▪ EN 61010-1▪ EN 61010-2-081▪ EN 61010-2-010▪ EN 61010-2-51
EMV-Verträglichkeit	<p>Der Analysator ist auf Störaussendung und Störfestigkeit geprüft.</p> <p>Er erfüllt die Anforderung an Störaussendung nach</p> <ul style="list-style-type: none">▪ EN 61326-1 (EN 55011 Gruppe 1, Klasse B) <p>Er erfüllt die Anforderungen an Störfestigkeit nach</p> <ul style="list-style-type: none">▪ EN 61326-1 (Anforderungen für Gebrauch in grundlegender EMV-Umgebung)
Umweltverträglichkeit	<p>Der Analysator ist auf Umweltverträglichkeit geprüft und erfüllt die Anforderungen nach</p> <ul style="list-style-type: none">▪ ISO 9022-3▪ ISO 9022-2
EU-Richtlinien	<p>Der Analysator wird nach Normen gebaut und geprüft, die die Anforderungen der EU-Richtlinien 2014/35/EU sowie 2014/30/EU einhalten. Das Gerät verlässt das Werk in sicherheitstechnisch einwandfreiem Zustand. Um diesen Zustand zu erhalten und einen gefahrlosen Betrieb sicherzustellen, muss der Anwender die Sicherheitshinweise und Arbeitshinweise beachten, die in dieser Betriebsanleitung enthalten sind. Für mitgeliefertes Zubehör und Systemkomponenten anderer Hersteller sind deren Bedienungsanleitungen maßgebend.</p>
Richtlinien für China	<p>Das Gerät enthält reglementierte Substanzen (nach Richtlinie "Management Methods for the Restriction of the Use of Hazardous Substances in Electrical and Electronic Products"). Analytik Jena garantiert, dass diese Stoffe bei bestimmungsgemäßer Verwendung in den nächsten 25 Jahren nicht austreten und damit innerhalb dieser Periode keine Gefahr für Umwelt und Gesundheit darstellen.</p>