

Bedienungsanleitung

multi N/C 3100 (duo, pharma)
TOC/TNb-Analysatoren



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

Technischer Service Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena / Deutschland
Telefon: +49 3641 77 7407
Fax: +49 3641 77 9279
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 11-0111-002-23

Ausgabe F (04/2023)

Technische Dokumentation Analytik Jena GmbH+Co. KG

© Copyright 2023, Analytik Jena GmbH+Co. KG

Inhaltsverzeichnis

1	Grundlegende Informationen.....	7
1.1	Über diese Bedienungsanleitung.....	7
1.2	Einsatzgebiete des Analysators.....	8
1.3	Bestimmungsgemäße Verwendung.....	9
2	Sicherheit.....	10
2.1	Sicherheitskennzeichnung am Gerät.....	10
2.2	Anforderungen an das Bedienpersonal.....	11
2.3	Sicherheitshinweise Transport und Inbetriebnahme.....	11
2.4	Sicherheitshinweise im Betrieb.....	12
2.4.1	Allgemeine Sicherheitshinweise.....	12
2.4.2	Sicherheitshinweise Explosionsschutz, Brandschutz.....	12
2.4.3	Sicherheitskennzeichnung Elektrik.....	13
2.4.4	Sicherheitshinweise für den Betrieb von Druckgasbehältern und Druckgasanlagen.....	13
2.4.5	Umgang mit Hilfs- und Betriebsstoffen.....	14
2.4.6	Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur.....	14
2.5	Verhalten im Notfall.....	15
3	Funktion und Aufbau.....	16
3.1	Aufbau.....	16
3.1.1	Probenaufgabesystem.....	17
3.1.2	Schlauchsystem.....	18
3.1.3	Verbrennungssystem.....	20
3.1.4	Messgastrocknung und -reinigung.....	21
3.1.5	Detektion.....	24
3.1.6	Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse.....	25
3.1.7	Zubehöerteile.....	26
3.2	Erweiterungsmöglichkeiten für den Analysator.....	27
3.3	Funktion und Messprinzip.....	27
3.4	Messverfahren.....	29
3.4.1	TC-Analyse.....	29
3.4.2	TOC-Analyse.....	29
3.4.3	TIC-Analyse.....	29
3.4.4	NPOC-Analyse.....	30
3.4.5	DOC-Analyse.....	30
3.4.6	POC-Analyse.....	30
3.4.7	TN _b -Analyse.....	31
3.5	Katalysatoren.....	31
3.6	Kalibrierung.....	31
3.6.1	Kalibrierstrategien.....	31
3.6.2	Tagesfaktor.....	32
3.6.3	Kalibrierverfahren.....	32
3.6.4	Verfahrenskenndaten.....	34
3.6.5	Weitere Berechnungen.....	34
3.7	Blindwerte.....	35
3.7.1	Wasserblindwerte.....	35
3.7.2	Eluatblindwert.....	36
3.7.3	Schiffchenblindwert.....	36

3.8	Systemeignungstest.....	37
4	Installation und Inbetriebnahme	38
4.1	Aufstellbedingungen	38
4.1.1	Umgebungsbedingungen	38
4.1.2	Gerätelayout und Platzbedarf	38
4.1.3	Energieversorgung.....	40
4.1.4	Gasversorgung	40
4.2	Gerät auspacken und aufstellen	40
4.2.1	Analysator aufstellen und in Betrieb nehmen	41
4.3	Zubehöre anschließen	44
4.3.1	Probengeber AS 10e und AS 21hp.....	44
4.3.2	Probengeber AS vario	51
4.3.3	EPA Sampler	57
4.3.4	POC-Modul.....	62
4.3.5	Chemolumineszenzdetektor (CLD).....	67
4.3.6	Externes Feststoffmodul	69
5	Bedienung.....	71
5.1	Allgemeine Hinweise.....	71
5.2	Analysator einschalten	72
5.3	Analysator ausschalten	73
5.4	Kalibrierung durchführen.....	74
5.4.1	Kalibrierung vorbereiten und starten	74
5.4.2	Anzeige der Kalibrierergebnisse	76
5.4.3	Kalibrierung bearbeiten.....	77
5.4.4	Kalibrierung mit Methode verknüpfen	78
5.4.5	Kalibrierdaten verwalten.....	80
5.5	Messung durchführen	80
5.5.1	Messung mit manueller Probenaufgabe.....	80
5.5.2	Messung mit Probengeber.....	81
5.6	Verdünnung	83
5.6.1	Automatische Verdünnung TC.....	83
5.6.2	Intelligente Verdünnung TN	85
6	Wartung und Pflege	88
6.1	Wartungsübersicht	88
6.2	Justieren und Einstellen	89
6.2.1	Allgemeine Hinweise zur Justage des Probengebers.....	89
6.2.2	Probengeber AS vario justieren	89
6.2.3	EPA Sampler justieren	91
6.2.4	Probengeber justieren	94
6.2.5	NPOC-Ausblasfluss einstellen	96
6.3	Spritzenpumpe warten	98
6.4	Pumpschlauch wechseln	99
6.5	Schlauchverbindungen wechseln.....	100
6.6	Systemdichtheit prüfen	102
6.7	Katalysator wechseln.....	102
6.7.1	Verbrennungsrohr ausbauen	103
6.7.2	Verbrennungsrohr füllen.....	104
6.7.3	Verbrennungsrohr einbauen.....	106

6.8	Verbrennungsofen aus- und einbauen.....	108
6.8.1	Verbrennungsofen ausbauen.....	108
6.8.2	Verbrennungsofen einbauen	109
6.9	TIC-Kondensatgefäß reinigen	110
6.10	Kondensationsschlange warten.....	111
6.11	Wasserfallen ersetzen	113
6.12	Halogenfalle ersetzen.....	116
6.13	POC-Modul warten.....	118
6.14	Chemolumineszenzdetektor (CLD) warten	118
7	Störungsbeseitigung.....	120
7.1	Fehlermeldungen der Software	121
7.2	Statusfehler.....	126
7.3	Gerätefehler	128
8	Transport und Lagerung.....	132
8.1	Transport.....	132
8.1.1	Analysator zum Transport vorbereiten.....	132
8.1.2	Probengeber AS vario zum Transport vorbereiten	134
8.1.3	Gerät im Labor umsetzen.....	135
8.2	Lagerung	135
9	Entsorgung	136
10	Spezifikationen	137
10.1	Technische Daten	137
10.2	Normen und Richtlinien	139

1 Grundlegende Informationen

1.1 Über diese Bedienungsanleitung

Inhalt

Die Bedienungsanleitung beschreibt das bzw. die folgenden Gerätemodelle:

- multi N/C 3100
- multi N/C 3100 duo
- multi N/C 3100 pharma

Im weiteren Text werden diese Modelle zusammenfassend als multi N/C 3100 bezeichnet. Unterschiede werden an entsprechender Stelle erläutert.

Das Gerät ist für den Betrieb durch qualifiziertes Fachpersonal unter Beachtung dieser Bedienungsanleitung vorgesehen.

Die Bedienungsanleitung informiert über Aufbau und Funktion des Gerätes und vermittelt dem Bedienpersonal die notwendigen Kenntnisse zur sicheren Handhabung des Gerätes und seiner Komponenten. Die Bedienungsanleitung gibt weiterhin Hinweise zur Wartung und Pflege des Gerätes sowie Hinweise auf mögliche Ursachen von Störungen und deren Beseitigung.

Das modulare Messsystem multi N/C 3100 duo erlaubt die automatisierte Analyse von flüssigen und festen Proben. Aufbau, Installation und Bedienung des modularen Messsystems ist in der Benutzeranleitung des Feststoffmoduls HT 1300 beschrieben. Beachten Sie insbesondere die Hinweise, die dort für das Umschalten zwischen Flüssig- und Feststoffbetrieb gegeben sind.

Das Modell multi N/C 3100 pharma ist ein Spezialmodell für die pharmazeutische Industrie. Für das pharma-Modell werden keine Feststoffmodule und kein ChD Detektor angeboten.

Konventionen

Handlungsanweisungen mit zeitlicher Abfolge sind 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 fett ausgezeichnet (z.B. Menü **System**).
- Menüpunkte sind durch senkrechte Striche getrennt (z.B. **System | Device**).

Verwendete Symbole und Signalwörter

In der Bedienungsanleitung 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.



HINWEIS

Gibt Hinweise zu möglichen Sach- und Umweltschäden

1.2 Einsatzgebiete des Analysators

- multi N/C 3100 pharma: Spezialmodell für den Einsatz in Pharmazie, Medizin, Biotechnologie

Dieses Modell wurde speziell für die TOC- und die TN_b -Bestimmung von Reinstwasser entwickelt. Es eignet sich beispielsweise für den Einsatz in der Reinigungsvalidierung sowie für die Analyse von Wasser für Injektionszwecke. Auch extrahierbare organische Verbindungen in pharmazeutischen Plastikverpackungen können summarisch untersucht werden. Die Steuer- und Auswertesoftware sorgt für vollständige Datenintegrität und ist konform zu den Pharmarichtlinien 21 CFR Part 11 und EudraLex Volume 4 Annex 11.

- Einsatz in der Wasseraufbereitung

Das Gerät ist sowohl in der Trinkwasser- als auch in der Abwasseranalytik bei kommunalen und industriellen Aufbereitungsanlagen einsetzbar. Auch komplexe, partikelhaltige und salzbelastete Wässer können sicher analysiert werden.

- Einsatz in der Umweltüberwachung

Oberflächenwässer wie Meerwasser haben häufig kleine TOC-Gehalte neben hohen TIC-Konzentrationen und hoher Salzbelastung. Diese schwierigen Proben können dank spezieller Analysenmodi (NPOC plus) untersucht werden.

- Einsatz in Kraftwerken und Laboren

Mit seinem dynamischen Messbereich erlaubt der Analysator die TOC-Bestimmung in Kraftwerken und bei der industriellen Dampferzeugung.

- Untersuchung von Abfällen und Bodenproben

Die Kohlenstoffbestimmung (TC/TOC-Bestimmung) in festen Proben ist durch die Erweiterung mit einem Feststoffmodul möglich. Außerdem können Eluate analysiert werden. In diesen und anderen flüssigen Proben können simultan TC und TN_b bestimmt werden.

- Einsatz in Forschung und Lehre

Aufgrund der vielen Konfigurationsmöglichkeiten eignet sich Analysator für Forschung und Lehre. In Verbindung mit dem Feststoffmodul kann der TC und TOC in Feststoffen bestimmt werden.

1.3 Bestimmungsgemäße Verwendung

Das Gerät und seine Komponenten dürfen nur zu den in der Benutzeranleitung beschriebenen Analysen verwendet werden. Nur diese Verwendung gilt als bestimmungsgemäß und gewährleistet die Sicherheit von Anwender und Gerät.

Der Analysator darf nur zur Bestimmung des gesamten Kohlenstoffgehaltes sowie des Gehaltes an organisch und anorganisch gebundenen Kohlenstoffs in wässrigen Proben verwendet werden.

Der Analysator eignet sich insbesondere für die Bestimmung der genannten Parameter in Trinkwasser, Grundwasser, Oberflächenwasser, Reinstwasser und Wasser für pharmazeutische Zwecke.

Bei Ausstattung mit einem Stickstoffdetektor kann mit dem Analysator der Stickstoffgehalt in wässrigen Proben untersucht werden.

In Verbindung mit einem optionalen Feststoffmodul kann der Gesamtkohlenstoffgehalt in Feststoffen bestimmt werden.

Mit dem Analysator dürfen keine brennbaren Flüssigkeiten oder Substanzen analysiert werden, die explosionsfähige Gemische bilden können. Mit dem Analysator keine konzentrierten Säuren analysieren!

Das Gerät darf nur mit folgenden Trägergasen betrieben werden: Sauerstoff, synthetische Luft oder aufgereinigte Druckluft.

2 Sicherheit

Lesen Sie dieses Kapitel zu Ihrer eigenen Sicherheit vor Inbetriebnahme und zum störungsfreien und sicheren Betrieb des Gerätes sorgsam durch.

Befolgen Sie alle Sicherheitshinweise, die in der Benutzeranleitung aufgeführt sind sowie alle Meldungen und Hinweise, die von der Steuer- und Auswertesoftware auf dem Bildschirm angezeigt werden.

2.1 Sicherheitskennzeichnung am Gerät

Am Gerät sind Warn- und Gebotszeichen angebracht, deren Bedeutung unbedingt zu beachten ist.

Beschädigte oder fehlende Warn- und Gebotszeichen können zu Fehlhandlungen mit Personen- und Sachschäden führen. Die Zeichen dürfen nicht entfernt werden. Beschädigte Warn- und Gebotszeichen sind umgehend zu ersetzen!

Folgende Warnzeichen und Gebotszeichen sind auf dem Gerät angebracht:

Warnsymbol	Bedeutung	Bemerkung
	Warnung vor heißer Oberfläche	<ul style="list-style-type: none"> Am Ofen, auf der Ofenabdeckung: Auf der linken Seitenwand: Verbrennungsgefahr am heißen Ofen
	Warnung vor ätzenden Stoffen	<ul style="list-style-type: none"> An der Fronseite, neben Phosphorsäureflasche: Warnung vor Phosphorsäure
	Warnung vor gesundheitsschädlichen oder reizenden Stoffen	<ul style="list-style-type: none"> An der Frontseite: Warnung vor Phosphorsäure
	Warnung vor Quetschgefahr	Am Probengeber: Im Bewegungsbereich des Probengebers besteht Verletzungsgefahr

Im Betrieb werden Gefahrstoffe verwendet:

GHS-Kennzeichnung	Bedeutung	Bemerkung
	Warnung vor Ätzwirkung	An Phosphorsäureflasche: Phosphorsäure wirkt ätzend

Gebotszeichen / Hinweissymbole	Bedeutung	Bemerkung
	Vor dem Öffnen der Gerätehaube Netzstecker ziehen	Auf den Seitenteilen und der Geräterückseite: Vor Öffnen der Gerätehaube das Gerät ausschalten und den Netzstecker aus dem Netzanschluss ziehen.

Gebotszeichen / Hinweissymbole	Bedeutung	Bemerkung
	Betriebsanleitung beachten	Auf den Seitenteilen und der Geräterückseite: Vor Beginn der Arbeiten die Betriebsanleitung lesen.
	Nur für Volksrepublik China	Das Gerät enthält reglementierte Substanzen. Analytik Jena GmbH+Co. KG garantiert, dass die Stoffe bei bestimmungsgemäßer Verwendung in den nächsten 25 Jahren nicht austreten.

2.2 Anforderungen an das Bedienpersonal

Das Gerät darf nur von qualifiziertem und im Umgang mit dem Gerät unterwiesenem Fachpersonal betrieben werden. Zur Unterweisung gehören das Vermitteln der Benutzeranleitung und der Benutzeranleitung der angeschlossenen Systemkomponenten. Wir empfehlen eine Schulung durch qualifizierte Mitarbeiter der Analytik Jena bzw. deren Vertreter.

Neben den Sicherheitshinweisen in der 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 zugänglich sein.

2.3 Sicherheitshinweise Transport und Inbetriebnahme

Durch Fehlinstallation können erhebliche Gefahren entstehen. Stromschlag und Explosion bei falschem Anschluss der Gase können die Folge sein.

- Die Aufstellung und Inbetriebnahme des Gerätes und seiner Systemkomponenten darf grundsätzlich nur durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal erfolgen.
- Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig.

Es besteht Verletzungsgefahr durch nicht ordnungsgemäß gesicherte Teile.

- Beim Transport die Gerätekomponenten entsprechend den Vorschriften der Bedienungsanleitung sichern.
- Lose Teile müssen aus den Systemkomponenten entnommen und separat verpackt werden.

Um gesundheitliche Schäden zu vermeiden, ist beim Umsetzen (Heben und Tragen) im Labor Folgendes zu beachten:

- Zum Transport sind aus Sicherheitsgründen zwei Personen erforderlich, die sich an beiden Geräteseiten positionieren.
- Das Gerät hat keine Tragegriffe. Deshalb muss das Gerät fest mit beiden Händen an der Unterseite gefasst werden.
- Gefahr von Gesundheitsschäden durch unsachgemäße Dekontamination! Führen Sie vor der Rücksendung des Gerätes an Analytik Jena eine fachgerechte Dekontamination aus und dokumentieren Sie diese. Das Dekontaminationsprotokoll erhalten Sie vom Kundendienst bei Anmeldung der Rücksendung. Ohne ausgefülltes Dekontaminationsprotokoll wird die Annahme des Gerätes verweigert. Der Absender kann für Schäden, die durch eine unzureichende Dekontamination des Gerätes verursacht werden, haftbar gemacht werden.

2.4 Sicherheitshinweise im Betrieb

2.4.1 Allgemeine Sicherheitshinweise

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

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Das Gerät darf nur betrieben werden, wenn alle Schutzeinrichtungen (z.B. Abdeckungen vor Elektronikbauteilen) 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.
- Gewährleisten Sie während des Betriebes stets freien Zugang zum Hauptschalter sowie zu Einrichtungen zur Notabschaltung und Verriegelungen.
- Die am Gerät vorhandenen Lüftungseinrichtungen müssen funktionsfähig sein. Verdeckte Lüftungsgitter, Lüftungsschlitze usw. können zu Betriebsstörungen oder Geräteschäden führen.
- Änderungen, Umbauten und Erweiterungen am Gerät dürfen nur nach Absprache mit der Analytik Jena erfolgen. Nichtautorisierte Änderungen können die Sicherheit beim Betrieb des Gerätes einschränken und zur Einschränkung bei Gewährleistung und Zugang zu Kundendienst führen.
- Brennbar Materialien sind vom Gerät fernzuhalten.
- Der Ofen arbeitet mit Temperaturen von 700 ... 950 °C. Berühren Sie die heißen Teile (Ofen, Kondensationsschlange) nicht während oder unmittelbar nach dem Betrieb.
- Vorsicht beim Umgang mit Glasteilen. Es besteht Glasbruch- und damit Verletzungsgefahr!
- Achten Sie darauf, dass keine Flüssigkeiten beispielsweise an Kabelverbindungen ins Geräteinnere eindringen. Es besteht die Gefahr eines elektrischen Stromschlags.
- Im Bewegungsbereich des Probengebers besteht Verletzungsgefahr. Zum Beispiel können die Hand oder Finger gequetscht werden. Halten Sie im Betrieb einen Sicherheitsabstand zum Probengeber ein.
- Der optionale Chemolumineszenzdetektor (CLD) enthält einen Ozongenerator, der Ozon (O₃) erzeugt. Bei bestimmungsgemäßer Verwendung vernichtet der nachgeschaltete Ozonerstörer das giftige Gas. Verschiedene Sicherheitsmaßnahmen führen zur automatischen Abschaltung des Ozongenerators. Dennoch gilt: Wenn stechender Ozongeruch auftritt, schalten Sie das Gerät sofort ab und benachrichtigen Sie den Kundendienst. Um eine einwandfreie und sichere Funktion zu gewährleisten, empfiehlt Analytik Jena eine jährliche Prüfung und Wartung des Detektors durch den Kundendienst.

2.4.2 Sicherheitshinweise Explosionsschutz, Brandschutz

Das Gerät darf nicht in explosionsgefährdeter Umgebung betrieben werden.

Rauchen oder der Umgang mit offenem Feuer im Betriebsraum des Gerätes sind verboten!

2.4.3 Sicherheitskennzeichnung Elektrik

Im Gerät, im Bereich des rechten Seitenteils treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf! Kontakt mit unter Spannung stehenden Komponenten kann Tod, ernsthafte Verletzungen oder schmerzhaften elektrischen Schock zur Folge haben.

- Der Netzstecker darf nur an eine ordnungsgemäße Steckdose angeschlossen werden, damit die Schutzklasse I (Schutzleiteranschluss) des Gerätes gewährleistet wird. Das Gerät darf nur an Spannungsquellen angeschlossen werden, deren Nennspannung mit der auf dem Typenschild angegebenen Netzspannung übereinstimmt. Achten Sie darauf, dass das abnehmbare Netzkabel des Gerätes nicht durch ein unzulänglich bemessenes Netzkabel (ohne Schutzleiter) ersetzt wird. Verlängerungen der Zuleitung sind nicht zulässig.
- Alle Arbeiten an der Elektronik dürfen nur vom Kundendienst der Analytik Jena und speziell autorisiertem Fachpersonal ausgeführt werden.
- Die elektrischen Komponenten sind regelmäßig von einer Elektrofachkraft zu prüfen. Alle Mängel, wie lose Verbindungen, defekte oder beschädigte Kabel, sind sofort zu beseitigen.
- Vor dem Öffnen des Gerätes muss es am Netzschalter ausgeschaltet und der Netzstecker aus der Steckdose gezogen werden!
- Das Basismodul und die Systemkomponenten dürfen nur im ausgeschalteten Zustand an das Netz angeschlossen werden.
- Elektrische Verbindungskabel zwischen dem Basismodul und den Systemkomponenten dürfen nur im ausgeschalteten Zustand angeschlossen bzw. getrennt werden.
- Bei Störungen an elektrischen Komponenten ist der Analysator sofort am Hauptschalter an der Gehäuserückwand auszuschalten. Der Netzstecker ist aus der Netzsteckdose zu ziehen.

2.4.4 Sicherheitshinweise für den Betrieb von Druckgasbehältern und Druckgasanlagen

- Die Betriebsgase werden aus Druckgasbehältern oder lokalen Druckgasanlagen entnommen. Die Betriebsgase müssen die geforderte Reinheit haben.
- Arbeiten an Druckgasbehältern und -anlagen dürfen nur von Personen, die über spezielle Kenntnisse und Erfahrungen für Druckgasanlagen verfügen, durchgeführt 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 regelmäßig auf undichte Stellen und äußerlich erkennbare Beschädigungen prüfen. Undichte Stellen und Beschädigungen umgehend beseitigen.
- Die Gasversorgung zum Gerät vor Inspektions-, Wartungs- und Reparaturarbeiten an den Druckgasbehältern schließen.
- Nach erfolgter Reparatur und Wartung an den Komponenten der Druckgasbehälter bzw. der Druckgasanlage ist das Gerät vor Wiederinbetriebnahme auf Funktionstüchtigkeit zu überprüfen.
- Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig!

2.4.5 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 Gefahrstoffen müssen die örtlich geltenden Sicherheitsanweisungen und die Vorschriften in den Sicherheitsdatenblättern der Hersteller der Hilfs- und Betriebsstoffe eingehalten werden.

- Besondere Vorsicht ist beim Umgang mit konzentrierten Säuren geboten. Die Vorschriften und Hinweise in den Sicherheitsdatenblättern für den Umgang mit ortho-Phosphorsäure (H_3PO_4) bzw. Salzsäure (HCl) sind unbedingt zu beachten.
- Der vom Hersteller gelieferte Katalysator ist mit der bei Chemikalien üblichen Vorsicht zu handhaben.

Beim Umgang mit Quarzwolle ist Folgendes zu beachten:

- Quarzwolle nur in geschlossenen Gefäßen aufbewahren.
- Bei der Arbeit mit Quarzwolle Staubbildung vermeiden! Nach dem Einatmen von Staub kann es zu einer Reizung der Atemwege kommen.
- Beim Wechsel der Quarzwolle oder Reinigung des Verbrennungsrohrs Körperschutzmittel tragen (Laborkittel, Schutzhandschuhe, Schutzbrille, Atemmaske).
- Verbrauchte Quarzwolle in geeigneten, geschlossenen Behältern sammeln und unter Beachtung der behördlichen Vorschriften zur Entsorgung bringen. Wegen einer Abfallentsorgung den zuständigen Entsorger kontaktieren.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Der Betreiber ist dafür verantwortlich, dass eine angemessene Dekontamination durchgeführt wird, falls das Gerät äußerlich oder innerlich mit Gefahrstoffen verunreinigt worden ist.
- Spritzer, Tropfen oder größere Flüssigkeitsmengen mit saugfähigem Material wie Watte, Laborwischtüchern oder Zellstoff entfernen.
- Bei biologischen Verunreinigungen die betroffenen Stellen mit einem geeigneten Desinfektionsmittel, wie z.B. Incidin-Plus-Lösung, abwischen. Anschließend gereinigte Stellen trocken wischen.
- Das Gehäuse ist nur für Wischdesinfektion geeignet. Verfügt das Desinfektionsmittel über einen Sprühkopf, das Desinfektionsmittel auf geeignete Tücher aufbringen.
Arbeiten Sie mit infektiösem Material besonders sorgfältig und sauber, weil das Gerät nicht als Ganzes dekontaminiert werden kann.
- Bevor ein anderes als dieses vom Hersteller vorgeschriebene Reinigungs- oder Dekontaminationsverfahren angewendet wird, mit dem Hersteller klären, dass das vorgesehene Verfahren das Gerät nicht beschädigt. Am Gerät angebrachte Sicherheitsschilder dürfen nicht mit Methanol benetzt werden.

2.4.6 Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur

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

Durch eigenmächtige Wartungsarbeiten kann das Gerät beschädigt werden. Der Bediener darf deshalb grundsätzlich nur die in der Benutzeranleitung, im Kapitel "Wartung und Pflege" aufgeführten Tätigkeiten ausführen.

- Die äußere Reinigung des Geräts nur mit einem leicht angefeuchteten, nicht tropfenden Tuch vornehmen. Dabei nur Wasser und ggf. handelsübliche Tenside verwenden.

- Wartungs- und Reparaturarbeiten am Gerät dürfen nur im ausgeschalteten Zustand durchgeführt werden (soweit nicht anders beschrieben).
- Vor Wartung und Reparatur muss die Gasversorgung abgestellt werden (soweit nicht anders beschrieben).
- Gerät vor Wartungsarbeiten und Wechsel von Systemkomponenten ausreichend abkühlen lassen.
- Verwenden Sie nur originale Ersatzteile, Verschleißteile und Verbrauchsmaterialien. Diese sind geprüft und gewährleisten einen sicheren Betrieb. Glasteile sind Verschleißteile und unterliegen nicht der Gewährleistung.
- Alle Schutzeinrichtungen müssen nach Beendigung von Wartung und Reparatur wieder ordnungsgemäß installiert und auf ihre Funktion geprüft werden.

Sehen Sie dazu auch

 [Wartung und Pflege \[▶ 88\]](#)

2.5 Verhalten im Notfall

- Besteht keine unmittelbare Verletzungsgefahr, in Gefahrensituationen oder bei Unfällen nach Möglichkeit sofort das Gerät und die angeschlossenen Systemkomponenten am Netzschalter ausschalten und/oder die Netzstecker aus den Netzsteckdosen ziehen.
- Nach dem Ausschalten der Geräte möglichst sofort die Gasversorgung schließen.

3 Funktion und Aufbau

3.1 Aufbau

Der Analysator ist ein kompaktes Tischgerät, in dem alle Hauptkomponenten fest installiert sind. Zum Messaufbau gehören weitere Zubehöre und Reagenzien.

Die Steuerung des Analysators und die Auswertung der Messdaten erfolgt über die Software multiWin.

Alle Komponenten des Analysators, die der Benutzer bedienen oder warten muss, sind über die beiden Türen an der Frontseite, die linke abnehmbare Seitenwand oder über die obere Abdeckung zugänglich.

Der Analysator besteht aus den folgenden Hauptkomponenten:

- Probenaufgabesystem
- Gasbox und Schlauchsystem
- Verbrennungssystem
- Messgastrocknung und -reinigung
- Detektor
- Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse
- Elektronik
- Zubehöre

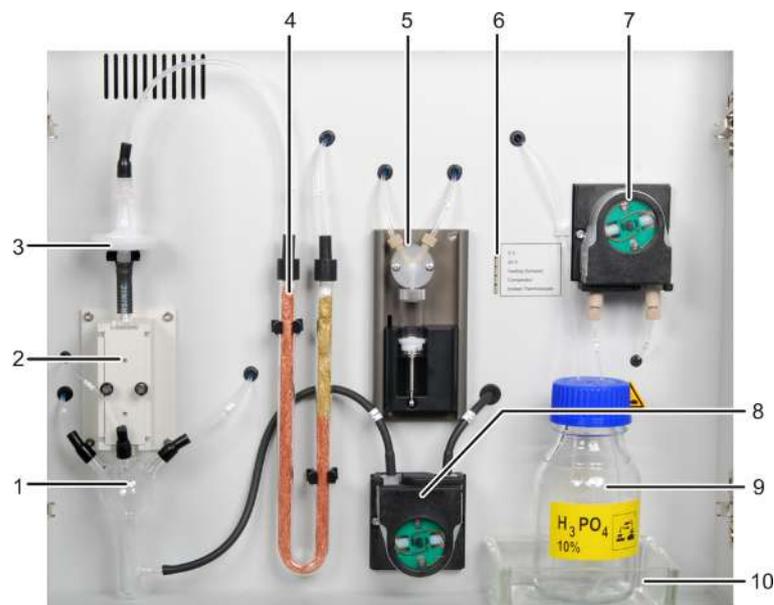


Abb. 1 Analysator, Fronttüren geöffnet

- | | |
|---------------------------------------|-------------------|
| 1 TIC-Kondensatgefäß | 2 Kühlblock |
| 3 Wasserfallen | 4 Halogenfalle |
| 5 Spritzenpumpe mit 2-Port-Ventil | 6 LED-Anzeigen |
| 7 Phosphorsäure-Pumpe | 8 Kondensat-Pumpe |
| 9 Reagenzienflasche für Phosphorsäure | 10 Auffangschale |

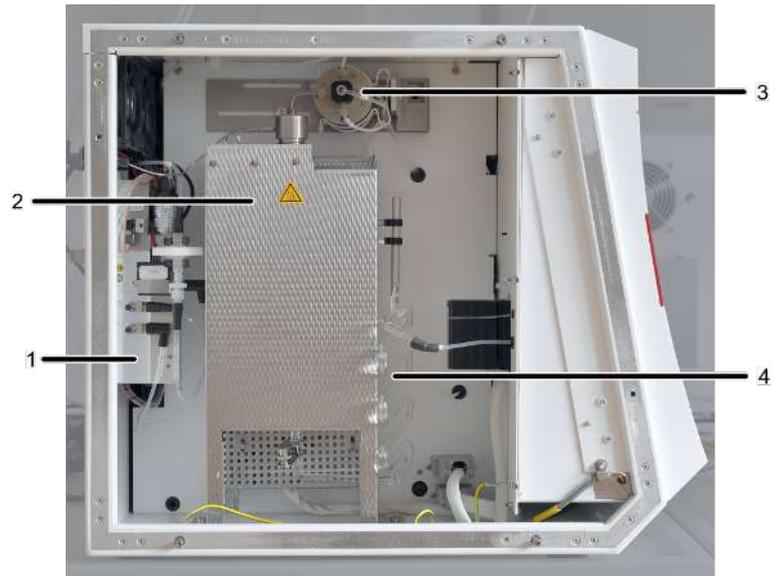


Abb. 2 Analysator, linke Seitenwand geöffnet

- | | |
|-----------------|-------------------------|
| 1 Gasbox | 2 Verbrennungssystem |
| 3 5-Wege-Ventil | 4 Kondensationsschlange |

3.1.1 Probenaufgabesystem

Die Probenzuführung erfolgt durch Fließinjektion über eine Spritzenpumpe mit 2-Port-Ventil. Das Injektionsvolumen beträgt 100 ... 1000 μl .

Die Schlauchanschlüsse sind am 2-Port-Ventil mit Fingertight-Verschraubungen befestigt. Der Spritzenkörper besteht aus Glas und ist austauschbar.

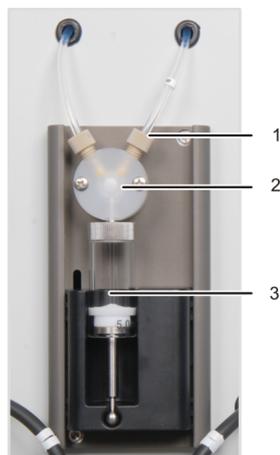


Abb. 3 Spritzenpumpe

- | | |
|--------------------------|-----------------|
| 1 Fingertight-Verbindung | 2 2-Port-Ventil |
| 3 Dosierspritze | |

Die Schläuche am 2-Port-Ventil sind mit folgenden Komponenten verbunden:

- Schlauch 8 mit der Reinstwasserflasche
- Schlauch AB mit dem Umschaltventil

3.1.2 Schlauchsystem

Schlauchplan

Die Verbindung zwischen den einzelnen Komponenten erfolgt über gekennzeichnete Schläuche. Die im Schlauchplan eingekreisten Zahlen und Buchstaben stimmen mit den Kennzeichnungen an den Schläuchen im Analysator überein.

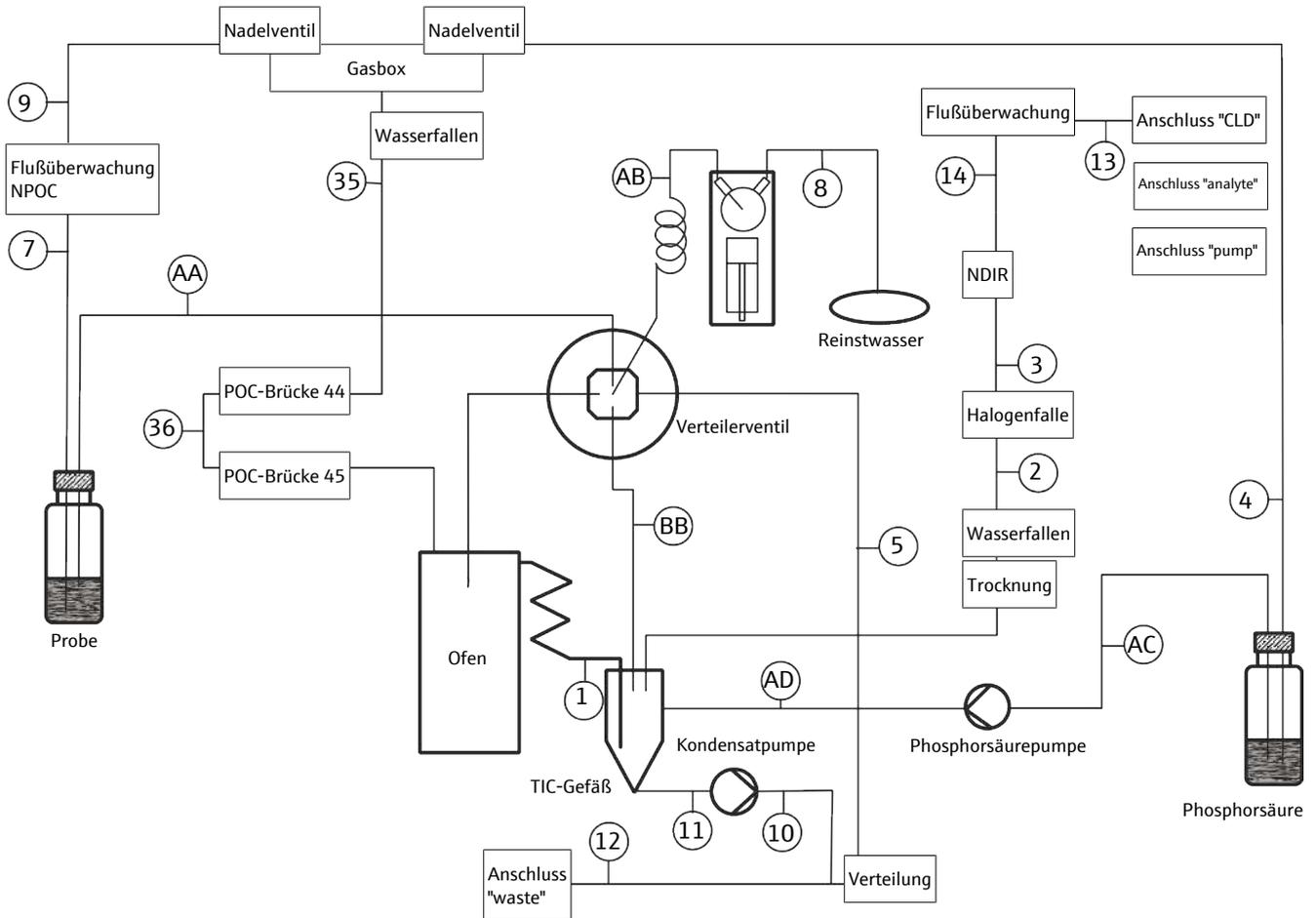


Abb. 4 Schlauchplan

Komponenten zur Flusseinstellung

Der Analysator stellt den Trägergasfluss automatisch ein und regelt den Eingangsfluss über einen MFC (mass flow controller). Am Geräteausgang misst ein MFM (mass flow meter) den Trägergasfluss. Dadurch erfolgt eine automatische Dichtigkeitskontrolle. Das Ergebnis wird in der Software multiWin im Fenster **System-Status** angezeigt. Eine Wasserfalle schützt die Gasbox vor dem Rückschlag feuchter Verbrennungsgase.

Der NPOC-Ausblasfluss kann über das Nadelventil an der Gasbox eingestellt werden. Das Nadelventil ist nur nach Abnahme der linken Seitenwand zugänglich. Der NPOC-Ausblasfluss wird mit einem MFM gemessen und im Fenster **System-Status** angezeigt.



Abb. 5 NPOC-Ausblasfluss einstellen

Kondensat-Pumpe

Die Kondensat-Pumpe pumpt das Kondensat bzw. die Abfalllösung der TIC-Bestimmung automatisch nach jeder Messung ab. Die Kondensat-Pumpe befindet sich hinter den Fronttüren neben der Halogenfalle.



Abb. 6 Kondensat-Pumpe

Phosphorsäure-Pumpe

Die Phosphorsäure-Pumpe fördert Phosphorsäure (10 %) zum TIC-Kondensatgefäß. Dabei wird die Phosphorsäure permanent ausgegast.



Abb. 7 Phosphorsäure-Pumpe

Verbindungstechnik

Innerhalb des Geräts sind die meisten Gasanschlüsse über FAST-Verbinder realisiert (FAST – Fast, Save, Tight). Diese Verbinder stellen den dichten Übergang zwischen Schläuchen und Anschlüssen mit unterschiedlichen Durchmessern her. Die weichen Hüllen vermindern gegenüber starren Schraubverbindungen die Gefahr von Glasbruch. Die Verbinder gibt es in unterschiedlichen Ausführungen.



Abb. 8 FAST-Verbinder

Weiterhin kommen sogenannte Fingertight-Verschraubungen zum Einsatz. Diese flanschlosen Fittings setzen sich aus einem Dichtkegel und einer Hohlschraube aus Kunststoff zusammen. Diese Schlauchverbindungen dichten allein durch handfestes Anziehen der Hohlschraube ab.

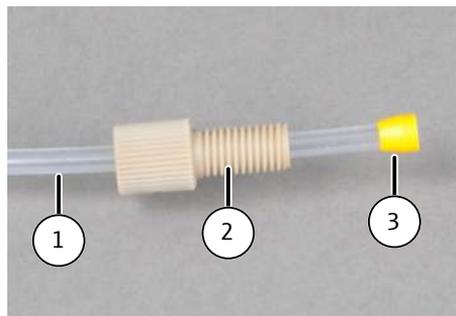


Abb. 9 Fingertight-Verschraubung

- 1 Schlauch
3 Dichtkegel

- 2 Hohlschraube

3.1.3 Verbrennungssystem

Das Verbrennungssystem befindet sich hinter der linken Seitenwand des Analysators.

Der Verbrennungsofen ist ein widerstandsbeheizter Senkrechtoven für Aufschlusstemperaturen bis 950 °C.

Das Verbrennungsrohr (Reaktor) besteht aus Quarzglas. Es wird mit Katalysator und Hilfsstoffen gefüllt. Lässt der Katalysator in seiner Wirksamkeit nach, muss das Verbrennungsrohr neu gefüllt werden.

Auf die obere Öffnung des Verbrennungsrohrs wird der Ofenkopf montiert. Am unteren Ende ist das Verbrennungsrohr über eine Gabelklemme mit der Kondensationschlange verbunden.

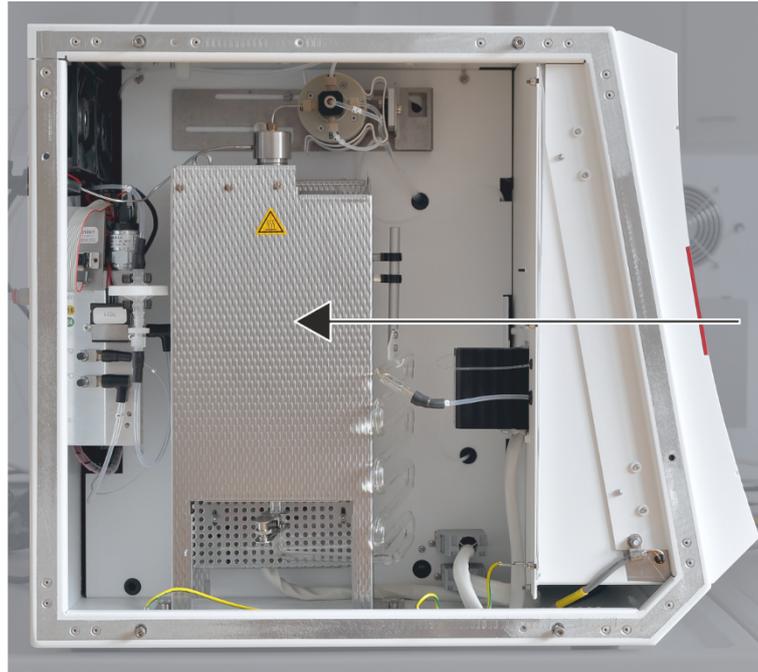


Abb. 10 Verbrennungssofen

3.1.4 Messgastrocknung und -reinigung

Kondensationsschlange

Die Kondensationsschlange aus Glas befindet sich rechts neben dem Ofen und ist am Ausgang des Verbrennungsrohrs befestigt.

Die Kondensationsschlange kühlt das Messgas schnell ab. Der im Messgas enthaltene Wasserdampf kondensiert. Das Messgas-Wasser-Gemisch wird über eine Schlauchleitung zum TIC-Kondensatgefäß geführt.



Abb. 11 Kondensationsschlange

1 Kondensationsschlange

2 Schlauch 1 zum TIC-Kondensatgefäß

TIC-Kondensationsmodul

Das TIC-Kondensationsmodul besteht aus dem TIC-Kondensatgefäß und einem Kühlblock. Im TIC-Kondensatgefäß sind der TIC-Reaktor und der Gas-Flüssig-Separator kombiniert. Gleichzeitig trocknet der Kühlblock das Messgas.

Das TIC-Kondensationsmodul ist an der linken Frontseite angeordnet. Die Zuführung des Messgas-Wasser-Gemischs erfolgt über den oberen linken Anschluss über den Schlauch 1.

Der obere mittlere Anschluss am Glasgefäß ist mit der Phosphorsäure-Pumpe verbunden. Die Phosphorsäure-Pumpe legt für jede TIC-Bestimmung Phosphorsäure (10 %) in den TIC-Reaktor vor.

Der Kühlblock trocknet das Messgas durch Ausfrieren des Wasserdampfes. Das trockene Messgas wird über den oberen Anschluss aus dem TIC-Kondensatgefäß geführt. Die Messgastrocknung ist wartungsfrei.

Die Kondensat-Pumpe pumpt das Kondensat bzw. die Abfalllösung der TIC-Bestimmung nach jeder Messung über den unteren seitlichen Abgang am Glasgefäß ab.

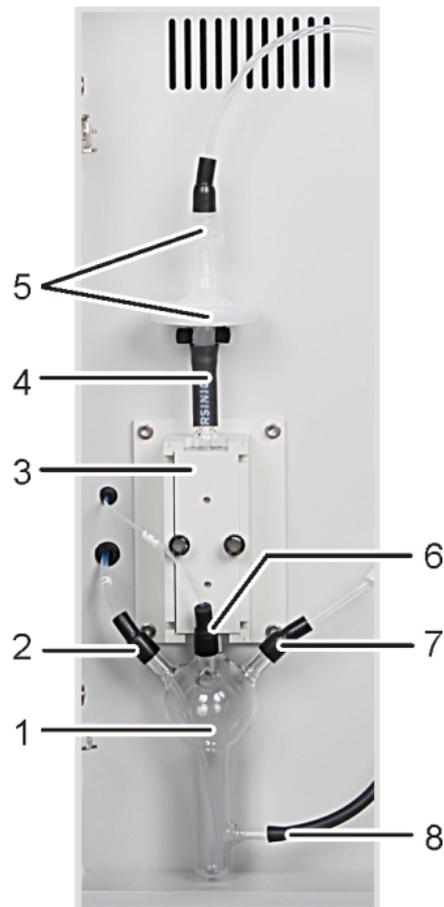


Abb. 12 TIC-Kondensationsmodul

- | | |
|--|--|
| 1 TIC-Kondensatgefäß | 2 Anschluss Schlauch 1/ Messgaszufuhr von Kondensationschlange |
| 3 Kühlblock | 4 Anschluss an Wasserfallen |
| 5 Wasserfallen | 6 Anschluss Schlauch AD/ Zufuhr der Phosphorsäure |
| 7 Anschluss Schlauch BB/ direkte Probenzufuhr bei TIC-Bestimmung | 8 Anschluss an Kondensatpumpe (Abfallschlauch 11) |

Wasserfallen

Die Wasserfallen entfernen störende Bestandteile aus dem Messgas und schützen den Detektor und die Gasbox. Die Wasserfallen sind im Gasweg nach dem Kühlblock bzw. nach der Gasbox montiert. Die Wasserfallen bestehen jeweils aus einer größeren und einer kleineren Wasserfalle. Die größere Wasserfalle (TC-Vorfilter) hält Aerosole im laufenden Betrieb zurück. Die kleinere Wasserfalle (Einwegrückhaltefilter) fängt aufsteigendes Wasser auf.

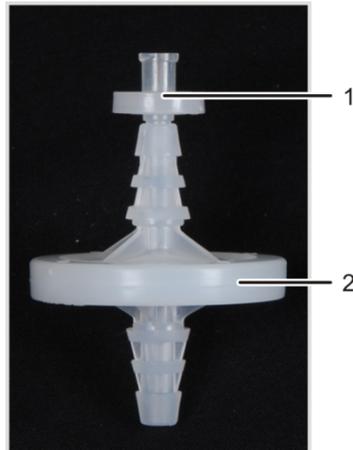


Abb. 13 Wasserfallen

1 Einwegrückhaltefilter

2 TC-Vorfilter

Halogenfalle

Die Halogenfalle entfernt störende Bestandteile (Halogene, Halogenwasserstoffverbindungen) aus dem Messgas. Sie schützt dadurch auch die Detektoren und den Flussmesser. Die Halogenfalle ist im Gasweg nach dem TIC-Kondensatgefäß und den Wasserfallen eingebaut.

Die Halogenfalle besteht aus einem U-Rohr. Sie ist mit spezieller Kupferwolle und Messingwolle gefüllt. Die Füllung der Halogenfalle muss spätestens dann erneuert werden, wenn die Hälfte der Kupferwolle schwarz ist oder wenn sich die Messingwolle verfärbt hat.



Abb. 14 Halogenfalle

3.1.5 Detektion

NDIR-Detektor	<p>Der NDIR-Detektor (NichtDispersive InfraRotabsorption-Detektor) befindet sich hinter der rechten Seitenwand des Analysators.</p> <p>Gase mit Molekülen aus nicht gleichartigen Atomen besitzen im infraroten Wellenlängenbereich spezifische Absorptionsbanden. Wird ein Lichtstrahl durch eine Küvettenanordnung geschickt, die IR-aktive Gase enthält, so absorbieren diese Gaskomponenten auf den für sie charakteristischen Wellenlängen einen proportionalen Anteil der Gesamtstrahlung entsprechend ihrer Konzentration im Gasgemisch.</p> <p>Der im NDIR-Detektor eingesetzte Strahlungsempfänger ist selektiv für CO₂.</p>
Messwertverarbeitung mit dem VITA-Verfahren	<p>Die CO₂-Moleküle werden messtechnisch solange erfasst, wie sie in der Küvette des NDIR-Detektors verweilen. Der Messgasfluss kann während der CO₂-Messung schwanken, weil z. B. flüssige Proben bei der Dosierung verdampfen oder kondensieren. Deshalb werden die CO₂-Moleküle zeitweise spektrometrisch länger (bei niedrigerem Gasfluss) oder kürzer (bei höherem Gasfluss) erfasst.</p> <p>Das VITA-Verfahren steht für die verweilzeitgekoppelte Integration für TOC-Analysen. Beim VITA-Verfahren wird parallel zum NDIR-Signal der Messgasfluss erfasst. Das NDIR-Signal wird rechnergesteuert normiert. Dadurch werden auftretende Strömungsschwankungen auf eine konstante Gasströmung kompensiert. Erst anschließend erfolgt die Integration.</p> <p>Ein hochgenauer, digitaler Flussmesser erfasst den Messgasfluss in unmittelbarer Nähe des NDIR-Detektors.</p>
Elektrochemischer NO-Detektor (ChD, optional)	<p>Zur TN_b-Bestimmung kann der elektrochemische NO-Detektor eingesetzt werden. Der NO-Detektor befindet sich hinter der rechten Seitenwand des Analysators. Er analysiert den Gehalt an Stickoxid (NO) im Messgas.</p> <p>Nach der thermischen Oxidation der Probe gelangt das Messgas in den Detektor. Im Detektor diffundieren die Stickoxide über eine hochselektive Membran in die elektrochemische Messzelle.</p> <p>An der Anode werden die Stickoxide oxidiert. Dadurch ändert sich der Stromfluss zwischen den Elektroden proportional zur Stickoxidkonzentration. Die Änderung des Stromflusses wird als Signal ausgewertet und daraus der Stickstoffgehalt der analysierten Probe ermittelt. Der Elektrolyt in der Messzelle dient nur als Katalysator und wird nicht verbraucht.</p> <p>Zum Betrieb des elektrochemischen NO-Detektors (ChD) ist eine Versorgungsspannung erforderlich. Auch wenn der Analysator ausgeschaltet ist, muss eine Stützspannung das elektrochemische Gleichgewicht im ChD aufrechterhalten. Dafür ist eine Batterie (U9VL) in das rechte Seitenteil des Analysators eingebaut.</p> <p>Der optionale ChD wird nicht für das Modell multi N/C 3100 pharma angeboten.</p>
Chemolumineszenzdetektor CLD (optional)	<p>Die optionale Erweiterung des Analysators mit einem Chemolumineszenzdetektor ermöglicht die TN_b-Bestimmung. Der CLD ist als externes Gerät neben dem Analysator anzuschließen.</p> <p>Das durch thermische Oxidation der Probe gebildete Messgas wird getrocknet und gelangt dann in die Reaktionskammer des Chemolumineszenzdetektors. Dort wird das im Messgas befindliche Stickstoffmonoxid mit Ozon zu angeregtem Stickstoffdioxid oxidiert. Durch Emission von Lichtquanten (Lumineszenz) fallen die Moleküle des Stickstoffdioxids wieder in ihren Grundzustand zurück. Die Lumineszenz wird erfasst. Das Signal ist proportional zu der Stickstoffmonoxidkonzentration. So kann der Gesamtstickstoffgehalt der Probe bestimmt werden.</p>

Bei Aufschluss der Probe für die TN_b -Bestimmung kann nicht mit einer 100 %igen NO -Ausbeute gerechnet werden. Während die Verbrennungsgase abgekühlt und kondensiert werden, bilden sich auch Stickoxide in höheren Oxidationsstufen.

3.1.6 Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse

LED-Anzeige

An der linken Tür des Analysators ist eine grüne LED angebracht. Die LED leuchtet nach dem Einschalten des Analysators und zeigt die Betriebsbereitschaft.



Abb. 15 Status-LED

Die LED-Leiste hinter der rechten Tür zeigt verschiedene Betriebszustände des Analysators an.

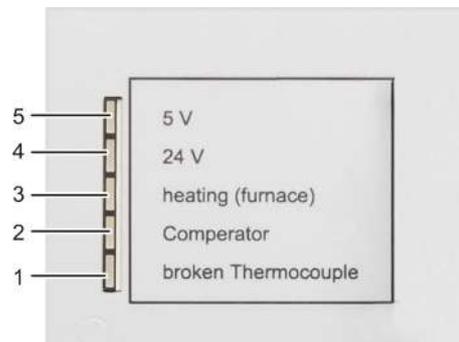


Abb. 16 LED-Leiste (rechte Tür geöffnet)

- | | |
|---|--|
| 1 Gebrochenes Thermoelement (leuchtet bei defektem Thermoelement) | 2 Ofen-Comperator (leuchtet bei zu hoher Temperatur) |
| 3 Ofenheizung an/aus | 4 Gerätespannung |
| 5 Spannung des internen Firmware-Controllers | |

Hauptschalter und Anschlüsse

Auf der Rückseite des Analysators befinden sich der Hauptschalter und die folgenden Anschlüsse:

- Netzanschluss mit Gerätesicherung
- Medienanschlüsse für Gase und Abfall
- Schnittstellen für den Anschluss von PC und Zubehören

Ein Schema in der Mitte erklärt die verschiedenen Anschlüsse.



Abb. 17 Geräterückseite

- | | |
|--|---|
| 1 Hauptschalter "power switch" | 2 Lade für Netzsicherung "FUSE" |
| 3 Netzanschluss "main plug" | 4 Gasanschluss "analyte" |
| 5 Gasanschluss "pump" | 6 Gasanschluss "CLD" |
| 7 Brücke für Gasanschluss des POC-Moduls | 8 Anschluss für Trägergas "O ₂ /Air" |
| 9 Anschluss POC-Modul (optional) | 10 Anschluss des Nullleiters am Probengeber |
| 11 Abfall "waste" | 12 RS 232 Schnittstelle für Probengeber "sampler" |
| 13 RS 232 Schnittstelle für CLD und Feststoffmodule "CLD/HT" | 14 USB 2.0 Schnittstelle "PC" |

Typenschild

Das Typenschild ist auf der Geräterückseite angebracht.

Das Typenschild enthält folgende Informationen:

- Herstelleradresse, Markenzeichen
- Gerätebezeichnung, Seriennummer
- Elektrische Anschlussdaten
- Konformitätskennzeichnungen
- WEEE-Gerätekennzeichen

3.1.7 Zubehörteile

Für Messungen mit dem Analysator werden folgende Zubehörteile benötigt:

- Anschlussleitungen, Verbindungsschläuche
- geeignetes Abfallgefäß bzw. Abfluss
- Reagenzienflasche mit Auffangschale für Phosphorsäure (250 ml)
- Reinstwasserflasche (2,5 l)

Die Reagenzienflasche ist in der Auffangschale hinter der rechten Tür anzuordnen. Die Reagenzienflasche ist mit Sicherheitszeichen und der Bezeichnung des Inhaltes gekennzeichnet und ist vom Benutzer mit Phosphorsäure (10 %) zu füllen.

3.2 Erweiterungsmöglichkeiten für den Analysator

Probengeber	<p>Für den Analysator stehen die folgenden Probengeber zur Verfügung:</p> <ul style="list-style-type: none">▪ AS vario mit verschiedenen Tablettgrößen▪ AS vario ER mit verschiedenen Tablettgrößen und mit Kanülenspülung▪ AS 10e für 10 Proben▪ AS 21hp für 21 Proben▪ POC Sampler für POC-Messungen▪ EPA Sampler mit Piercingfunktion
POC-Modul	<p>Die Erweiterung des Analysators mit einem POC-Modul ermöglicht die direkte Bestimmung des POC in wässrigen Proben.</p>
Externes Feststoffmodul	<p>Die Erweiterung des Analysators mit dem externen Feststoffmodul HT 1300 ermöglicht den katalysatorfreien Aufschluss fester Proben bei Temperaturen von bis zu 1300 °C im Keramik-Verbrennungsrohr. Die Keramikschiffchen ermöglichen die Einwaage großer Probenmengen (bis zu 3000 mg). Dadurch können Probeninhomogenitäten ausgeglichen werden.</p>
Manuelles TIC-Feststoff-Modul	<p>Der TIC in festen Proben kann durch die Erweiterung des Analysators mit dem TIC-Feststoff-Modul erfolgen. Große Probenmengen können in einem Erlenmeyerkolben eingewogen werden. Unter magnetischem Rühren auf einer Heizplatte wird die Probe mit Säure versetzt, um Carbonate und Hydrogencarbonate zu CO₂ zu zersetzen.</p> <p>Für das Modell multi N/C 3100 pharma werden keine Feststoffmodule angeboten.</p>

3.3 Funktion und Messprinzip

Der Analysator ist ein kompaktes und leistungsstarkes Gerät zur Bestimmung des Gehaltes an organisch gebundenem Kohlenstoff und/oder des Gesamtstickstoffgehaltes in wässrigen Proben.

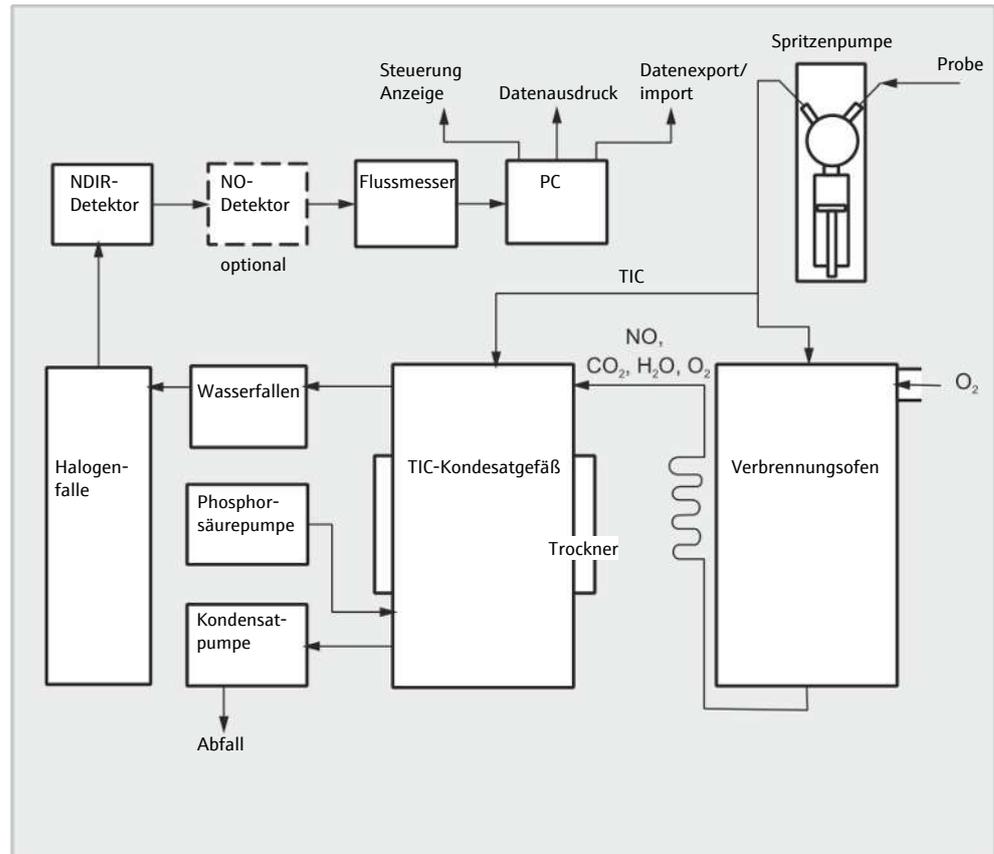
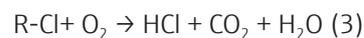
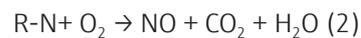


Abb. 18 Funktionsprinzip

Die Proben werden bei hohen Temperaturen in Gegenwart von Spezialkatalysatoren aufgeschlossen. Dadurch können auch sehr stabile und komplexe Kohlenstoff- und Stickstoffverbindungen quantitativ umgesetzt werden.

Das Probenaliquot wird direkt in die heiße Zone des gefüllten Reaktors (Verbrennungrohr) dosiert. Dort erfolgt katalysatorunterstützt die Pyrolyse und Oxidation der Probe im Trägergasstrom. Das Trägergas dient gleichzeitig als Oxidationsmittel.



R - kohlenstoffhaltige Substanz

Das Messgas wird in einer Kondensationsschleife gekühlt und kondensiertes Wasser im folgenden TIC-Kondensatgefäß vom Messgas getrennt. Nach weiterer Trocknung und Entfernung korrosiv wirkender Gase wird das Messgas CO₂ dem NDIR-Detektor bzw. NO dem NO-Detektor zugeführt.

Anorganischer Kohlenstoff wird durch Injektion eines Probenaliquots in den sauren TIC-Reaktor und Austreiben des gebildeten CO₂ über den NDIR-Detektor bestimmt.

Die CO₂- bzw. NO-Konzentration wird mehrfach in der Sekunde erfasst. Aus dieser Signalabfolge wird ein Integral über die Zeit gebildet. Das Integral ist proportional zur Konzentration des Kohlenstoffs bzw. Stickstoffs in der Messlösung. Über eine zuvor ermittelte Kalibrierfunktion erfolgt dann die Berechnung des Kohlenstoff- bzw. Stickstoffgehalts in der Probe.

3.4 Messverfahren

In der Steuer- und Auswertesoftware multiWin kann die Bestimmung mehrerer Parameter kombiniert werden.

3.4.1 TC-Analyse

TC: Total Carbon (gesamter Kohlenstoff)

Bei der TC-Analyse wird der gesamte in der Probe enthaltene Kohlenstoff, d. h. organisch und anorganisch gebundener Kohlenstoff sowie elementarer Kohlenstoff, erfasst.

Die Probe wird automatisch in das Verbrennungsrohr dosiert, aufgeschlossen und das entstandene Kohlendioxid wird detektiert.

Parallel zur TC-Bestimmung ist die TN_p -Bestimmung möglich.

3.4.2 TOC-Analyse

TOC: Total Organic Carbon (gesamter organischer Kohlenstoff)

Bei der TOC-Analyse wird der in der Probe enthaltene gesamte organisch gebundene Kohlenstoff erfasst.

Die TOC-Bestimmung erfolgt im Analysator nach der Differenzmethode, die sich durch folgende Gleichung beschreiben lässt.

$$TOC = TC - TIC$$

TOC - gesamter organischer Kohlenstoff

TC - gesamter Kohlenstoff

TIC - gesamter anorganischer Kohlenstoff

Aus derselben Probe werden nacheinander in zwei Messungen der TIC und der TC bestimmt. Die rechnerische Differenz wird als TOC angegeben. Mit dem Differenzverfahren werden sowohl flüchtige als auch nicht flüchtige organische Kohlenstoffverbindungen erfasst.

Die TOC-Analyse kann angewendet werden, wenn die Probe leicht austreibbare organische Substanzen wie Benzol, Cyclohexan, Chloroform, etc. enthält. Liegt der TIC-Gehalt der Probe deutlich über dem TOC-Gehalt, soll die TOC-Analyse nicht angewendet werden.

Parallel zur TOC-Bestimmung ist die TN_p -Bestimmung möglich.

3.4.3 TIC-Analyse

TIC: Total Inorganic Carbon (gesamter anorganischer Kohlenstoff)

Bei der TIC-Analyse wird der gesamte anorganische Kohlenstoff aus Carbonaten und Hydrogencarbonaten sowie gelöstes CO_2 erfasst.

Cyanide, Cyanate, Isocyanate und Kohlenstoffpartikel werden nicht erfasst.

Zur Bestimmung des anorganischen Kohlenstoffs (TIC) wird ein Aliquot der Probe in den TIC-Reaktor dosiert und mit Phosphorsäure aufgeschlossen. Das CO_2 wird ausgetrieben und detektiert.

3.4.4 NPOC-Analyse

NPOC: Non-purgeable Organic Carbon (gesamter nichtausblasbarer organischer Kohlenstoff)

Bei der NPOC-Analyse wird der in der Probe enthaltene gesamte nicht ausblasbare organische Kohlenstoff erfasst.

Die Probe wird außerhalb des Analysators mit Säure (HCl (2 mol/l)) auf pH <2 angesäuert. Das gebildete CO₂ wird extern, z. B. im Probengeber, ausgeblasen. Anschließend bestimmt der Analysator den in der Probe verbliebenen Kohlenstoff.

Mit dem CO₂ werden auch leicht flüchtige organische Verbindungen ausgetrieben. Die NPOC-Analyse soll deshalb nicht verwendet werden, wenn die Probe leicht ausblasbare organische Substanzen enthält.

NPOC-Analyse nach der Methode NPOC plus

Diese Methode wurde speziell für die Bestimmung niedriger TOC-Gehalte in Proben mit hohen TIC-Gehalten oder einem hohen Anteil an gelöstem CO₂ entwickelt. Allgemein wird für die Analyse solcher Proben die NPOC-Analyse empfohlen. Bei hohen und vor allem unbekanntem TIC-Gehalten sind jedoch mitunter sehr lange Zeiten (t > 10 min) zum vollständigen Ausblasen des CO₂ erforderlich. Deshalb wird der anorganisch gebundene Kohlenstoff bei dieser Methode extern ausgeblasen.

Vom Ablauf gesehen ist die Methode NPOC plus eine Kombination aus NPOC- und Differenzmethode.

Die Probe wird wie bei einer NPOC-Analyse außerhalb des Analysators angesäuert (pH <2). Unmittelbar vor der Analyse der Probe wird der größte Teil des gebildeten Kohlendioxids extern ausgeblasen. Anschließend wird aus der so vorbereiteten Probe der organische Kohlenstoff (TOC) nach der Differenzmethode ermittelt.

Der mit dieser Methode ermittelte TIC-Wert ist nur eine Rechengröße und hat keine analytische Relevanz.

Leichtflüchtige organische Substanzen werden bei der Probenvorbereitung ebenfalls ausgetrieben und deshalb nicht mitbestimmt.

Parallel zur NPOC- und NPOC plus-Bestimmung ist die TN_b-Bestimmung möglich.

3.4.5 DOC-Analyse

DOC: Dissolved Organic Carbon (gelöster organischer Kohlenstoff)

Bei der DOC-Analyse wird der organische Kohlenstoff bestimmt, der nach dem Filtrieren der Probe im Filtrat verbleibt. Der Filter hat typischerweise eine Porengröße von 0,45 µm.

Die Probe wird außerhalb des Analysators filtriert und dann wie eine TOC-Probe analysiert.

3.4.6 POC-Analyse

POC: Purgeable Organic Carbon (austreibbarer organischer Kohlenstoff)

Bei der POC-Analyse wird der gesamte ausblasbare organische Kohlenstoff erfasst. Bei niedrigen pH-Werten werden auch Teile des anorganischen Kohlenstoffs (Carbonate, Bicarbonate) zu CO₂ umgesetzt. Das CO₂ wird neben den flüchtigen organischen Bestandteilen aus der Probe ausgeblasen.

Um den ausblasbaren organischen Kohlenstoff zu bestimmen, wird ein Aliquot der Probe in das optionale POC-Modul überführt. Im POC-Modul bläst ein Trägergas die flüchtigen Bestandteile aus der Probe aus.

Die ausgeblasenen Bestandteile werden über ein Adsorberrohr geleitet. Das Adsorberrohr bindet das CO₂ auf dem Gasgemisch und trennt so den Anteil anorganisch gebundenen Kohlenstoffs ab. Die flüchtigen organischen Verbindungen passieren das Rohr. Sie werden zum Analysator geleitet und dort oxidiert. Das entstandene CO₂ wird detektiert.

3.4.7 TN_b-Analyse

TN_b: Total Nitrogen bound (gesamter gebundener Stickstoff)

Im Analysator kann der Gehalt an Stickstoffverbindungen in wässrigen Proben bestimmt werden. In Umweltproben kann es sich dabei um Ammoniumsalze, Nitrite und Nitrate handeln, in pharmazeutischen Proben um Aminosäuren und Proteine.

Bei der thermokatalytischen Oxidation entstehen Stickoxide, die mit einem Chemolumineszenzdetektor (CLD) oder einem elektrochemischen Detektor (ChD) bestimmt werden können.

3.5 Katalysatoren

Der Katalysator unterstützt als Sauerstoffüberträger die Verbrennung der Proben. Als Katalysator können Feststoffe eingesetzt werden, die im Temperaturbereich von 700 ... 950 °C katalytisch aktiv sind.

Der Platinkatalysator ist universell über den gesamten Arbeitsbereich für die Kohlenstoff- und Stickstoffbestimmung einsetzbar. Er arbeitet optimal bei einer Reaktionstemperatur von 800 °C. Durch seinen niedrigen Blindwert ermöglicht der Katalysator eine sichere und präzise Analyse niedriger Kohlenstoff- und Stickstoffgehalte. Der Katalysator arbeitet auch effektiv bei der Analyse hoch belasteter Wässer.

Um den Verschleiß zu minimieren, empfiehlt es sich, bei hoher Salzmatrix (z. B. Meerwasser) die Ofentemperatur auf Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes der Salze zu reduzieren.

Alternativ kann ein CeO₂-Katalysator bei einer Reaktionstemperatur von 850 °C eingesetzt werden.

3.6 Kalibrierung

3.6.1 Kalibrierstrategien

Mehrpunktkalibrierung mit konstantem Probenvolumen

In vielen Anwendungsfällen eignet sich die Mehrpunktkalibrierung mit konstantem Doziervolumen und mehreren Standards unterschiedlicher Konzentration.

Der Kalibrierbereich kann einen großen Konzentrationsbereich umfassen und soll nach den zu erwartenden Probenkonzentrationen festgelegt werden. Mehrere Standards werden mit der gewählten Methode vermessen.

Mehrpunktkalibrierung mit konstanter Konzentration

Außerdem kann eine Mehrpunktkalibrierung mit variablen Dosiervolumina und konstanter Konzentration durchgeführt werden. Diese Kalibrierstrategie ist besonders für Messungen bei sehr niedrigen Konzentrationen (<1 mg/l) interessant wie in der Pharmaindustrie üblich.

Stellen Sie nur eine Standardlösung für den Kalibrierbereich her. Anschließend vermisst der Analysator unterschiedliche Volumina dieses Standards. Unterschreiten Sie dabei nicht das niedrigste Standardvolumen von 2 ml.

Überprüfen Sie die Kalibrierung durch einen zweiten, unabhängig angesetzten Standard, um Fehler bei der Standardherstellung auszuschließen.

Berücksichtigen Sie für Messungen im Bereich niedriger Konzentrationen (<10 mg/l) den Blindwert des Ansatzwassers.

Einpunktkalibrierung

Für niedrige TOC-Konzentrationen wie beispielsweise in der Pharmaindustrie bietet die Einpunktkalibrierung eine sehr gute Lösung. Von großem Vorteil ist, dass der Geräteblindwert niedrig ist und der NDIR-Detektor über einen weiten Konzentrationsbereich linear misst.

Gehen Sie wie folgt vor, um den Fehler bei der manuellen Standardherstellung zu minimieren:

- Setzen Sie 3 Standards gleicher Konzentration an.
- Vermessen Sie diese Standards.
- Ermitteln Sie die Kalibrierkurve aus dem Mittelwert der Ergebnisse.

Berücksichtigen Sie bei der Einpunktkalibrierung den Blindwert des Ansatzwassers.

3.6.2 Tagesfaktor

Über den Tagesfaktor ist es möglich, die Kalibrierung mit einer Standardlösung zu überprüfen und zu korrigieren. Die Software multipliziert alle nachfolgenden Messergebnisse mit diesem Faktor.

Der Tagesfaktor F wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$F = c_{\text{soll}}/c_{\text{ist}}$$

3.6.3 Kalibrierverfahren

Sie können in der Software multiWin jeden Parameter (TC, TOC, TIC, etc.) einer Methode kalibrieren. Sie müssen aber nicht zwingend alle Parameter kalibrieren.

Sie können für jeden Parameter in einer Methode bis zu drei Kalibrierfunktionen für unterschiedliche Konzentrationsbereiche hinterlegen. Die Software ordnet die Messergebnisse automatisch dem richtigen Kalibrierbereich zu.

Die Software ermittelt die Kalibrierfunktion bezogen auf die Masse m pro injizierte Probe. Sie bestimmt lineare bzw. quadratische Kalibrierfunktionen entsprechend den folgenden Gleichungen durch Regressionsrechnung:

$$\text{Lineare Kalibrierfunktion: } c = (k_1 \times I_{\text{Netto}} + k_0)/V$$

$$\text{Quadratische Kalibrierfunktion: } c = (k_2 \times I_{\text{Netto}}^2 + k_1 \times I_{\text{Netto}} + k_0)/V$$

c: Sollkonzentration des Standards

V: Probenvolumen

I_{Netto} : Nettointegral

k_0, k_1, k_2 : Kalibrierkoeffizienten

Das Nettointegral ist das um den Blindwert des Ansatzwassers korrigierte Rohintegral. Sie können den Regressionstyp (linear oder quadratisch) festlegen. Es ist möglich, einzelne Messpunkte oder Messwerte für die Berechnung der aktuellen Kalibrierung auszuwählen (manuelle Ausreißerselektierung). Falls erforderlich, können Sie einzelne Standards nochmals bestimmen oder auch zusätzliche Messpunkte der Kalibrierung hinzugefügen.

Es können bis zu 20 Kalibrierpunkte verwendet werden, mit einer Zehnfachbestimmung pro Kalibrierpunkt. Die Ermittlung der Kalibrierfunktion kann entweder aus den Mittelwerten der Wiederholmessungen oder aus allen Einzelbestimmungen erfolgen.

TC/NPOC

Es wird der TC-Kanal kalibriert, für den Parameter TC direkt, für den Parameter NPOC nach Ausblasen der Probe.

Dabei gilt, dass die Konzentration c_{TC} proportional zum Integral I_{TC} ist: $c_{TC} = f(I_{TC})$.

TIC

Es wird der TIC-Kanal kalibriert.

Dabei gilt: $c_{TIC} = f(I_{TIC})$

Die ermittelten Parameter erscheinen in der Methode im Analysenkanal TIC. Die Berechnung der Analysenergebnisse erfolgt nach der ermittelten Kalibrierfunktion.

TOC

Der TOC wird nach dem Differenzverfahren ermittelt (TOC Diff). Allgemein werden für die Kanäle TC und TIC separate Kalibrierfunktionen ermittelt.

Die Berechnung von Analysenergebnissen erfolgt nach den ermittelten Kalibrierfunktionen für TC und TIC. Der TOC-Gehalt ergibt sich aus der folgenden Gleichung:

$$c_{TOC} = c_{TC} - c_{TIC}$$

Die Parameter erscheinen in der Methode in den Analysekanälen TIC und TC.

Die Parameter TC und TIC können gleichzeitig kalibriert werden. Dafür empfiehlt sich die Verwendung von Mischstandards wie z. B. Carbonat/ Hydrogencarbonat und Kaliumhydrogenphthalat oder Saccharose.

Die TIC- und TC-Kanäle können auch nacheinander mit verschiedenen Standards kalibriert werden. Dies ist sinnvoll, wenn ganz unterschiedliche Konzentrationsbereiche für den TC- und TIC-Kanal kalibriert werden sollen.

NPOC plus

Die Methode NPOC plus wird wie die Methode TOC (Diff) kalibriert. Vor der Analyse muss der TIC soweit ausgeblasen werden, dass die Anwendung der Differenzmethode sinnvoll wird.

Verfahrensablauf:

- getrennte Kalibrierung von TIC- und TC-Kanal
- Messung von Proben und Berechnung der Analysenergebnisse durch die Software
 - Ausblasen der angesäuerten Probe (3 ... 5 min)
 - Bestimmung des Rest-TIC mit der Kalibrierkurve
 - Bestimmung des TC mit der Kalibrierkurve
 - Berechnung des TOC aus der Differenz von TC und TIC

Die matrixabhängige Kalibrierung kommt realen Proben am nächsten. Dafür setzen Sie den Standardlösungen so viel Carbonat zu, bis sie einen TIC-Gehalt ähnlich dem der Proben erreichen.

TNb

Es wird der TN-Kanal kalibriert. Für die ermittelte Kalibrierfunktion gilt: $c_{TN} = f(I_{TN})$.

Die ermittelten Parameter erscheinen in der Methode im Analysenkanal TN.

3.6.4 Verfahrenskennndaten

Reststandardabweichung	Die Reststandardabweichung (Restvarianz) drückt die Streuung der Integralwerte um die Regressionsfunktion (Präzision der Regression) aus.
Verfahrensstandardabweichung	Die Verfahrensstandardabweichung beschreibt in eindeutiger und allgemeingültiger Weise die Güte der Kalibrierung. Zur eindeutigen Qualitätsbewertung einer Kalibrierung ist die Verfahrensstandardabweichung zu verwenden.
Verfahrensvariationskoeffizient	Der Verfahrensvariationskoeffizient (relative Verfahrensstandardabweichung) wird für den Vergleich verschiedener Kalibrierungen mit unterschiedlichen Kalibrierbereichen verwendet.
Korrelationskoeffizient	Der Korrelationskoeffizient vergleicht die Streuung der Kalibriermesspunkte der Regressionsfunktion mit der Gesamtstreuung der Kalibrierung. Liegen alle Kalibriermesspunkte auf der ermittelten Regressionsfunktion, ist der Korrelationskoeffizient +1 bzw. -1. Bei positivem Korrelationskoeffizienten steigt die Regressionsfunktion, bei negativem fällt sie.
Bestimmtheitsmaß	Das Quadrat des Korrelationskoeffizienten wird als Bestimmtheitsmaß bezeichnet.
Nachweisgrenze	Die Nachweisgrenze der Kalibrierung gibt die geringste Konzentration an, die mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit qualitativ vom Nullpunkt unterschieden werden kann. Die Nachweisgrenze sollte in jedem Fall kleiner als der niedrigste Kalibriermesspunkt sein.
Erfassungsgrenze	Die Erfassungsgrenze der Kalibrierung gibt die geringste Konzentration an, für die mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit ein Nachweis möglich ist.
Bestimmungsgrenze	Die Bestimmungsgrenze der Kalibrierung gibt die geringste Konzentration an, die mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit quantitativ vom Nullpunkt unterschieden werden kann.

3.6.5 Weitere Berechnungen

	Für alle Messungen, bei denen Mehrfachinjektionen durchgeführt werden, werden der Mittelwert (MW), die Standardabweichung (SD) und der Variationskoeffizient (VK) berechnet und angezeigt. Pro Probe kann maximal eine Zehnfachbestimmung durchgeführt werden.
Ausreißerselektierung	<p>Die Steuer- und Auswertesoftware kann automatisch Ausreißer selektieren. Dafür kann der Anwender in der Methode eine maximale Grenze für den Variationskoeffizienten oder auch für die Standardabweichung eingeben.</p> <p>Der Analysator führt die in der Methode vereinbarte minimale Anzahl von Messungen durch. Wenn die Streuung der Messwerte über dem vereinbarten Maximalwert (SD oder VK) liegt, erfolgen weitere Injektionen aus derselben Probe, bis die vorgegebene maximale Anzahl von Messungen erreicht ist.</p> <p>Nach jeder Messung ermittelt die Software für alle Kombinationen der Messwerte Variationskoeffizient und Standardabweichung. Wenn der Variationskoeffizient oder die Standardabweichung mindestens einer Kombination kleiner als der vorgegebene Maximalwert ist, erfolgt keine weitere Messung.</p> <p>Die Software ermittelt das Analyseergebnis aus der Kombination an Messwerten mit dem kleinsten Variationskoeffizienten bzw. der kleinsten Standardabweichung. Die nicht verwendeten Messungen werden als Ausreißer gestrichen.</p>

Werden Kohlenstoff und Stickstoff parallel bestimmt, erfolgt die Ausreißererkennung für jeden Parameter getrennt.

Mittelwert

Der Mittelwert des Endergebnisses wird aus den für die Einzelbestimmungen ermittelten Konzentrationen nach Streichen der Ausreißer berechnet.

3.7 Blindwerte

3.7.1 Wasserblindwerte

Ansatzwasserblindwert

Besonders für Messungen bei niedrigen TOC-Konzentrationen (im $\mu\text{g/l}$ -Bereich) muss der TOC-Gehalt des Wassers, das zum Ansetzen der Standards verwendet wird, berücksichtigt werden. Die Konzentration des Standards und der TOC-Blindwert des Ansatzwassers liegen häufig in der gleichen Größenordnung. Der Blindwert kann in der Kalibrierung berücksichtigt werden.

Der TOC-Gehalt des Ansatzwassers wird separat vor der Kalibrierung gemessen. Die Software zieht dann das für das Ansatzwasser bestimmte mittlere Integral für jeden Messpunkt der Kalibrierung vom ermittelten Bruttointegral ab.

$$I_{\text{Netto}} = I_{\text{Brutto}} - I_{\text{Ansatzwasser}}$$

Die Software ermittelt die Kalibrierfunktion aus den Nettointegralen. Mathematisch entspricht dies einer Parallelverschiebung der Kalibriergeraden.

Die Software berücksichtigt den Ansatzwasserblindwert auch bei der Bestimmung des Tagesfaktors.

Verdünnungsblindwert

Wenn die Probe verdünnt werden muss, ist der Blindwert des Verdünnungswassers von Interesse. Dieser Wert kann separat bestimmt oder von Hand in die Software eingegeben werden. Die Software berücksichtigt den Verdünnungsblindwert bei der Berechnung der Konzentration von verdünnten Proben.

Der Verdünnungsblindwert kann sich mit der Zeit ändern und muss deshalb vor Beginn einer Messreihe neu bestimmt werden. Andernfalls verwendet die Software den letzten Wert.

Der Verdünnungsblindwert wird in der Software immer auf ein Volumen von 1 ml normiert angegeben.

Verwendung Verdünnungsblindwert

Die Software berechnet für jede Messung auf Grundlage des Verdünnungsblindwerts, des verwendeten Probenvolumens und des Verdünnungsverhältnisses das tatsächliche Verdünnungswasserintegral (I_{vdBW}). Die Software zieht das Verdünnungswasserintegral (I_{vdBW}) dann vom experimentell bestimmten Rohintegral (I_{Roh}) ab.

$$I_{\text{vdBW}} = V_{\text{dBW}} \times (V_{\text{Probe}} - N_{\text{p}}/N_{\text{v}} \times V_{\text{Probe}})$$

$$I_{\text{eff}} = I_{\text{Roh}} - I_{\text{vdBW}}$$

V_{dBW} : Verdünnungsblindwert

V_{Probe} : Probenvolumen

I_{eff} : Effektivintegral

N_{p} : Anzahl Einheiten Primärprobe

N_{v} : Anzahl Einheiten Verdünnung

I_{Roh} : Rohintegral

I_{vdBW} : Verdünnungswasserintegral

Angabe der Verdünnung	<p>Anteile der Primärprobe: in Gesamtanteilen (z. B. 10 Teile in 100 Teilen).</p> <p>Das heißt, dass 10 ml Primärprobe zu 100 ml Gesamtvolumen mit Verdünnungswasser aufgefüllt werden.</p> <p>Für ein Verdünnungsverhältnis 1 in 1 ergibt sich $I_{\text{vdbw}} = 0$</p>
Berechnung Probenkonzentration	<p>In die Berechnung der Probenkonzentration c gehen das verwendete Probenvolumen und das Verdünnungsverhältnis ein:</p> $c = m/V_{\text{Probe}} \times N_V/N_P$ <p>Für die lineare Kalibrierfunktion ergibt sich die folgende Gleichung:</p> $c = (k_1 \times I_{\text{eff}} + k_0)/V_{\text{Probe}} \times N_V/N_P$ <p>Wenn der Anwender eine Probe verdünnt und das Verdünnungsverhältnis in die Software einträgt, berechnet die Software automatisch die Konzentration der unverdünnten Primärprobe und gibt sie im Analysenreport aus.</p>

3.7.2 Eluatblindwert

Der Eluatblindwert ist ein spezieller Blindwert für Proben aus der Reinigungsvalidierung oder Eluatherstellung. Er entspricht dem TOC-Gehalt des verwendeten Reinstwassers, welches z. B. zum Extrahieren/Eluieren von Swabs verwendet wurde.

Der Eluatblindwert ist ein fester Methodenparameter. Der Anwender kann den Eluatblindwert in der Methode aktivieren bzw. deaktivieren. Er kann den Eluatblindwert optional separat bestimmen und von Hand in die Software eingeben.

Der Blindwert kann sich mit der Zeit ändern und muss deshalb vor Beginn einer Messreihe neu bestimmt werden. Anderenfalls verwendet die Software den letzten Wert.

Der Eluatblindwert wird immer auf 1 ml normiert angegeben.

Bei der Durchführung einer Kalibrierung wird der Eluatblindwert nicht berücksichtigt. Die Kalibrierung erfolgt mit herkömmlichen Standards, bei denen lediglich der Ansatzwasserblindwert berücksichtigt wird.

Wenn Proben mit einer sogenannten Eluatmethode vermessen werden, zieht die Software das Integral des Blindwertes vom Integral der Probenmessung automatisch ab.

$$I_{\text{eff}} = I_{\text{Roh}} - I_{\text{Eluatblindwert}}$$

I_{eff} : Effektivintegral

I_{Roh} : Rohintegral

$I_{\text{Eluatblindwert}}$: Eluatblindwert

3.7.3 Schiffchenblindwert

Für Feststoffmethoden kann der Anwender den Schiffchenblindwert bestimmen. Dafür bringt er ein leeres bzw. ein Schiffchen mit Probenzusätzen in den Verbrennungsofen ein und analysiert es.

Der Anwender kann den Schiffchenblindwert optional separat bestimmen und in der Steuer- und Auswertesoftware eingeben.

Der Schiffchenblindwert kann sich mit der Zeit ändern und muss deshalb vor Beginn einer Messreihe neu bestimmt werden. Andernfalls verwendet die Software den letzten Wert.

3.8 Systemeignungstest

In der pharmazeutischen Industrie dienen Systemeignungstests der Validierung von analytischen Methoden und Geräten, um die Eignung des ausgewählten Verfahrens zu dokumentieren.

Für die TOC-Analytik im Reinstwasserbereich für pharmazeutische Zwecke, wie z. B. WFI (Wasser für Injektionen), wird die Wiederfindungsrate einer schwer oxidierbaren Verbindung im Vergleich zu einer leicht oxidierbaren Verbindung bestimmt.

Die Standards und deren Konzentrationen werden in den Pharmakopöen, z. B. im Europäischen Arzneibuch oder in der USP (United States Pharmacopeia), vorgegeben. Hier wird Saccharose als leicht oxidierbare und p-Benzochinon als schwer oxidierbare Verbindung festgelegt. Das Verhältnis von Wiederfindungsrate p-Benzochinon zu Wiederfindungsrate Saccharose muss im Bereich von 85 ... 115 % liegen. Nur dann ist das ausgewählte Verfahren geeignet.

Vorgehen:

- ▶ Eine Referenzlösung aus Saccharose und TOC-Wasser mit einer Konzentration von 500 µg/l ansetzen. Das entspricht einer Konzentration von 1,19 mg/l Saccharose.
- ▶ Eine Lösung aus p-Benzochinon und TOC-Wasser zur Untersuchung der Systemeignung ansetzen, die ebenfalls eine Konzentration von 500 µg/l hat. Das entspricht einer Konzentration von 0,75 mg/l p-Benzochinon.
- ▶ Die TOC-Konzentration der Referenzlösung, der Systemeignungslösung und des TOC-Wassers im ausgewählten Modus (Direkt- oder Differenzmethode) bestimmen.

Die Effektivität des Systems in Prozent errechnet sich aus folgender Formel:

$$E = (r_{ss} - r_w) / (r_s - r_w) \times 100$$

E: Effektivität des Systems in %

r_s : TOC der Referenzlösung (Saccharose)

r_{ss} : TOC der Systemeignungslösung (p-Benzochinon)

r_w : TOC des verwendeten TOC-Wassers (Ansatzwasserblindwert)

4 Installation und Inbetriebnahme

4.1 Aufstellbedingungen

4.1.1 Umgebungsbedingungen

- Dieses Laborgerät ist für die Verwendung in Innenräumen vorgesehen.
- Vermeiden Sie die direkte Einstrahlung von Sonnenlicht und die Abstrahlung von Heizkörpern auf das Gerät. Sorgen Sie, falls nötig, für Raumklimatisierung.
- Der Aufstellort muss frei von Zugluft, Staub und ätzenden Dämpfen sein.
- Die Raumluft muss möglichst TOC- und NO_x-arm sein.
- Vermeiden Sie mechanische Erschütterungen und Vibrationen.
- Stellen Sie das Gerät nicht in der Nähe elektromagnetischer Störquellen auf.
- Stellen Sie das Gerät auf einer hitzebeständigen, säurefesten Oberfläche auf.
- Stellen Sie das Gerät so auf, dass es von allen Seiten gut zugänglich ist.
- Halten Sie die Lüftungsschlitze frei und verstellen Sie die Lüftungsschlitze nicht durch andere Geräte.

An die klimatischen Verhältnisse im Betriebsraum werden die folgenden Anforderungen gestellt:

Betriebstemperatur	+10 ... 35 °C (Klimatisierung empfohlen)
Maximale Luftfeuchte	90 % bei 30 °C
Luftdruck	0,7 ... 1,06 bar
Lagertemperatur	5 ... 55 °C
Luftfeuchte bei Lagerung	10 ... 30 % (Trockenmittel verwenden)
Einsatzhöhe (maximal)	2000 m

4.1.2 Gerätelayout und Platzbedarf

Das Grundgerät und seine Module wurden als Tischgeräte konzipiert. Der Platzbedarf ergibt sich aus allen Komponenten des Messplatzes.

Weitere Komponenten des Messplatzes:

- PC, Monitor und Drucker können auf einem Beistelltisch untergebracht werden.
- Ein säurebeständiger Abfallbehälter wird auf oder unter dem Tisch platziert.
- Die Probengeber AS 10e und AS 21hp werden an der rechten Seitenwand des Grundgeräts montiert. Die Probengeber können alternativ neben dem Gerät platziert werden.
- Die Probengeber AS vario, AS vario ER und EPA Sampler sind links neben dem Gerät aufzustellen.
Beim Modell multi N/C pharma HT sind diese Probengeber rechts neben dem Gerät zu platzieren.
- Der Stickstoffdetektor CLD wird rechts neben dem Grundgerät aufgestellt.
Beim Modell multi N/C pharma HT ist der Stickstoffdetektor links neben dem Gerät zu platzieren.
- Der Stickstoffdetektor ChD (ca. 0,5 kg) wird im Grundgerät verbaut.
- Das integrierte Feststoffmodul (Swab-Test Module) wird an der linken Seitenwand des Grundgeräts montiert.
- HT 1300 und manuelles TIC-Feststoffmodul werden rechts neben dem Grundgerät platziert. Das Feststoffmodul HT 1300 kann mit der Frontseite oder mit seiner linken Seite nach vorn aufgestellt werden.

- Der Feststoff-Probengeber FPG 48 wird vor dem Feststoffmodul HT 1300 platziert.

Komponente	Maße (Breite x Höhe x Tiefe)	Gewicht
Grundgerät	513 x 464 x 550 mm	30 kg
Modulares Messsystem multi N/C 3100 duo (Grundgerät + Probengeber AS vario ER + Feststoffmodul HT 1300 Probengeber FPG 48)	2215 x 550 x 650 mm (mindestens)	85 kg
Probengeber AS 10e	260 x 390 x 320 mm	4,5 kg
Probengeber AS 21hp	260 x 390 x 320 mm	4,5 kg
Probengeber AS vario, AS vario ER	350 x 470 x 400 mm	15 kg
EPA Sampler	500 x 560 x 400 mm	15 kg
Stickstoffdetektor CLD	300 x 470 x 550 mm	12,5 kg
Swab-Test Module	300 x 80 x 80 mm	3 kg
Feststoffmodul HT 1300	510 x 470 x 550 mm	22 kg
Probengeber FPG 48	500 x 460 x 650 mm	20 kg
Manuelles TIC-Feststoffmodul	300 x 470 x 550 mm	10 kg

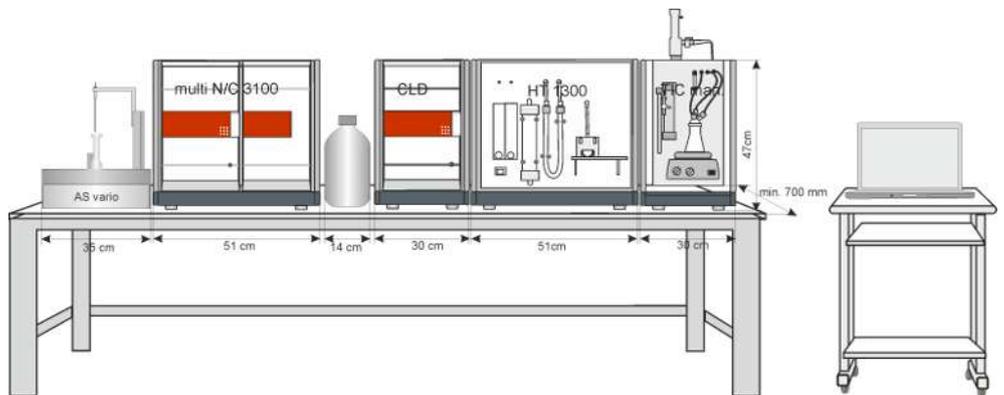


Abb. 19 Platzbedarf multi N/C 3100 mit Modulen

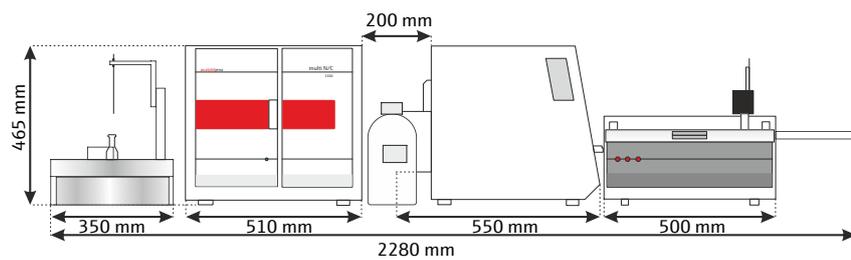


Abb. 20 Platzbedarf modulares Messsystem multi N/C 3100 duo

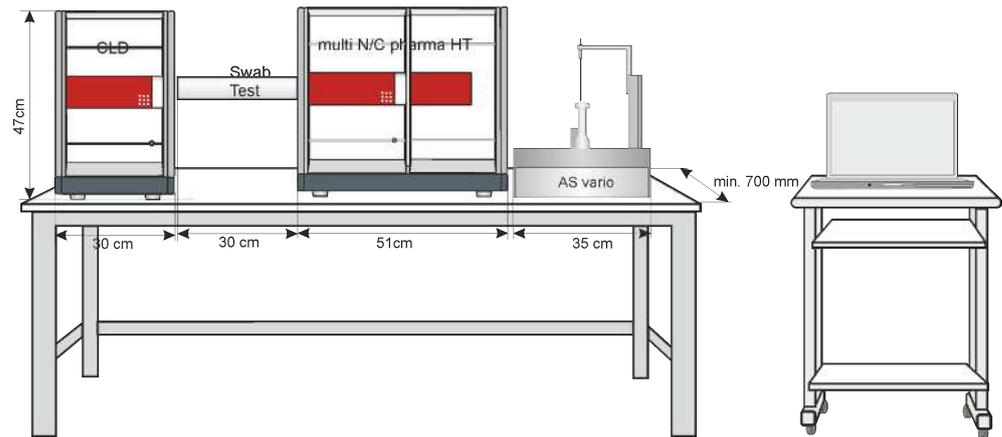


Abb. 21 Platzbedarf multi N/C pharma HT mit Modulen

4.1.3 Energieversorgung



WARNUNG

Gefahr durch elektrische Spannung

- Das Gerät nur an eine ordnungsgemäß geerdete Steckdose entsprechend der Spannungsangabe auf dem Typenschild anschließen.
- Keinen Adapter in der Netzzuleitung verwenden.

Das Gerät wird am Einphasen-Wechselstrom-Netz betrieben.

Die Installation der elektrischen Anlage des Labors muss der Norm DIN VDE 0100 entsprechen. Am Anschlusspunkt muss elektrischer Strom nach Norm IEC 60038 zur Verfügung stehen.

4.1.4 Gasversorgung

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

Der Anschlusschlauch wird mitgeliefert:

- Außendurchmesser 6 mm
- Innendurchmesser 4 mm

4.2 Gerät auspacken und aufstellen

Das Gerät wird durch ein Transportunternehmen direkt bis zum endgültigen Gerätestandort angeliefert. Bei Anlieferung durch diese Firma, ist die Anwesenheit eines für die Geräteaufstellung Zuständigen abzusichern.

Es ist unbedingt erforderlich, dass alle zur Bedienung des Gerätes vorgesehenen Personen bei der Einweisung durch den Servicetechniker anwesend sind.

Das Gerät darf nur durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von der Analytik Jena autorisierte Personen aufgestellt, installiert und repariert werden.

Beachten Sie bitte bei der Installation und Inbetriebnahme Ihres Gerätes die Hinweise im Abschnitt "Sicherheitshinweise". Die Einhaltung dieser Sicherheitshinweise ist die Voraussetzung für eine störungsfreie Installation und Funktion Ihres Messplatzes. Befolgen Sie alle Warnungen und Hinweise, die auf dem Gerät selbst angebracht sind oder die vom Steuer- und Auswerteprogramm angezeigt werden.

Für einen störungsfreien Betrieb sorgen Sie bitte dafür, dass die Aufstellbedingungen eingehalten werden.

4.2.1 Analysator aufstellen und in Betrieb nehmen

Nach der Erstinbetriebnahme kann es vorkommen, dass Sie das Gerät erneut transportieren oder lagern möchten. Sie können den Analysator wie folgt wieder in Betrieb nehmen. Analytik Jena empfiehlt immer eine Aufstellung durch den Kundendienst.

- ▶ Das Grundgerät, das Zubehör und die Ergänzungsgeräte vorsichtig aus den Transportverpackungen herausnehmen. Die Transportverpackungen für einen späteren Transport aufbewahren.
- ▶ Den Analysator auf den vorgesehenen Platz stellen.
- ▶ Die Klebebänder an den Türen und Seitenwänden entfernen.
- ▶ Die Klebebänder an der oberen Abdeckung entfernen. Die obere Abdeckung abnehmen.
- ▶ Die linke Seitenwand öffnen:
 - Die vier Befestigungsschrauben abschrauben. Die Schrauben sind unverlierbar und bleiben in der Wand.
 - Den Schutzleiteranschluss abziehen. Die Seitenwand sicher ablegen.
- ▶ Alle übrigen Klebebänder und Schutzbeutel entfernen.
- ▶ Den Verbrennungsofen einbauen.
- ▶ Die Kondensationsschlange im Geräteinneren montieren.
- ▶ Das Verbrennungsrohr füllen. Das Verbrennungsrohr in den Verbrennungsofen einsetzen.
- ▶ Die linke Seitenwand des Analysators wieder schließen:
 - Den Schutzleiteranschluss an der Seitenwand anstecken.
 - Die Schrauben an der unteren und anschließend an der oberen Seite anschrauben. Die Schrauben reihum festziehen.
- ▶ Die Fronttüren öffnen.
- ▶ Die Halogenfalle und die Wasserfallen einbauen.
- ▶ Das TIC-Kondensatgefäß an der Frontseite montieren.
- ▶ Die Kanülen mit den Schläuchen AA und 7 verbinden. Die Fingertight-Verbindungen handfest anziehen.
- ▶ Die obere Ofenabdeckung wieder auflegen.
- ▶ Die Reagenzienflasche mit der Auffangschale in den Analysator stellen.
- ▶ Die Türen des Analysators schließen.
 - ✓ Das Gerät ist aufgestellt.

Sehen Sie dazu auch

 [Wartung und Pflege \[▶ 88\]](#)

4.2.1.1 Analysator anschließen

Der Netzanschluss und Medienanschlüsse befinden sich auf der Rückseite des Analysators.

Ein Schema in der Mitte erklärt die verschiedenen Anschlüsse.



Abb. 22 Geräterückseite

- | | |
|--|---|
| 1 Hauptschalter "power switch" | 2 Lade für Netzsicherung "FUSE" |
| 3 Netzanschluss "main plug" | 4 Gasanschluss "analyte" |
| 5 Gasanschluss "pump" | 6 Gasanschluss "CLD" |
| 7 Brücke für Gasanschluss des POC-Moduls | 8 Anschluss für Trägergas "O ₂ /Air" |
| 9 Anschluss POC-Modul (optional) | 10 Anschluss des Nullleiters am Probengeber |
| 11 Abfall "waste" | 12 RS 232 Schnittstelle für Probengeber "sampler" |
| 13 RS 232 Schnittstelle für CLD und Feststoffmodule "CLD/HT" | 14 USB 2.0 Schnittstelle "PC" |

Netzanschluss herstellen



HINWEIS

Gefahr von Schäden an der empfindlichen Elektronik

- Das Gerät und die weiteren Komponenten nur im ausgeschalteten Zustand an das Netz anschließen.
- Elektrische Verbindungskabel zwischen den Systemkomponenten nur im ausgeschalteten Zustand anschließen und lösen.



HINWEIS

Schäden an der Elektronik durch Kondenswasser

Größere Temperaturunterschiede können zur Bildung von Kondenswasser führen, das die Geräteelektronik schädigen kann.

- Lassen Sie das Gerät nach Lagerung oder Transport in kälterer Umgebung mindestens eine Stunde bei Raumtemperatur akklimatisieren, bevor Sie es einschalten.

- ▶ Die Anschlussleitung an den Netzanschluss an der Rückseite des Analysators anschließen.
- ▶ Den Netzstecker an eine Schutzkontaktsteckdose anschließen.
- ▶ Das Gerät noch nicht einschalten.

Gase anschließen

Sie sind für die Bereitstellung des Gasanschlusses im Labor verantwortlich. Stellen Sie sicher, dass der Vordruck am Druckminderer zwischen 400 ... 600 kPa eingestellt ist.

- ▶ Das Trägergas anschließen. Dafür den mitgelieferten Anschluss Schlauch am Druckminderer der Gasversorgung anschließen.
- ▶ Den Trägergasschlauch am Gasanschluss "O₂/Air" an der Geräte Rückseite anschließen.
 - Dafür den Schlauch in den Schnellverschluss stecken.
 - Um den Schlauch später wieder zu lösen, den rote Ring nach hinten drücken und den Schlauch aus dem Anschluss ziehen.

Zubehör anschließen



WARNUNG

Verätzungsgefahr durch konzentrierte Säuren

Konzentrierte Säuren sind stark ätzend und wirken zum Teil oxidierend.

- Bei der Handhabung von konzentrierten Säuren Schutzbrille und Schutzkleidung tragen. Unter dem Abzug arbeiten.
- Alle Hinweise und Vorgaben aus den Sicherheitsdatenblättern befolgen.

Schließen Sie die Reagenzienflasche und Zubehöerteile wie folgt an:

- ▶ Den Abfallschlauch an den Anschluss "waste" an der Rückwand des Analysators anschließen. Das freie Schlauchende in ein geeignetes Abfallgefäß führen.
- ▶ Die Fronttüren am Analysator öffnen.
- ▶ Die Reagenzienflasche mit Phosphorsäure (10 %) füllen. Die Flasche mit Auffangschale in den Analysator stellen.
- ▶ Die Schläuche 4 und AC an die Reagenzienflasche mit Phosphorsäure anschließen.
 - ✓ Der Analysator ist in Betrieb genommen.

4.3 Zubehöre anschließen



HINWEIS

Gefahr von Schäden an der empfindlichen Elektronik

- Das Gerät und die weiteren Komponenten nur im ausgeschalteten Zustand an das Netz anschließen.
- Elektrische Verbindungskabel zwischen den Systemkomponenten nur im ausgeschalteten Zustand anschließen und lösen.

4.3.1 Probengeber AS 10e und AS 21hp

Probengeber AS 10e

Der Probengeber ist mit einem drehbaren Probenteller für 10 Probengefäße mit einem Volumen von 50 ml ausgestattet. Optional können auch Probengefäße mit einem Volumen von 40 ml verwendet werden.



Abb. 23 Probengeber AS 10e

Der Probengeber kann mit zwei Kanülen bestückt werden. Dadurch kann der Probengeber Proben für die NPOC-Analyse automatisch ausblasen.

Bei der **NPOC-Analyse** wird die Probe außerhalb des Analysators mit verdünnter Säure auf einen pH-Wert <2 angesäuert. Der Probengeber bläst leichtflüchtige organische Verbindungen sowie das gebildete CO₂ mithilfe des Trägergases aus der Probe aus. Anschließend bestimmt der Analysator den verbleibenden organischen Kohlenstoff.

Der Probengeber arbeitet bei der NPOC-Analyse **sequentiell**:

- Der Probengeber bläst zunächst leichtflüchtige organische Verbindungen und CO₂ aus einer Probe aus.
- In einem zweiten Schritt nimmt der Probengeber die vorbereitete Probe auf und überführt sie über den Ansaugschlauch in den Analysator.

Probengeber AS 21hp

Der Probengeber ist mit einem drehbaren Probenteller für 21 Probengefäße mit einem Volumen von 50 ml ausgestattet. Optional können auch Probengefäße mit einem Volumen von 40 ml verwendet werden.

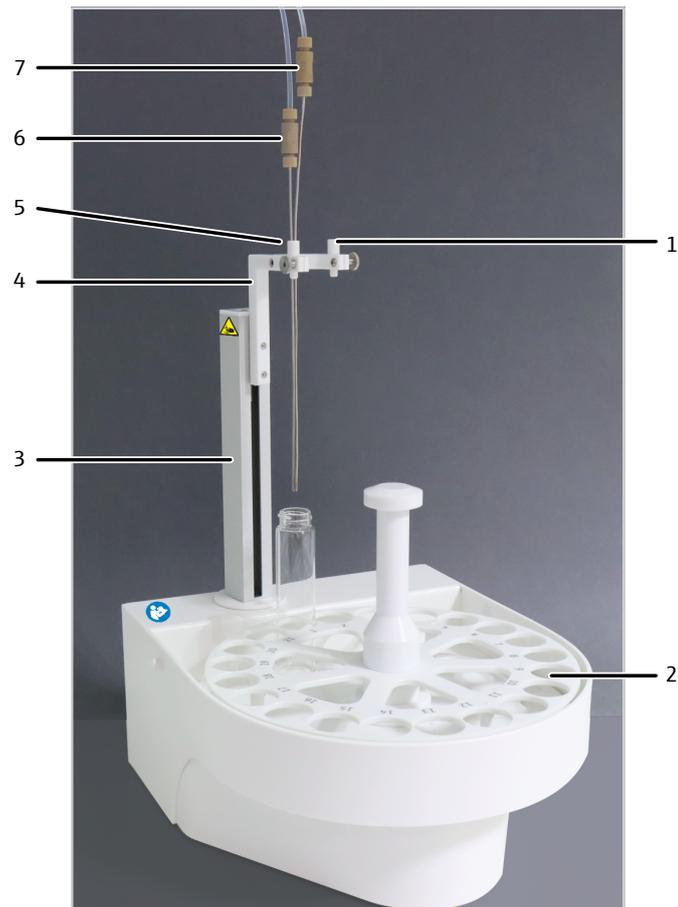


Abb. 24 Probengeber AS 21hp

- | | |
|---|--|
| 1 Hülse (mit 1 Bohrung) zur Halterung Ausblaskanüle | 2 Probenteller (drehbar, 21 Proben) |
| 3 Probengeberarm mit Z-Antrieb | 4 Kanülenhalter |
| 5 Hülse (mit 2 Bohrungen) | 6 Probenansaugkanüle mit Verschraubung |
| 7 Ausblaskanüle mit Verschraubung | |

Der Probengeber kann mit zwei Kanülen bestückt werden. Dadurch kann der Probengeber Proben für die NPOC-Analyse automatisch ausblasen.

Der Probengeber wird mit einem Kanülenhalter für zwei Kanülen geliefert. Über den Halter werden die beiden Kanülen auf Abstand gehalten. Dadurch kann der Probengeber eine Probe ansaugen und parallel dazu eine zweite Probe ausblasen (**paralleles Ausblasen**). Der Probengeber kann bei der NPOC-Analyse optional auch sequentiell arbeiten.

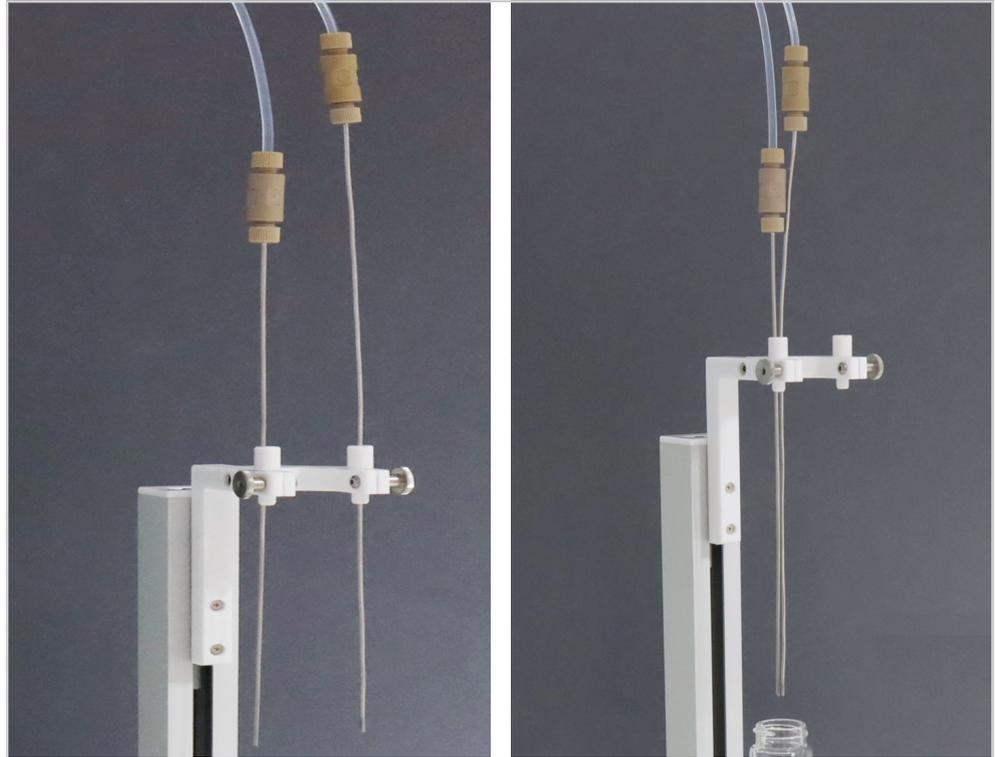


Abb. 25 Paralleles Ausblasen (links) und sequentielles Ausblasen (rechts)

Der Probengeber verfügt über einen integrierten Magnetrührer. Der Magnetrührer homogenisiert partikelhaltige Proben vor der Probenaufnahme automatisch. Sie können die Rührgeschwindigkeit in der Software multiWin in der Methode unter den Prozessparametern festlegen.

Probengeber im Betrieb

Beide Probengeber können mithilfe des mitgelieferten Halters an der rechten Seite des Analysators befestigt werden. Die Probengeber können alternativ neben dem Analysator aufgestellt werden.



Abb. 26 Probengeber über Halter am Analysator befestigt

Das externe Netzteil versorgt die Probengeber mit Betriebsspannung (24 V DC). Die Probengeber haben keinen Netzschalter. Der Anschluss an den Analysator erfolgt über die RS 232 Schnittstelle auf der Unterseite des Probengebers.

Abdeckhaube (optional)

Eine Abdeckhaube wird als optionales Zubehör für beide Probengeber angeboten. Die Abdeckhaube schützt den Probenraum vor Umwelteinflüssen aus der Laboratmosphäre.

4.3.1.1 Probengeber aufstellen und in Betrieb nehmen



VORSICHT

Verletzungsgefahr an beweglichen Teilen

Im Fahrbereich des Probengeberarms besteht Verletzungsgefahr. Zum Beispiel können die Hand oder Finger gequetscht werden.

- Halten Sie im Betrieb einen Sicherheitsabstand zum Probengeber ein.



HINWEIS

Gefahr von Geräteschäden

Wenn der Probengeberarm im Betrieb behindert wird, können die Antriebe zerstört werden.

- Berühren Sie den Probengeberarm nicht während des Betriebes.
 - Führen Sie die manuelle Justierung nur im ausgeschalteten Zustand durch.
-
- ▶ Den Analysator vor Installation des Probengebers ausschalten.
 - ▶ Den Schutzleiter auf den Anschluss auf der Rückseite des Analysators stecken. Den Schutzleiter mit dem Anschluss auf der Unterseite des Probengebers verbinden.
 - ▶ Das niederspannungsseitige Kabel des externen Netzteils am Anschluss auf der Unterseite des Probengebers anschließen. Das Netzteil noch nicht mit dem Netz verbinden.
 - ▶ Den Probengeber über das Schnittstellenkabel mit dem Analysator verbinden (Schnittstelle auf der Unterseite des Probengebers und Schnittstelle "sampler" an der Rückseite des Analysators).

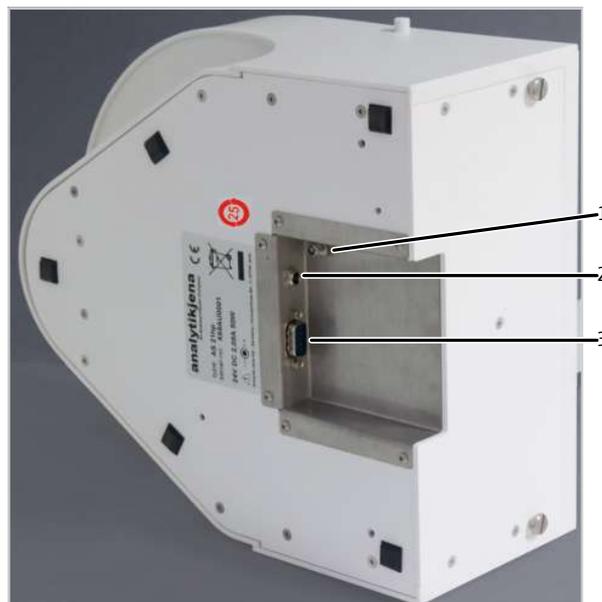


Abb. 27 Anschlüsse auf der Unterseite des Probengebers

- | | |
|---|-----------------------|
| 1 Anschluss Kabel für Potentialausgleich (Schutzleiter) | 2 Anschluss Netzkabel |
| 3 Schnittstelle zum Analysator | |
- ▶ Den Probengeber mit dem Halter an der Seite des Analysators befestigen.

- Den Halter mithilfe der zwei Rändelschrauben auf der rechten Seite des Analysators anschrauben.
- Den Probengeber in den Halter einhängen. Dafür die beiden Rändelschrauben auf der Rückseite des Probengebers in die Schlitze des Halters einführen.

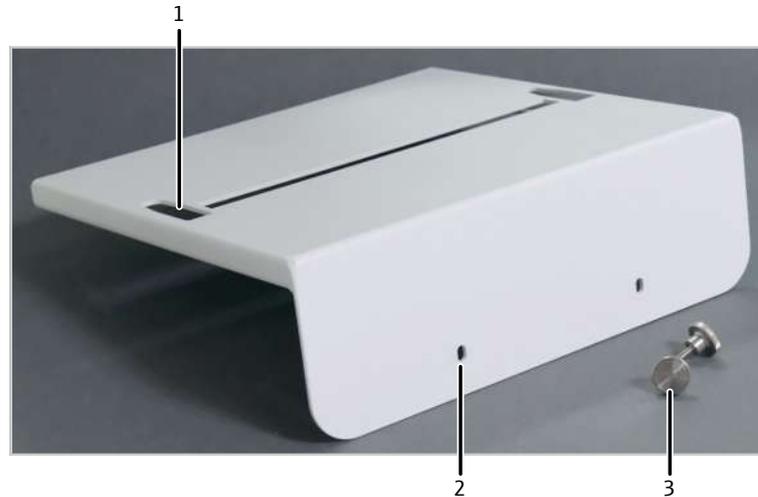


Abb. 28 Halter

- | | |
|---|---|
| <p>1 Schlitz zum Einhängen des Probengebers</p> <p>3 Rändelschraube</p> | <p>2 Bohrung zur Befestigung auf Analysator</p> |
|---|---|

- ▶ **Alternativ:** Den Probengeber links neben dem Analysator aufstellen.
- ▶ Den Probenteller auf den Probengeber aufsetzen. Auf Einrasten achten.
- ▶ Ein Probengefäß in die Position 1 des Probentellers stellen.
Nur für Probengeber AS 21hp: Ein Magnetührstäbchen in das Probengefäß legen.
- ▶ Die Kanülen in den Kanülenhalter einsetzen. Dafür die beiden Kanülen durch die Hülse mit zwei Löchern (für sequentielles Ausblasen) führen.
- ▶ Die Kanülen manuell in der Höhe justieren, sodass die Kanülenspitzen in der höchsten Position des Probengeberarms 1 bis 2 cm über dem Gefäßrand stehen und bei der Drehung des Probentellers nicht die Gefäße streifen.
- ▶ Die Kanülen durch leichtes Anziehen der Rändelmutter fixieren.
- ▶ Die Schläuche vom Analysator über Fingertight-Verbindungen an die Kanülen anschließen:
 - Schlauch AA – Probenansaugschlauch
 - Schlauch 7 – Ausblasschlauch für NPOC-Messungen
 - Dafür den Schlauch durch die Hohlschraube führen (siehe Abbildung).
 - Den Dichtkegel mit der konischen Seite zur Hohlschraube hin auf den Schlauch schieben. Dichtkegel und Schlauch müssen bündig abschließen.
 - Die Fingertight-Verbindung wieder festschrauben.

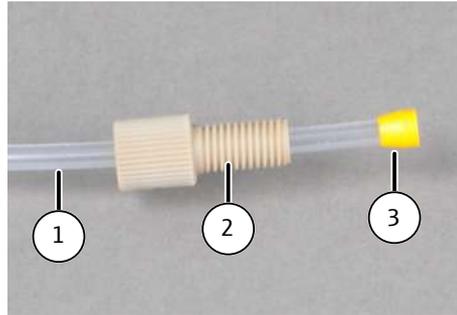


Abb. 29 Fingertight-Verbindung

- 1 Schlauch
- 2 Hohlschraube
- 3 Dichtkegel

Konfiguration prüfen und ändern

- ▶ Das Netzteil mit dem Netz verbinden.
- ▶ Den Analysator anschalten. Das Programm multiWin starten und das Analysensystem initialisieren.
- ▶ Die Gerätekonfiguration über den Menübefehl **Apparatur | System-Information** im Fenster **multiWin set-up Info** prüfen.
- ▶ Wenn nötig, die Konfiguration ändern:
 - Das Programm multiWin beenden.
 - Auf der Windows-Oberfläche das Setup Tool über **Start | Programme | multiWin | multiWin setup tool** starten.
 - In der Liste **Sampler** den Probengebertyp auswählen.
 - Das Fenster **multiWin set-up tool** mit **[Create]** verlassen.
 - Das Programm multiWin starten und das Analysensystem initialisieren.
 - Mit dem Menübefehl **Konfiguration | Optionen bearbeiten** das Fenster **Optionen** aufrufen. Zur Karte **Gerätekomponenten** gehen.
 - In der Gruppe **Sampler** die passende Tablett- und Gefäßgröße auswählen.
- ▶ Das Fenster mit **[OK]** verlassen.

Probengeber justieren

Bei der Justage werden die Kanülen zum Probenteller justiert, sodass sie optimal in die Probengefäße eintauchen. Eine Justage ist bei der Inbetriebnahme sowie nach Umbau, Transport oder Lagerung durchzuführen.

- ▶ Die Eintauchtiefe der Kanülen in das Gefäß (z-Richtung) softwaregesteuert justieren:
 - Mit dem Menübefehl **Apparatur | Justierung Probengeber** das gleichnamige Fenster aufrufen.



Abb. 30 Fenster Justierung-Probengeber

- In der Gruppe **Bitte Justierposition auswählen** den Eintrag **Position 1** wählen.
- Auf **[Position 1 justieren]** klicken. Der Probengeberarm senkt die Kanülen in das Gefäß auf Position 1 ab.
- Wenn nötig, die z-Werte erhöhen oder verringern. Nach jeder Änderung auf **[Position 1 justieren]** klicken, um die Änderung zu überprüfen.
- Beim Probengeber AS 21hp einen Abstand von etwa 0,5 cm zum Magnetrührstäbchen einhalten, sodass sich das Stäbchen frei bewegen kann und nicht die Kanülen beschädigt.
- Wenn die Justierung abgeschlossen ist, das Fenster mit **[Speichern]** schließen.
- ✓ Der Probengeber ist betriebsbereit.

4.3.1.2 Umbau für paralleles Ausblasen (AS 21hp)

Der Probengeber AS 21hp ist mit einem Kanülenhalter ausgestattet, der zwei Kanülen aufnehmen und auf Abstand halten kann. Der Probengeber kann durch Umstecken der Kanülen einfach auf die Funktion "Paralleles Ausblasen" umgerüstet werden.

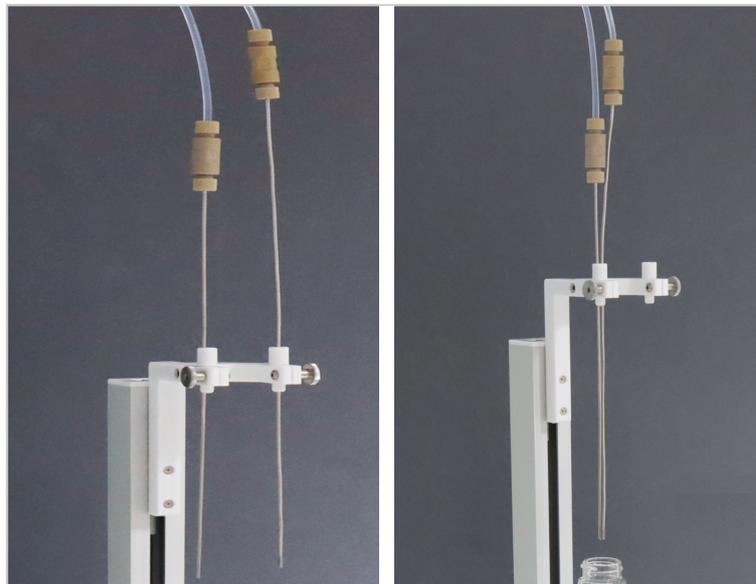


Abb. 31 Paralleles Ausblasen (links) und sequentielles Ausblasen (rechts)

- ▶ Die Kanülen gemäß der Abbildung (links) in die beiden Positionen des Kanülenhalters einsetzen. Die Kanülen nur leicht mit den Rändelschrauben fixieren.
- ▶ Zwei Probengefäße in die Positionen 1 und 2 des Probentellers unter die beiden Kanülen stellen.
- ▶ Magnetrührstäbchen in die Gefäße legen.
- ▶ Die Kanülen manuell in der Höhe justieren, sodass die Kanülenspitzen in der höchsten Position des Probengeberarms 1 bis 2 cm über dem Gefäßrand stehen und bei der Drehung des Probentellers nicht die Gefäße streifen können.
- ▶ Die Kanülen durch leichtes Anziehen der Rändelmuttern fixieren.
- ▶ Die Schläuche über Fingertight-Verbindungen an die Kanülen anschließen:
Probenansaugschlauch AA – Anschluss an die Kanüle über Position 1
Ausblasschlauch für NPOC-Messungen 7 – Anschluss an die Kanüle über Position 2
- ▶ Die Konfiguration prüfen und den Probengeber justieren. Probengeber aufstellen und in Betrieb nehmen

Sehen Sie dazu auch

☞ Probengeber aufstellen und in Betrieb nehmen [▶ 47]

4.3.2 Probengeber AS vario



VORSICHT

Verletzungsgefahr an beweglichen Teilen

Im Fahrbereich des Probengeberarms besteht Verletzungsgefahr. Zum Beispiel können die Hand oder Finger gequetscht werden.

- Halten Sie im Betrieb einen Sicherheitsabstand zum Probengeber ein.



HINWEIS

Geräteschaden durch Inbetriebnahme mit Transportsicherung

Wenn Sie das Gerät mit eingelegerter Transportsicherung in Betrieb nehmen, können die Antriebe beschädigt werden.

- Transportsicherung vor Inbetriebnahme entfernen.



HINWEIS

Gefahr von Geräteschäden

Wenn der Probengeberarm im Betrieb behindert wird, können die Antriebe zerstört werden.

- Berühren Sie den Probengeberarm nicht während des Betriebes.
- Führen Sie die manuelle Justierung nur im ausgeschalteten Zustand durch.

Für den Probengeber sind 6 verschiedene Proben-Tabletts erhältlich. Zu jedem Proben-Tablett gibt es eine passende Kanülenhalterung. Die Kanüle(n) können durch Ansaugen von Probe bzw. von Reinstwasser vor der Probenaufnahme von innen gespült werden.

Für das Modell AS vario ER sind 4 Proben-Tabletts erhältlich.

Proben-teller

Max. Probenzahl	Probengefäß	AS vario	AS vario ER
20	100 ml	ja	nein
47	12 ml + 50 ml	ja	ja
52	100 ml	ja	nein
72	40 ml + 50 ml	ja	ja
100	20 ml	ja	ja
146	12 ml	ja	ja

Technische Daten

Betriebsspannung	24 V DC über externes Netzteil
Leistungsaufnahme	50 VA
Netzspannung externes Netzteil	100 ... 240 V, 50/60 Hz (autosensing)
Abmessungen (B x H x T)	350 x 470 x 400 mm

Der Probengeber wird neben dem Analysator platziert. Er kann mit 2 Kanülen bestückt werden.

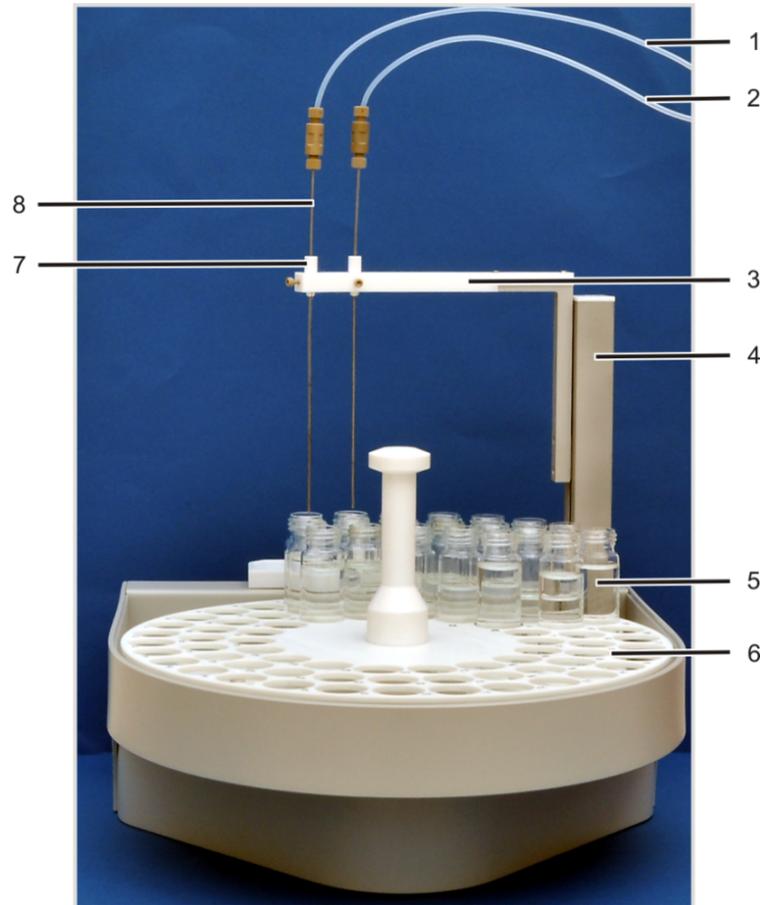


Abb. 32 Aufbau des Probengebers AS vario

- | | |
|--|--|
| 1 Verbindungsschlauch zum Analysator
(Ausblasschlauch für NPOC-Messungen) | 2 Verbindungsschlauch zum Analysator
(Probenansaugschlauch) |
| 3 Kanülenhalterung | 4 Probengeberarm |
| 5 Probengefäß | 6 Probenteller |
| 7 Hülse | 8 Kanüle |

Das Modell AS vario ER ist besonders dann geeignet, wenn flüssige Proben mit einem hohen Gehalt an Feststoffpartikeln untersucht werden sollen. Das Modell ist mit einer zusätzlichen Kanülenreinigung ausgerüstet, mit der die Kanüle(n) von außen mit Reinstwasser gespült werden. Bei der Inbetriebnahme des Probengebers muss zusätzlich die Reinstwasserversorgung für die Kanülenreinigung installiert werden. Sie kann für alle Messverfahren und insbesondere für die NPOC-Analyse mit parallelem Ausblasen genutzt werden. Bei Verwendung anderer Probenteller wird der Block mit den Spülgefäßen einfach vom Probengeber abgezogen und gewechselt.



Abb. 33 Aufbau des Probengebers AS vario ER

- | | |
|--|--|
| 1 Kanüle zur Verbindung mit dem Probenansaugschlauch | 2 Kanülenhalterung (hier mit Nr. 72) |
| 3 Probenteller für 72 | 4 Reinstwasserflasche |
| 5 Kanülerspülung | 6 Kanüle zur Verbindung mit dem Ausblasschlauch für NPOC-Messungen |

Entfernen der Transportsicherung

Der Probengeber ist für den Transport mit einer Sicherungsschraube an der Unterseite des Probengebers gesichert. Bewahren Sie die Transportsicherung für einen späteren Transport auf.

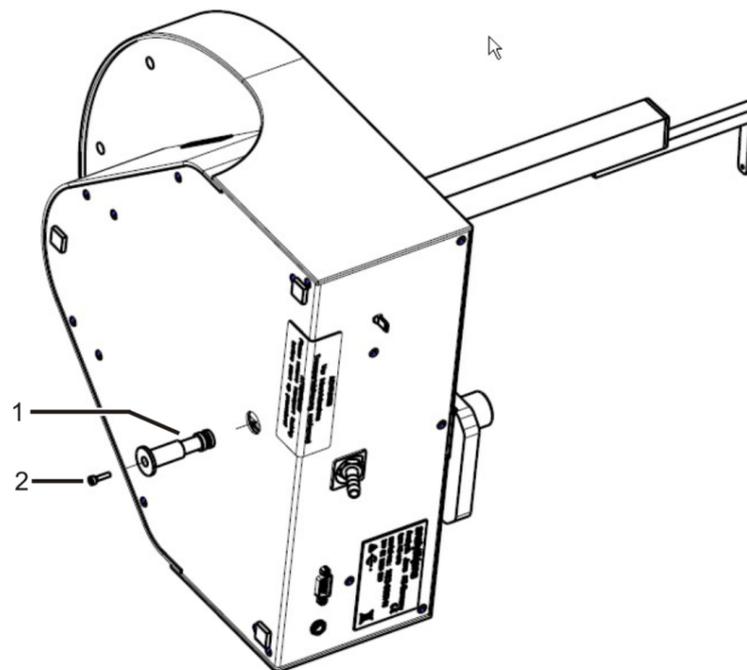


Abb. 34 Transportsicherung

- | | |
|----------------------|------------------|
| 1 Transportsicherung | 2 Schraube M3x12 |
|----------------------|------------------|
- Den Probengeber auf die Seite drehen und sicher ablegen.

Inbetriebnahme des Probengebers

- ▶ Die Schraube mit dem mitgelieferten Innensechskantschlüssel herausdrehen. Die Transportsicherung (rotes Kunststoffteil) entfernen.
- ▶ Den Probengeber wieder auf der Bodenplatte abstellen.
- ▶ Den Analysator vor Installation des Probengebers ausschalten.
- ▶ Den Schutzleiter auf den Anschluss auf der Rückseite des Analysators stecken. Den Schutzleiter mit dem Anschluss auf der Rückseite des Probengebers verbinden.
- ▶ Das niederspannungsseitige Kabel des externen Netzteils am Anschluss auf der Rückseite des Probengebers anschließen. Das Netzteil noch nicht mit dem Netz verbinden.
- ▶ Den Probengeber über das Schnittstellenkabel mit dem Analysator verbinden (Schnittstelle auf der Rückseite des Probengebers und Schnittstelle "sampler" an der Rückseite des Analysators).
- ▶ Den Ablaufschlauch auf den Ablaufstutzen an der Rückseite des Probengebers stecken. Das andere Schlauchende in die Öffnung im Deckel der Abfallflasche einführen. **i** HINWEIS! Ablaufschlauch mit durchgehendem Gefälle verlegen. Gegebenenfalls Schlauch kürzen. Schlauch darf nicht in die Flüssigkeit tauchen.
- ▶ Das Probentablett auf den Probengeber aufsetzen. Auf Einrasten achten.
- ▶ Prüfen, ob am Probengeberarm der passende Kanülenhalter installiert ist. Dafür muss die auf der Unterseite eingravierte Nummer mit der max. Anzahl der Probengefäße auf dem Probenteller übereinstimmen.
- ▶ Die Kanülen mit passender Hülse in den Kanülenhalter einführen:
- ▶ Für NPOC-Messungen mit parallelem Ausblasen: Einführung je einer Kanüle mit Hülse in die beiden Positionen der Kanülenhalterung (Abb. 32  52).
- ▶ Für NPOC-Messungen mit nicht-parallelem Ausblasen: Einführung beider Kanülen in eine Hülse mit zwei Löchern in die rechte Position (siehe unten, nicht für AS vario ER geeignet).



Abb. 35 Hülse mit zwei Kanülen für nicht-paralleles Ausblasen

- ▶ Die Kanülen manuell in der Höhe justieren, sodass die Kanülenspitzen in der höchsten Position des Probengeberarms 1 bis 2 cm über dem Gefäßrand stehen und bei der Drehung des Probentellers nicht die Gefäße streifen.
- ▶ Die Kanülen durch leichtes Anziehen der Rändelmutter fixieren.
- ▶ Die Schläuche vom Analysator über Fingertight-Verbindungen an die Kanülen anschließen:
 - Schlauch AA – Probenansaugschlauch
 - Schlauch 7 – Ausblasschlauch für NPOC-Messungen
 - Dafür den Schlauch durch die Hohlschraube führen (siehe Abbildung).
 - Den Dichtkegel mit der konischen Seite zur Hohlschraube hin auf den Schlauch schieben. Dichtkegel und Schlauch müssen bündig abschließen.
 - Die Fingertight-Verbindung wieder festschrauben.

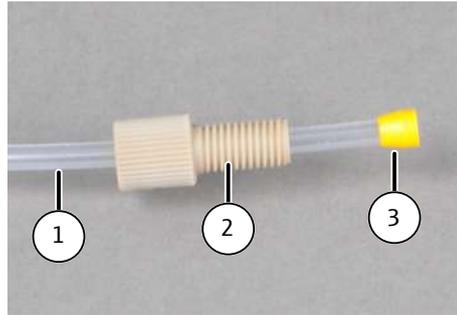


Abb. 36 Fingertight-Verbindung

- 1 Schlauch
- 2 Hohlschraube
- 3 Dichtkegel

Konfiguration prüfen und ändern

- ▶ Das Netzteil mit dem Netz verbinden.
- ▶ Den Analysator anschalten. Das Programm multiWin starten und das Analysensystem initialisieren.
- ▶ Die Gerätekonfiguration über den Menübefehl **Apparatur | System-Information** im Fenster **multiWin set-up Info** prüfen.
- ▶ Wenn nötig, die Konfiguration ändern:
 - Das Programm multiWin beenden.
 - Auf der Windows-Oberfläche das Setup Tool über **Start | Programme | multiWin | multiWin setup tool** starten.
 - In der Liste **Sampler** den Probengebertyp auswählen.
 - Das Fenster **multiWin set-up tool** mit **[Create]** verlassen.
 - Das Programm multiWin starten und das Analysensystem initialisieren.
 - Mit dem Menübefehl **Konfiguration | Optionen bearbeiten** das Fenster **Optionen** aufrufen. Zur Karte **Gerätekomponenten** gehen.
 - In der Gruppe **Sampler** die passende Tablett- und Gefäßgröße auswählen.
- ▶ Das Fenster mit **[OK]** verlassen.

Installation der Kanülenspülung

Für jedes Proben-tablett gibt es einen passenden Kanülenhalter und einen Block mit Spülgefäßen. Tablett, Kanülenhalter und Block sind mit der Nummer der maximalen Probenanzahl gekennzeichnet, z. B. 72.



Abb. 37 Kanülenspülung am Modell AS vario ER

- 1 Anschluss Reinstwasser
- 2 Anschluss Abfall
- 3 Abnehmbarer Block mit Spülgefäßen

- ▶ Den passenden Block mit Spülgefäßen auf den Probengeber aufsetzen.
 - Für eine einfachere Montage den O-Ring unten am Block mit Wasser anfeuchten.
 - Den Block mit den zwei Innensechskantschrauben am Probengeber befestigen.
- ▶ Den Anschluss für Reinstwasser in den Anschluss (1) schrauben und das Schlauchende in die Reinstwasserflasche tauchen.
- ▶ Den Abfallschlauch an den Anschluss (2) stecken. Das Schlauchende in den Abfallbehälter tauchen.
 - i** HINWEIS! Ablaufschlauch mit durchgehendem Gefälle verlegen. Gegebenenfalls Schlauch kürzen. Schlauch darf nicht in die Flüssigkeit tauchen.
- ▶ Vor dem ersten Start den Probengeber justieren.

Aktivieren der Kanülspülung für Messungen

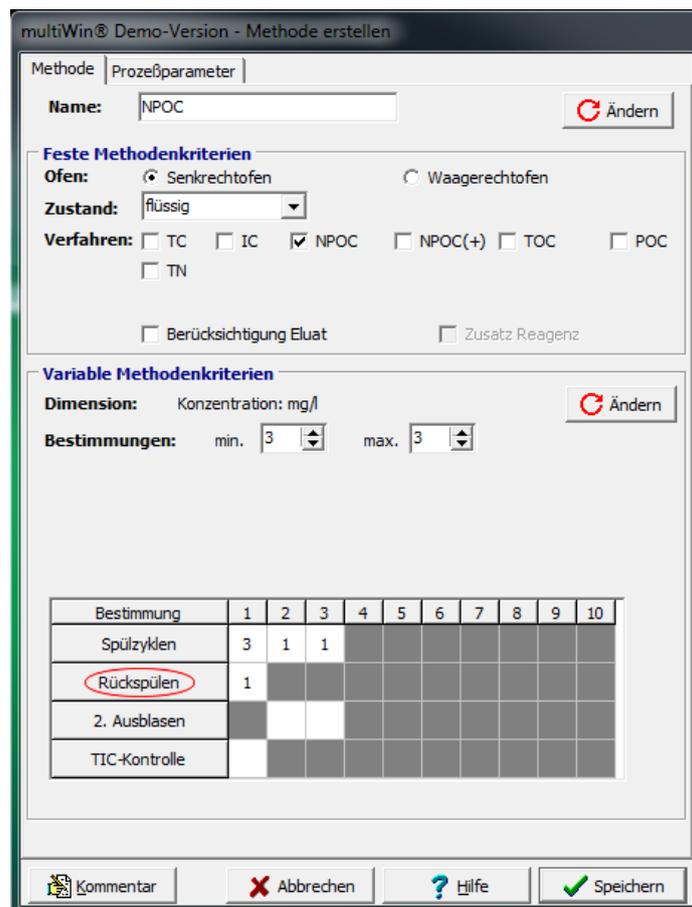


Abb. 38 Kanülspülung in Methode aktivieren

- ▶ Eine neue Methode erstellen.
- ▶ Die Option **Rückspülen** unter **Variable Methodenkriterien** aktivieren.
- ▶ In der Tabelle die Anzahl der Spülzyklen durch Eingabe einer Zahl ≥ 1 festlegen. Ein Spülgang ist meist ausreichend.

Sehen Sie dazu auch

▢ Probengeber AS vario justieren [▶ 89]

4.3.3 EPA Sampler



VORSICHT

Verletzungsgefahr an beweglichen Teilen

Im Fahrbereich des Probengeberarms besteht Verletzungsgefahr. Zum Beispiel können die Hand oder Finger gequetscht werden.

- Halten Sie im Betrieb einen Sicherheitsabstand zum Probengeber ein.



HINWEIS

Gefahr von Geräteschäden

Wenn der Probengeberarm im Betrieb behindert wird, können die Antriebe zerstört werden.

- Berühren Sie den Probengeberarm nicht während des Betriebes.
- Führen Sie die manuelle Justierung nur im ausgeschalteten Zustand durch.

Der Probengeber hat eine Piercingfunktion für Probengefäße mit Septumkappe. Der Probengeber kann mit 1 ... 2 Kanülen bestückt werden.

Das Spezialmodell POC Sampler dient für POC-Messungen. Das Modell wird in Verbindung mit dem POC Modul für den automatischen Betrieb (POC-Modul "automatic") eingesetzt. Dafür wird der Probengeber mit 1 Spezialkanüle bestückt.

Technische Daten

Maximale Anzahl der Proben	64
Maximale Anzahl der Proben (POC Sampler)	61
Probengefäße	40 ml
Betriebsspannung	24 V DC, über externes Netzteil
Leistungsaufnahme	30 VA
Netzspannung externes Netzteil	100 ... 240 V, 50/60 Hz (autosensing)
Abmessungen (B x H x T)	500 x 560 x 400 mm

Aufbau



Abb. 39 Probengeber EPA Sampler

- | | |
|---------------------------------------|------------------------------------|
| 1 Verbindungsschläuche zum Analysator | 2 Probentablett |
| 3 Spülgefäß | 4 Niederhalter |
| 5 Spezialkanüle | 6 Probengeberarm mit Kanülenhalter |

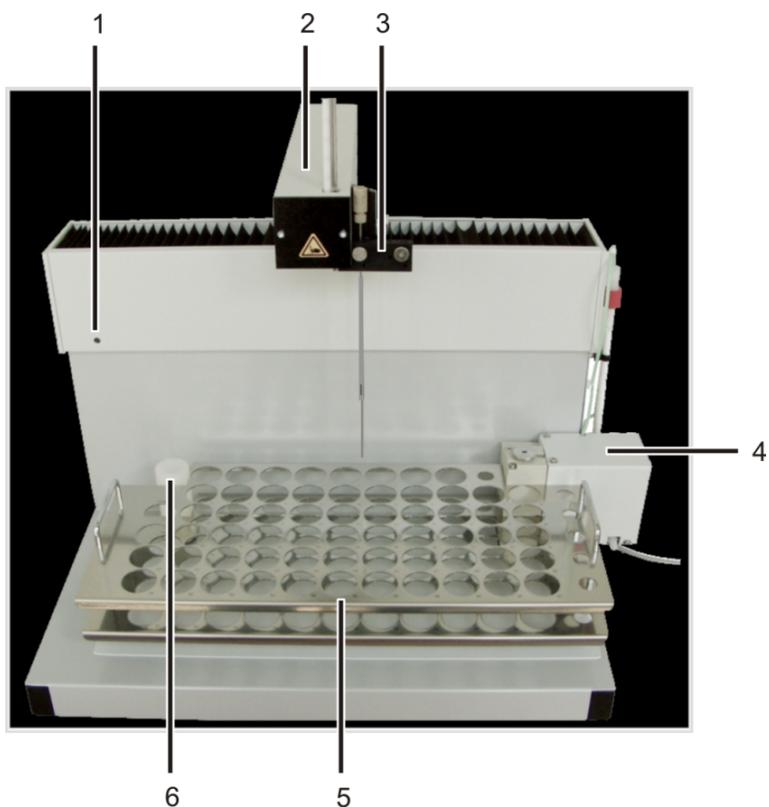


Abb. 40 Probengeber POC Sampler

- | | |
|----------------------------|------------------|
| 1 Status-LED | 2 Probengeberarm |
| 3 Kanülenhalter mit Kanüle | 4 POC-Modul |
| 5 Probentablett | 6 Spülgefäß |

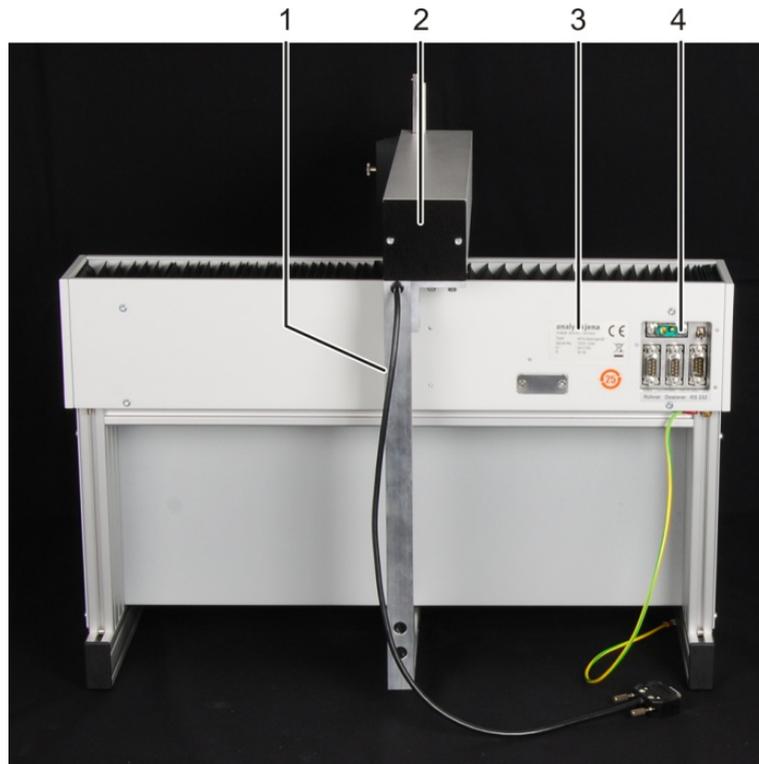


Abb. 41 Rückseite des Probengebers

- | | |
|---------------|--------------------------|
| 1 Rührbügel | 2 Probengeberarm |
| 3 Typenschild | 4 Elektrische Anschlüsse |

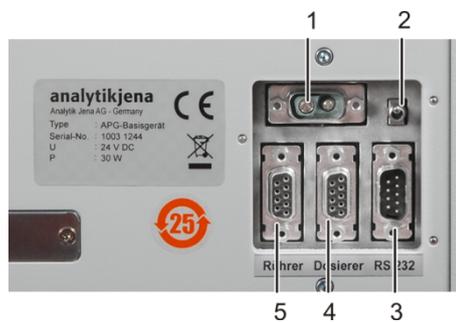


Abb. 42 Elektrische Anschlüsse

- | | |
|---------------------------|-------------------|
| 1 Anschluss an Netzteil | 2 Geräteschalter |
| 3 Anschluss an Analysator | 4 Nicht verwendet |
| 5 Anschluss Rührer | |

Inbetriebnahme des Probengebers

- ▶ Die Transportsicherung entfernen:
 - Die beiden Senkschrauben mit dem beiliegenden Sechskant-Stiftschlüssel SW3 entfernen.
 - Den kompletten Transportsicherungsbügel abnehmen und für einen späteren Transport aufbewahren.



Abb. 43 Transportsicherung

- | | |
|------------------|----------------------------|
| 1 Probengeberarm | 2 Transportsicherungsbügel |
| 3 Schrauben | |

- ▶ Den Rührbügel montieren:
 - Den Rührbügel am Winkel an der Rückseite des Probengeberarms montieren.
- ▶ Den Bügel mit den beiliegenden Senkschrauben (M4x10) mit dem Sechskant-Stiftschlüssel (SW2,5) anschrauben.
 - Die Schrauben gleichmäßig anziehen, damit der Bügel sich ausrichten kann.
 - Das Rührkabel mit der Schnittstelle "Rührer" auf der Rückseite des Probengebers verbinden.

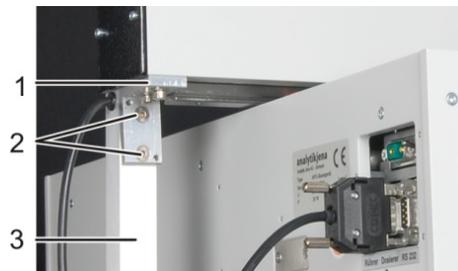


Abb. 44 Rührbügel montieren

- | | |
|----------------------------|-----------------|
| 1 Winkel am Probengeberarm | 2 Senkschrauben |
| 3 Rührbügel | |

- ▶ Probengeber neben den Analysator stellen. Probengeber so aufstellen, dass auch hinter dem Gerät ausreichend Platz für den Fahrbereich des Probengeberarms besteht.
- ▶ Das niederspannungsseitige Kabel des Tischnetzteils an der Rückseite des Probengebers an schließen. Das Netzteil noch nicht ans Netz anschließen.
- ▶ Das mitgelieferte serielle Datenkabel an die Schnittstelle "sampler" an der Rückseite des Analysators anschließen. Das andere Ende des Datenkabels an die Schnittstelle am Probengeber anschließen.
- ▶ Den Schutzleiter auf den Anschluss auf der Rückseite des Analysators stecken.
- ▶ Den Abfallschlauch an das Spülgefäß des Probengebers und an ein geeignetes Abfallgefäß bzw. an einen Abfluss anschließen.
 - i** HINWEIS! Den Ablaufschlauch mit durchgehendem Gefälle verlegen. Gegebenenfalls Schlauch kürzen. Schlauch darf nicht in die Flüssigkeit tauchen.
- ▶ Das Spülgefäß am Probengeber montieren.
- ▶ Das Probenblett auf die vorgesehene Stellfläche setzen.

- ▶ Die Positionierung des Tablett beachten: Die Beschriftung ist lesbar, wenn Sie vor dem Gerät stehen. Die beiden schwarzen Zentrierstifte auf der Auflagefläche des Probengebers ragen in die Bohrungen im Tablettboden.
- ▶ Piercingkanülen und Niederhalter in den Probengeberarm einführen.
- ▶ Die Kanülen so hoch in der Halterung einspannen, dass die Kanülenspitzen nicht in die Gefäße eintauchen (Grundstellung).

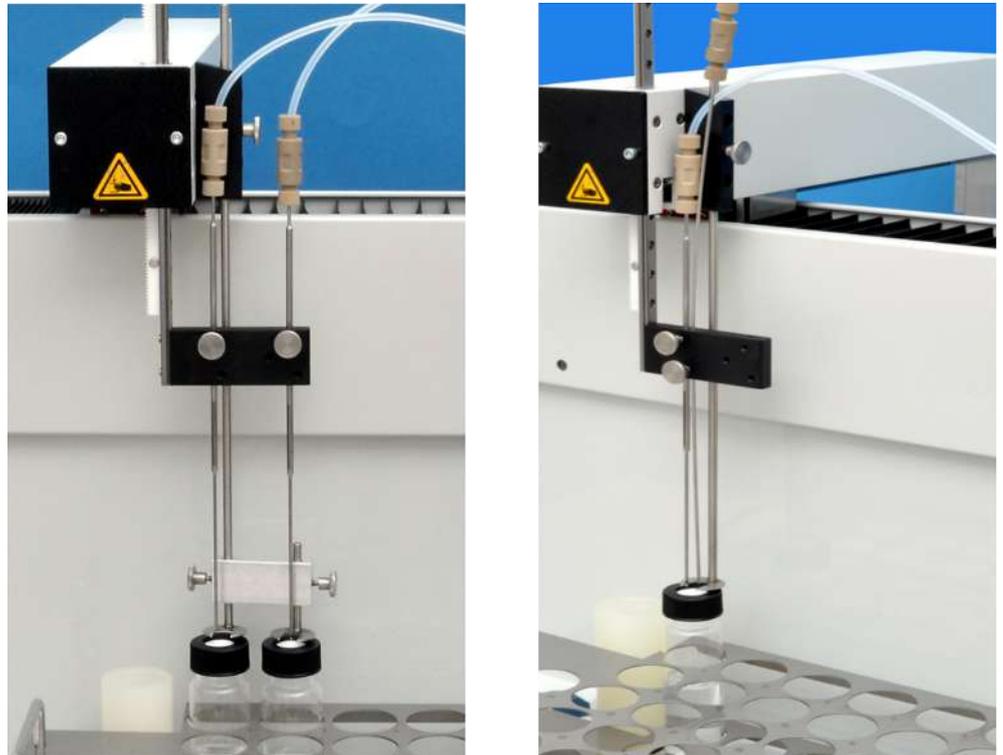


Abb. 45 Kanülenposition für NPOC-Messungen mit parallelem (links) und nicht-parallelem Ausblasen (rechts)

- ▶ Die Kanülen durch leichtes Anziehen der Rändelmutter fixieren.
- ▶ Die Schläuche vom Analysator über Fingertight-Verbindungen an die Kanülen anschließen:
 - Schlauch AA – Probenansaugschlauch
 - Schlauch 7 – Ausblasschlauch für NPOC-Messungen
 - Dafür den Schlauch durch die Hohlsschraube führen (siehe Abbildung).
 - Den Dichtkegel mit der konischen Seite zur Hohlsschraube hin auf den Schlauch schieben. Dichtkegel und Schlauch müssen bündig abschließen.
 - Die Fingertight-Verbindung wieder festschrauben.

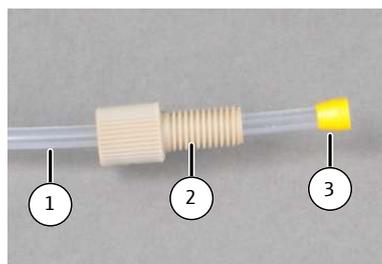


Abb. 46 Fingertight-Verbindung

- 1 Schlauch
- 3 Dichtkegel

- 2 Hohlsschraube

Konfiguration prüfen und ändern

- ▶ Alternativ für POC Sampler: POC-Modul mit Spezialkanüle montieren.
- ▶ Das Netzteil mit dem Netz verbinden. Den Probengeber anschalten.
- ▶ Den Analysator anschalten. Das Programm multiWin starten und das Analysensystem initialisieren.
- ▶ Die Gerätekonfiguration über den Menübefehl **Apparatur | System-Information** im Fenster **multiWin set-up Info** prüfen.
- ▶ Wenn nötig, die Konfiguration ändern:
 - Das Programm multiWin beenden.
 - Auf der Windows-Oberfläche das Setup Tool über **Start | Programme | multiWin | multiWin setup tool** starten.
 - In der Liste **Sampler** den Probengebertyp auswählen.
 - Das Fenster **multiWin set-up tool** mit **[Create]** verlassen.
 - Das Programm multiWin starten und das Analysensystem initialisieren.
 - Mit dem Menübefehl **Konfiguration | Optionen bearbeiten** das Fenster **Optionen** aufrufen. Zur Karte **Gerätekomponenten** gehen.
 - In der Gruppe **Sampler** die passende Tablett- und Gefäßgröße auswählen.
- ▶ Das Fenster mit **[OK]** verlassen.
- ▶ Vor dem ersten Start den Probengeber justieren.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 EPA Sampler justieren [▶ 91]
- 📖 POC Modul installieren [▶ 64]

4.3.4 POC-Modul

Das POC-Modul wird in zwei Ausführungen geliefert:

- POC-Modul "basic" für den manuellen Betrieb
- POC-Modul "automatic" für den automatischen Betrieb mit POC Sampler

Technische Daten

Parameter	POC
Aufschlussprinzip	Ausblasen und anschließend thermokatalytische Oxidation
Probenvolumen	1 ml
Probenaufgabe	Fließinjektion, manuell oder automatisch

Aufbau

Die POC-Module bestehen aus den folgenden Komponenten:

- POC-Reaktor mit Septum
- Ventileinheit für den automatischen Betrieb mit Probengeber
- Probenansaugkanüle speziell für Septum Vials
- CO₂-Adsorber mit LiOH
- Probentablett mit 61 Positionen (im Lieferumfang des Probengebers)

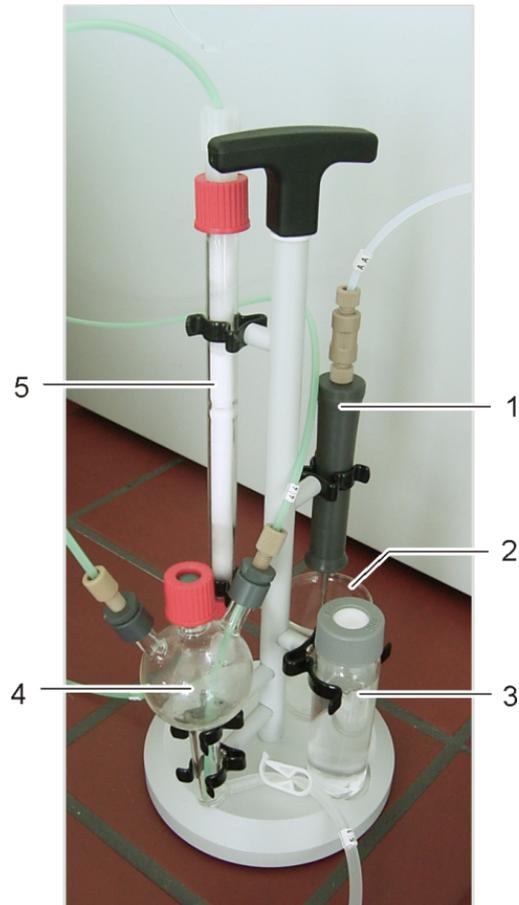


Abb. 47 POC-Modul für den manuellen Betrieb

- | | |
|----------------------------|---------------|
| 1 Kanüle mit Griff | 2 Abfallgefäß |
| 3 Probengefäß mit Septum | 4 POC-Reaktor |
| 5 Adsorptionsrohr mit LiOH | |

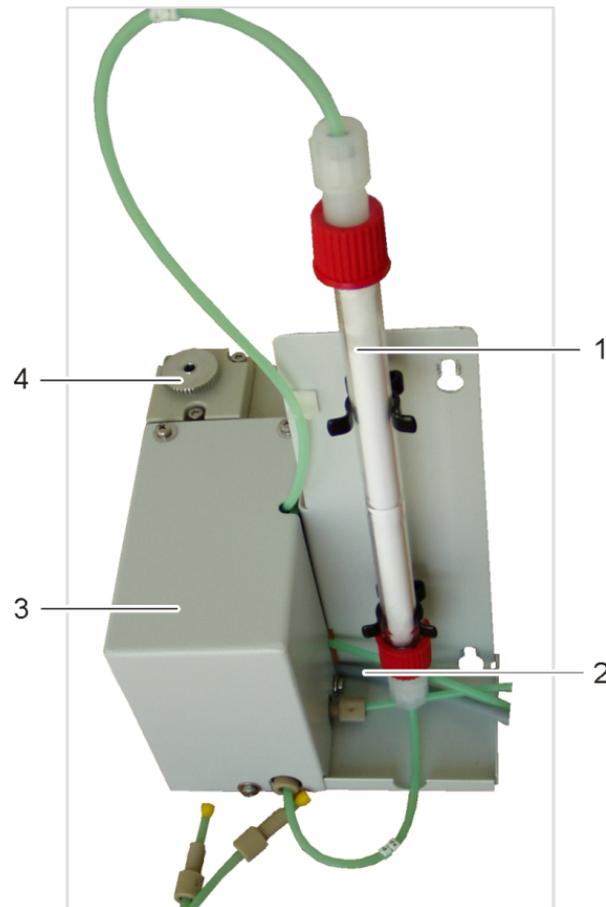


Abb. 48 POC-Modul für den automatisierten Betrieb

- | | |
|----------------------------|--|
| 1 Adsorptionsrohr mit LiOH | 2 elektrischer Anschluss an Analysator |
| 3 Ventileinheit | 4 POC-Reaktor |

4.3.4.1 POC Modul installieren

Durch Fehlinstallation können erhebliche Gefahren entstehen. Stromschlag und Explosion bei falschem Anschluss der Gase können die Folge sein.

- Die Aufstellung und Inbetriebnahme des Gerätes und seiner Systemkomponenten darf grundsätzlich nur durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal erfolgen.
- Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig.

Es besteht Verletzungsgefahr durch nicht ordnungsgemäß gesicherte Teile.

- Beim Transport die Gerätekomponenten entsprechend den Vorschriften der Bedienungsanleitung sichern.
- Lose Teile müssen aus den Systemkomponenten entnommen und separat verpackt werden.

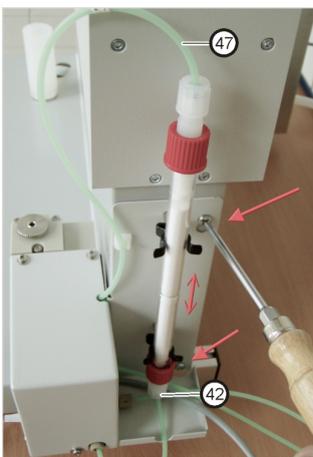
Installation POC-Modul "automatic"

Nach Anschluss des POC-Moduls für den automatisierten Betrieb strömt das Trägergas nur durch den POC-Reaktor, wenn im POC-Modus gemessen wird.

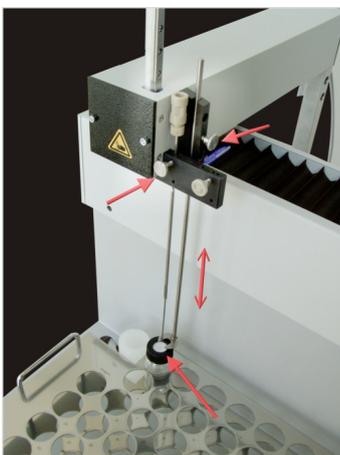
In allen anderen Betriebsmodi (TC, NPOC, ...) wird der Trägergasfluss direkt zum Verbrennungsrohr im Analysator umgeschaltet.



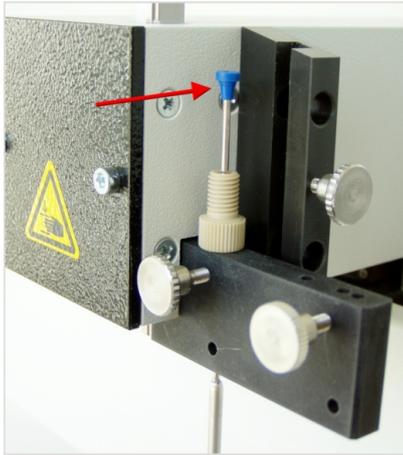
- ▶ Den Analysator am Hauptschalter auf der Geräterückseite ausschalten. Den Netzstecker von der Netzversorgung trennen. Den Probengeber ausschalten.
- ▶ Die Gehäuseschrauben auf der rechten Seite des Probengebers lockern.



- ▶ Das gefüllte CO₂-Adsorberrohr zwischen Schlauch 47 und 42 montieren.
- ▶ Das Adsorberrohr in die Klemmen des POC-Moduls drücken.
- ▶ Das POC-Modul an den Gehäuseschrauben einhängen. Die Schrauben wieder fest anziehen.



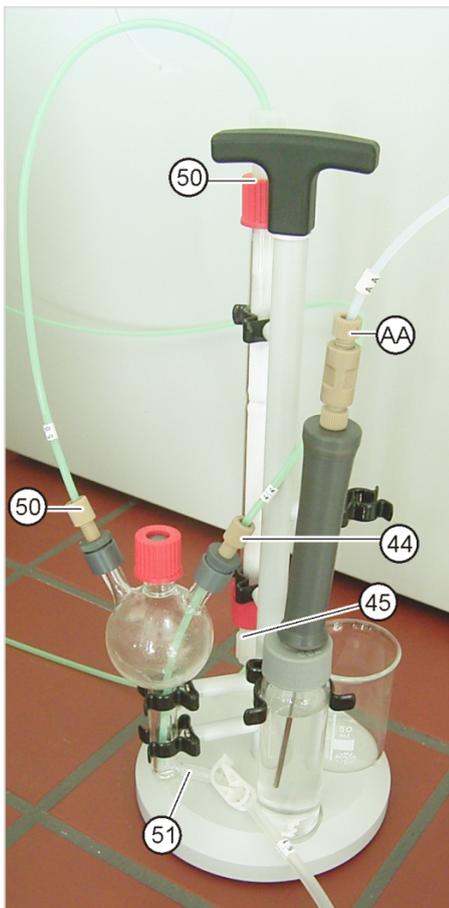
- ▶ Den Kanülenhalter des Probengebers nach oben schieben.
- ▶ Die Spezialkanüle mit Belüftungsschlitz in den Kanülenhalter des Probengebers einklemmen.
- ▶ Den Niederhalter installieren. Der Niederhalter und die Kanülen müssen sich bei hochgeschobenem Kanülenhalter ca. 3 mm über den Probengefäßen befinden.



- ▶ Am Schlauch AA die Standard-Ansaugkanüle gegen die Spezialkanüle austauschen. Dabei Fingertight-Verschraubung und Ferrules wie im nebenstehenden Bild positionieren.
- ▶ Das POC-Modul mit dem Analysator verbinden. Die Schlauchbrücke an den Gasanschlüssen für das POC-Modul auf der Rückseite des Analysators entfernen.
- ▶ Den Schlauch 44 des POC-Moduls mit dem Anschluss 44 des Analysators verbinden.
- ▶ Den Schlauch 45 des POC Moduls mit dem Anschluss 45 des Analysators verbinden.
 ⚠ **WARNUNG!** Die Gasverbindungen nicht vertauschen!
- ▶ Den elektrischen Anschluss des POC-Moduls mit Anschluss "POC" auf der Rückseite des Analysators verbinden.



- ▶ Den Abfallschlauch am Abfallstutzen des POC-Moduls anschließen. Den Schlauch mit einem geeignetem Abfallgefäß oder einem Abfluss verbinden.
 ⓘ **HINWEIS!** Abfallschlauch mit durchgehendem Gefälle verlegen! Wenn nötig, Schlauch kürzen. Der Schlauch darf nicht in die Flüssigkeit eintauchen.
- ▶ Den Probengeber justieren.
- ▶ Das System auf Dichtheit prüfen.



Installation POC-Modul "basic"

Nach Anschluss des POC-Moduls für manuellen Betrieb strömt das Trägergas ständig durch den durch den POC-Reaktor in das Verbrennungsrohr im Analysator.

Entfernen Sie den Reaktor am besten, wenn Sie in anderen Betriebsmodi (TC, NPOC, ...) messen.

- ▶ Das Modul links vom Analysator aufstellen.
- ▶ Das CO₂-Adsorberrohr zwischen Schlauch 50 (oberes Ende des Adsorberrohrs) und Schlauch 45 (unteres Ende) installieren.
- ▶ Den Schlauch 50 am POC-Reaktor anschließen.
- ▶ Das POC-Modul mit dem Analysator verbinden. Die Schlauchbrücke an den Gasanschlüssen für das POC-Modul auf der Rückseite des Analysators entfernen.
- ▶ Den Schlauch 44 mit dem POC-Reaktor und dem Anschluss 44 des Analysators verbinden. Der Schlauch ragt dabei fast bis zum Boden in den POC-Reaktor.
- ▶ Den Schlauch 45 des POC-Moduls mit dem Anschluss 45 des Analysators verbinden.
 ⚠ **WARNUNG!** Die Gasverbindungen nicht vertauschen.
- ▶ Den Abfallschlauch 51 am unteren Ende des TIC-Reaktors anschließen. Der Abfallschlauch ist mit einer Schlauchklemme verschlossen.
- ▶ Die Standardansaugkanüle am Schlauch AA gegen die Spezialkanüle mit Belüftungsschlitz austauschen.

Sehen Sie dazu auch

📄 Systemdichtheit prüfen [▶ 102]

📄 Probengeber justieren [▶ 94]

4.3.4.2 POC Kalibration

Empfehlung: Führen Sie eine Kalibration mit Saccharose durch.

Vorgehen

- ▶ Eine POC-Methode erstellen.
- ▶ Eine NPOC-Methode aufrufen. Die NPOC-Methode mit Saccharose-Standards kalibrieren.
- ▶ Die gemessene Kalibrierung mit der POC-Methode verknüpfen:
- ▶ Nach der Kalibrierung die folgende Abfrage verneinen: „Mit der kalibrierten Methode verknüpfen?“
- ▶ Die Methodenliste öffnet sich. Aus der Methodenliste die POC Methode auswählen.
- ▶ Mit der Schaltfläche **[Werte übernehmen]** die aktuellen Kalibrierdaten in die POC-Methode übernehmen.

Eine Kalibration mit Dichlormethan-Standards kann ebenfalls durchgeführt werden. Die hohe Flüchtigkeit von Dichlormethan kann jedoch zu ungenauen Ergebnissen führen. Empfehlung: Kalibrieren Sie die POC-Methode direkt, indem Sie Dichlormethan-Standards in das POC-Modul pipettieren.

4.3.5 Chemolumineszenzdetektor (CLD)

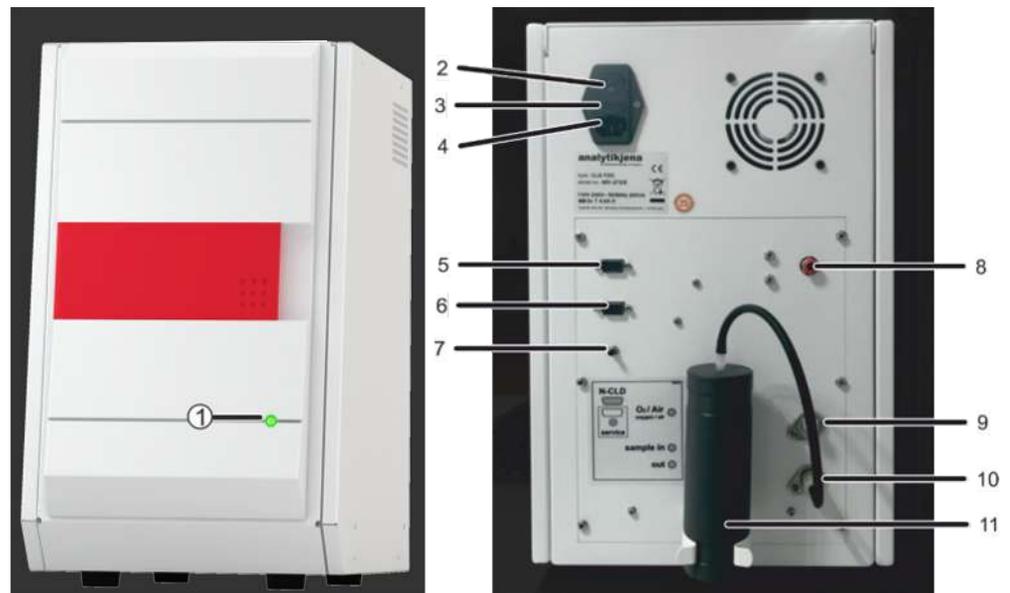


Abb. 49 Chemolumineszenzdetektor (CLD)

- | | |
|--|--|
| 1 Status-LED | 2 Netzschalter |
| 3 Sicherungslade | 4 Netzanschluss |
| 5 RS 232 Anschluss zum Analysator | 6 Service-Anschluss |
| 7 Programmierschalter (nur für Service) | 8 Anschluss Trägergas (O ₂ , synthetische/ gereinigte Luft) |
| 9 Gasanschluss Analysator "sample in" | 10 Probenausgang (Gas) "out" |
| 11 Adsorberpatrone (Entfernung von NO _x aus Abluft) | |

Technische Daten

Detektionsprinzip	Chemolumineszenz Detektor
Parameter	TN _b (gesamter gebundener Stickstoff)
Messbereich	0 ... 20000 mg/l TN _b
Detektionsgrenze	0,05 mg/l TN _b
Analysenzeit	3 ... 5 min
Gas für Ozonerzeugung	Gasversorgung wie Grundgerät 60 ml/min, 400 ... 600 kPa
Abmessungen (B x H x T), Gewicht	300 x 470 x 550 mm , 12,5 kg
Elektrischer Anschluss	110 ... 240 V, 50/60 Hz
Absicherung	2 T4,0 A H
Mittlere typische Leistungsaufnahme	200 VA
Schnittstelle zum Analysator	RS 232

**VORSICHT****Vergiftungsgefahr durch Ozon**

Der im Gerät enthaltene Ozongenerator produziert Ozon (O₃). Bei bestimmungsgemäßer Verwendung vernichtet der nachgeschaltete Ozonerstörer das giftige Gas. Verschiedene Sicherheitsmaßnahmen führen zur automatischen Abschaltung des Ozongenerators. Dennoch gilt:

- Wenn stechender Ozongeruch auftritt, schalten Sie das Gerät sofort ab und benachrichtigen Sie den Kundendienst.
- Um eine einwandfreie und sichere Funktion zu gewährleisten, empfiehlt Analytik Jena eine jährliche Prüfung und Wartung durch den Kundendienst.

Installation am Analysator

- ▶ Den Detektor neben dem Analysator aufstellen.
- ▶ An dem Gasanschluss mit Schnellkopplung das Trägergas anschließen.
- ▶ Die Gasverbindung zwischen Detektor und Analysator herstellen:
 - Anschluss "sample in" am Detektor
 - Anschluss "CLD" am Analysator
- ▶ Die Schnittstelle "CLD/HT" an der Rückseite des Analysators über das mitgelieferte serielle Datenkabel mit der RS 232 Schnittstelle am Detektor verbinden.
- ▶ Den Detektor einschalten. Die Status-LED zeigt Betriebsbereitschaft an.

Konfiguration prüfen und ändern

- ▶ Analysator und Detektor anschalten. Das Programm multiWin starten und das Analysensystem initialisieren.
- ▶ Die Gerätekonfiguration über den Menübefehl **Apparatur | System-Information** im Fenster **multiWin set-up Info** prüfen.
- ▶ Wenn nötig, die Konfiguration ändern:
 - Das Programm multiWin beenden.
 - Auf der Windows-Oberfläche das Setup Tool über **Start | Programme | multiWin | multiWin setup tool** starten.
 - In der Liste **N-measurement** den Detektor (**CLD-TOC**) auswählen.
 - Das Fenster **multiWin set-up tool** mit **[Create]** verlassen.
 - Das Programm multiWin starten und das Analysensystem initialisieren.

- Mit dem Menübefehl **Konfiguration | Optionen bearbeiten** das Fenster **Optionen** aufrufen. Zur Karte **Gerätekomponenten** gehen.
- ▶ In der Gruppe **Sensorik** die Stickstoff-Messung über die Option **N-Messung aktiv** aktivieren.
- ▶ Das Fenster mit **[OK]** verlassen.

4.3.6 Externes Feststoffmodul



HINWEIS

Anleitung des Zubehörs beachten

Für das Zubehör existiert eine separate Anleitung, die wichtige Hinweise und Maßnahmen zur Gefahrenabwendung nennt.

- Bei der Installation die separate Anleitung des Zubehörs beachten.

Die Installation des modularen Messsystems multi N/C 3100 duo für die automatisierte Feststoffanalyse ist in der separaten Bedienungsanleitung des Feststoffmoduls HT 1300 beschrieben.

Anschluss an Analysator

- ▶ Das Feststoffmodul neben dem Analysator aufstellen.
- ▶ Den Anschluss "analyte" am Feststoffmodul mit dem Anschluss "analyte" an der Rückwand des Analysators verbinden.
- ▶ Den Anschluss "pump" am Feststoffmodul mit dem Anschluss "pump" an der Rückwand des Analysators verbinden.
- ▶ Den Anschlussschlauch für Sauerstoff am Druckminderer der Gasversorgung und am Gasanschluss "oxygen" an der Rückseite des Feststoffmoduls anschließen. Am Druckminderer einen Vordruck von 200 ... 400 kPa einstellen.
- ▶ Das mitgelieferte serielle Datenkabel an die Schnittstelle "CLD/HT" an der Geräterückseite des Analysators anschließen. Das andere Ende des Datenkabels an das Feststoffmodul anschließen.
- ▶ Das Programm multiWin starten. Die Komponenten des Analysensystems anschalten. Das Analysensystem initialisieren.
- ▶ Mit dem Menübefehl **Konfiguration | Optionen bearbeiten** das Fenster **Optionen** aufrufen. Zur Karte **Gerätekomponenten** gehen.
- ▶ Die Option **Externes Feststoffmodul** aktivieren.
- ▶ Das Fenster mit **[OK]** verlassen.



Abb. 50 Anschlüsse an der Rückwand des Feststoffmoduls

- | | |
|--------------------------------|---------------------------------------|
| 1 Schnittstelle zum Analysator | 2 Netzanschluss |
| 3 Messgasausgang "OUT" | 4 Sauerstoffeingang "O ₂ " |
| 5 Anschluss Pumpe "pump" | 6 Messgasverbindung "analyte" |

5 Bedienung

5.1 Allgemeine Hinweise



WARNUNG

Verätzungsgefahr durch konzentrierte Säuren

Konzentrierte Säuren sind stark ätzend und wirken zum Teil oxidierend.

- Bei der Handhabung von konzentrierten Säuren Schutzbrille und Schutzkleidung tragen. Unter dem Abzug arbeiten.
 - Alle Hinweise und Vorgaben aus den Sicherheitsdatenblättern befolgen.
-
- Bei der Analyse stark saurer, salzhaltiger Proben kann es im TIC-Kondensatgefäß zu Aerosolbildung kommen. Die Kapazität der Halogenfalle ist dann schnell erschöpft. Außerdem setzt sich die Wasserfalle zu. Beide Komponenten müssen dann häufig erneuert werden. Wenn möglich, solche Proben vor der Messung verdünnen, z. B. 1:10.
 - Bei sehr starker Aerosolbildung wird der Analysator sofort durch die eingebaute Aerosolfalle (Wasserfalle) geschützt; die Trägergaszufuhr wird automatisch unterbrochen. Zusätzlich zum Schutz des Analysators den Schlauch von der Wasserfalle auf der Frontseite lösen.
 - Zum Ansäuern von Proben analysenreine Säure (HCl (2 mol/l)) verwenden und aus konzentrierter Säure und TOC-Wasser herstellen.
 - Zur TIC-Bestimmung ausschließlich ortho-Phosphorsäure (H₃PO₄, 10 %) verwenden, hergestellt aus konzentrierter Säure (p. A.) und TOC-Wasser.
 - Als Standards eignen sich Lösungen der folgenden Stoffe: Kaliumhydrogenphthalat, Natriumcarbonat/Natriumhydrogencarbonat, Saccharose.
 - Zum Ansetzen und Aufbewahren der Lösungen nur saubere, partikelfreie Glasgefäße (Messkolben, Probengefäße) verwenden.
 - Beim Ansetzen und Lagern von Lösungen mit sehr niedrigen Konzentrationen (<1 mg/l) beachten, dass Bestandteile der Laborluft (CO₂, organische Dämpfe) die Konzentration der Lösungen verändern. Dagegen helfen folgende Maßnahmen:
 - Das freie Volumen über den Flüssigkeiten, den sogenannten Kopfraum, möglichst klein halten.
 - Im Probengeberbetrieb die Gefäße auf dem Probentablett mit Folie abdecken. Das ist vor allem beim Differenzmodus wichtig, weil die Proben längere Zeit auf dem Probentablett stehen.
 - Die Quelle für organische Dämpfe beseitigen.
 - Optional: Den Kopfraum über den Proben mit Inertgas füllen.

5.2 Analysator einschalten



HINWEIS

Gefahr von Geräteschäden bei verbrauchter Kupferwolle

Schäden durch aggressive Verbrennungsprodukte an Optik- und Elektronikbauteilen des Analysators bei verbrauchter Kupferwolle in der Halogenfalle!

- Das Gerät nur bei funktionsfähiger Halogenfalle in Betrieb nehmen!
- Die gesamte Füllung der Halogenfalle ersetzen, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist!

Vor dem Einschalten des Analysators kontrollieren:

- Der Abfallschlauch ist an ein geeignetes Abfallgefäß bzw. an einen Abfluss angeschlossen. Freier Ablauf ist gewährleistet. Die Kapazität des Abfallgefäßes ist ausreichend.
- Die Gasversorgung ist vorschriftsmäßig angeschlossen und der Vordruck beträgt 400 ... 600 kPa.
- In der Reagenzienflasche ist genügend Phosphorsäure vorhanden. Pro TIC-Bestimmung wird ein Volumen von 0,5 ml Säure benötigt.
- Die Halogenfalle ist angeschlossen, mit Kupfer- und Messingwolle gefüllt. Die Kupfer- und Messingwolle ist nicht verbraucht.
- Alle Schläuche sind ordnungsgemäß angeschlossen und in Ordnung.
- Alle optionalen Zubehöre (Probengeber, Feststoffmodule, etc.) sind angeschlossen.

Die Proben bereitstellen und den Analysator wie folgt einschalten:

- ▶ Das Ventil am Druckminderer der Gasversorgung öffnen.
- ▶ Den PC einschalten.
- ▶ Die weiteren optionale Komponenten einschalten.
- ▶ Den Analysator am Hauptschalter einschalten. Die Status-LED an der linken Fronttür leuchtet grün.
- ▶ Die Steuer- und Auswertesoftware am PC starten. Sich mit Benutzername und Passwort anmelden.
- ▶ Die Abfrage **Analysengerät initialisieren?** mit **[Ja]** beantworten.
 - ✓ Nach erfolgreicher Anmeldung initialisiert die Software das Analysensystem und fragt dabei die angeschlossenen Komponenten ab. Der Messgasfluss erreicht seinen Sollwert (160 ml/min) nach einer Zeit von etwa 1 ... 2 min.
- ▶ Wenn der Analysator nach 30 min nicht messbereit ist und eine oder mehrere Komponenten im Fenster **System-Status** noch rot dargestellt sind:
 - Die Schlauchverbindungen auf festen Sitz prüfen und eine Fehlersuche durchführen.
- ▶ Für NPOC-Messungen: Den NPOC-Ausblasfluss einstellen. Der NPOC-Ausblasfluss ist auf 50 ... 160 ml/min voreingestellt. Der Ausblasfluss kann je nach Messaufgabe erhöht oder verringert werden.
 - ✓ Der Analysator ist messbereit.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Störungsbeseitigung [▶ 120]
- 📖 NPOC-Ausblasfluss einstellen [▶ 96]

5.3 Analysator ausschalten

In Standby-Betrieb schalten

Empfehlung: Analysator bei Messpausen von mehr als 30 min in den Standby-Betrieb schalten.

- ▶ Auf Schaltfläche **[Beenden]** auf der Softwareoberfläche klicken.
 - ✓ Es öffnet sich das Fenster **Programmende**.
- ▶ Analysengerät spülen, bei Messung ohne Probengeber:
 - Kontrollkästchen **Rückspülen des Analysengerätes** aktivieren. Vor dem Rückspülen die Probenansaugkanüle in den Abfallkanister stellen.
- ▶ Analysengerät spülen, bei Messung mit Probengeber AS vario, EPA Sampler:
 - Kontrollkästchen **Rückspülen des Analysengerätes** aktivieren. Der Inhalt des Probenansaugschlauches wird automatisch in das Spülgefäß rückgespült.
- ▶ Analysengerät spülen, bei Messung mit Probengeber AS 10e, AS 21hp:
 - Am Ende der Sequenz eine Probe Reinstwasser messen.
(Die Probengeber besitzen kein Spülgefäß, welches für die Rückspülung benötigt wird.)
 - Kontrollkästchen **Rückspülen des Analysengerätes** aktivieren.
- ▶ Option **Analysator in Standby** aktivieren und mit **[OK]** bestätigen.
 - ✓ Der Analysator verbleibt im Standby-Betrieb.

Bei aktivierter Rückspülung wird der Probenansaugschlauch mit Reinstwasser durchgespült. Der Gasfluss wird abgeschaltet und die Standby-Temperatur eingestellt.

Vor längerem Stillstand ausschalten

Empfehlung: Analysator vor langem Stillstand (Wochenende, Urlaub) ausschalten.

- ▶ Auf Schaltfläche **[Beenden]** auf der Softwareoberfläche klicken.
 - ✓ Es öffnet sich das Fenster **Programmende**.
- ▶ Analysengerät spülen, bei Messung ohne Probengeber:
 - Kontrollkästchen **Rückspülen des Analysengerätes** aktivieren. Vor dem Rückspülen die Probenansaugkanüle in den Abfallkanister stellen.
- ▶ Analysengerät spülen, bei Messung mit Probengeber AS vario, EPA Sampler:
 - Kontrollkästchen **Rückspülen des Analysengerätes** aktivieren. Der Inhalt des Probenansaugschlauches wird automatisch in das Spülgefäß rückgespült.
- ▶ Analysengerät spülen, bei Messung mit Probengeber AS 10e, AS 21hp:
 - Am Ende der Sequenz eine Probe Reinstwasser messen.
(Die Probengeber besitzen kein Spülgefäß, welches für die Rückspülung benötigt wird.)
 - Kontrollkästchen **Rückspülen des Analysengerätes** aktivieren.
- ▶ Option **Analysengerät ausschalten** aktivieren und mit **[OK]** bestätigen.
 - ✓ Der Analysator wird ausgeschaltet.

Wenn die Rückspülung aktiviert ist, wird der Probenansaugschlauch mit Reinstwasser zurückgespült. Das TIC-Kondensatgefäß wird abgepumpt. Der Analysator schaltet aus. Der Gasfluss wird abgeschaltet und der Ofen kühlt ab.

5.4 Kalibrierung durchführen

5.4.1 Kalibrierung vorbereiten und starten

Die Steuer- und Auswertesoftware bietet die Möglichkeit, die Analytik über die Auswahl der Methode individuell an die Messaufgabe anzupassen. Eine optimale Messung mit der zugehörigen Methode benötigt ihre eigene Kalibrierung für jeden Analysenparameter und jeden Messkanal. In einer Methode müssen aber nicht zwingend alle Parameter kalibriert werden.

Für jeden Parameter können in einer Methode drei Kalibrierfunktionen hinterlegt werden.

Führen Sie die Kalibrierung wie folgt durch:

- ▶ Im Fenster **System-Status** die Art der Probenzufuhr wählen:
[von Hand] oder [Sampler].
 - ✓ Die Initialisierung des Analysators erfolgt.
- ▶ Den Menübefehl **Messung | Kalibrierung** aufrufen.
- ▶ In der folgenden Abfrage entweder die zu kalibrierende Methode auswählen oder eine bereits bestehende Kalibriertabelle laden.
- ▶ Den weiteren Softwareanweisungen folgen.
 - ✓ Es öffnet sich das Fenster **Kalibrierung - Daten zur neuen Kalibrierung**.

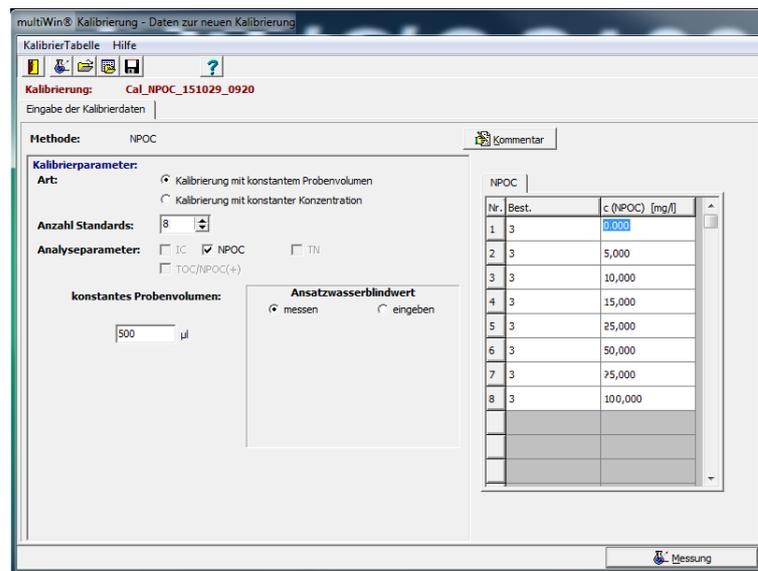


Abb. 51 Daten zur neuen Kalibrierung

- ▶ In der Gruppe **Kalibrierparameter** die Kalibrierart auswählen:
 - Vorzugsweise Mehrpunktkalibrierungen mit **konstantem Probenvolumen** und variablen Konzentrationen durchgeführt. In das Eingabefeld **konstantes Probenvolumen** wird automatisch das in der Methode eingestellte Volumen eingetragen. Voreinstellung nur ändern, wenn das Injektionsvolumen der Standards von dem in der Methode eingestellten Volumen abweicht.
- ▶ Für Kalibrierungen mit **konstanter Konzentration** die Konzentration des Standards in das Eingabefeld eingeben.
- ▶ In das Eingabefeld **Anzahl Standards** die Anzahl der Kalibrierpunkte eintragen.
- ▶ Im Bereich **Analyseparameter** die zu kalibrierenden Analysenparameter der geladenen Methode auswählen.

- Für die Kalibrierung des Parameters NPOC plus und höhere Konzentrationen von $c > 0,5$ mg/l die Parameter IC und TC einzeln aktivieren.
- ▶ Die Kalibrierung für den Parameter TOC/NPOC plus für den unteren Konzentrationsbereich anwenden. Im unteren Konzentrationsbereich reicht eine Einpunktkalibrierung aus.
- ▶ Unter **Probengebung** zeigt die Software die Art der Probenzufuhr an. Die Anzeige dient nur der Information und ist hier nicht zu ändern.
- ▶ In der Gruppe **Ansatzwasserblindwert** auswählen, wie der Blindwert des Ansatzwassers der Standards berücksichtigt werden soll.
 - Auswahlfeld **Messen**:
Der Gehalt des Ansatzwassers wird separat unmittelbar vor der Kalibrierung gemessen. Dazu auf dem Probengeber auf der ersten Position ein Gefäß mit Ansatzwasser bereitstellen.
Bei manueller Probenaufgabe fordert die Software zur Bereitstellung des Ansatzwassers auf.
 - Auswahlfeld **Eingeben**:
Den Gehalt des Ansatzwassers als Wert eingeben.
Der Ansatzwasserblindwert **1 ml** normiert angeben. Wenn der Ansatzwasserblindwert nicht berücksichtigt wird, im Eingabefeld **"0"** eingeben.
- ▶ Die Kalibriertabelle für jeden Parameter entsprechend der bereitgestellten Standardlösungen ausfüllen.
- ▶ In die Spalte **Best.** übernimmt die Software automatisch die in der Methode eingestellte Anzahl von Wiederholmessungen. Ist in der Methode die Ausreißerselektierung aktiviert, wird die maximale Anzahl an Wiederholungsmessungen eingetragen. Bei Bedarf die Anzahl der Wiederholmessungen für jeden Standard manuell ändern.
- ▶ Wenn die Kalibriertabelle später wiederverwendet werden soll: Die Kalibriertabelle mit den Menübefehlen **KalibrierTabelle** | **KalibrierTabelle speichern** bzw. **KalibrierTabelle speichern unter** speichern.
Kalibriertabellen erhalten automatisch die Erweiterung *.kaltab und werden unter ... \Calibration\Tables abgelegt.
- ▶ Auf die Schaltfläche **[Messung starten]** klicken. Den weiteren Softwareanweisungen folgen.
 - ✓ Je nach gewählter Methode und Art der Probenaufgabe erscheinen weitere Abfragen. Bei Probenaufgabe mit Probengeber öffnet sich das Fenster **Aktuelle Probandaten**.

Pos.	Freischaltung	Status Probe	Proben-ID	Methode	Dimension	Probentyp
1			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz00	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Ansatzwasserblindw
2			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz01	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
3			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz02	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
4			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz03	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
5			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz04	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
6			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz05	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
7			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz06	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
8			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz07	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
9			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz08	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
10			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz09	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
11			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz10	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
12			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1132_Konz11	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Kalibrierung
13						
14						
15						
16						
17						

Abb. 52 Aktuelle Probanddaten

- ▶ Die Kalibrierstandards im Fenster **Aktuelle Probanddaten** freischalten. Das Fenster dann mit der Schaltfläche [✓] verlassen.
- ▶ Das Fenster **Messung** öffnet sich. Auf die Schaltfläche [Start F2] klicken.
 - ✓ Der Kalibriervorgang beginnt.

5.4.2 Anzeige der Kalibrierergebnisse

Nach Abarbeitung aller Kalibriermessungen öffnet die Software automatisch den Kalibrierreport im Fenster **Kalibrierung - Daten zur durchgeführten Kalibrierung**. Der Kalibrierreport kann bearbeitet werden. Der Kalibrierreport kann auch später über den Menübefehl **Datenauswertung | KalibrierReport | Auswahl KalibrierReport** geöffnet werden.

Das Fenster **Kalibrierung - Daten zur durchgeführten Kalibrierung** verfügt über die Karte **Kalibrierdaten** und die Karte **Kalibrierergebnisse**.

Die Karte **Kalibrierdaten** zeigt die Einstellungen zur Kalibrierung an. Über die Schaltfläche **[Kommentar]** können Sie eine Notiz eingeben. Mit **[Signieren]** signieren Sie die Kalibrierung. In der pharma-Software multiWin können nur Kalibrierungen mit dem Signierstatus "freigegeben" mit einer Methode verknüpft werden.

Die Karte **Kalibrierergebnisse** stellt die Ergebnisse für jeden kalibrierten Parameter zusammen.

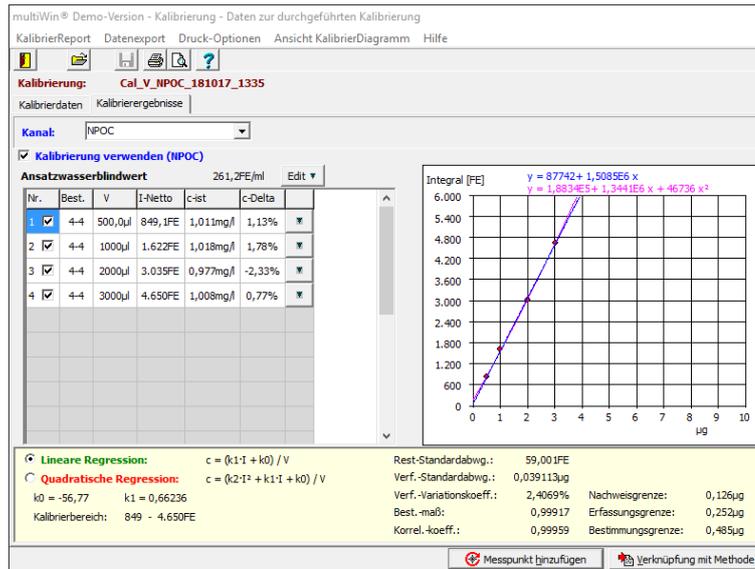


Abb. 53 Daten zur durchgeführten Kalibrierung

Registerkarte **Kalibrierergebnisse:**

Ergebnistabelle	Anzeige von: <ul style="list-style-type: none"> ■ Anzahl der Bestimmungen ■ eingesetzte Sollkonzentration (bei konstantem Probenvolumen) oder ■ verwendetes Probenvolumen (bei konstanter Konzentration) ■ Mittelwerte der Flächenintegrale ■ Mittelwerte der berechneten Konzentrationen ■ prozentuale Abweichung der berechneten Konzentration und der Sollkonzentration
Lineare Regression / Quadratische Regression	Je nach ausgewählter Methodik berechnet die Software die Regressionsgleichung und die Verfahrenskenndaten aus Einzelwerten bzw. aus den Mittelwerten der Nettointegrale. Die Software zeigt für den gewählten Regressionstyp die Kalibrierkoeffizienten an.
Kalibrierdiagramm	Im Menü Ansicht KalibrierDiagramm kann die Darstellung des Kalibrierdiagramms umgeschaltet werden: <ul style="list-style-type: none"> ■ x-Achse – Masse, y-Achse – Integral (Ermittlung Kalibrierkoeffizienten) ■ x-Achse – Integral, y-Achse – Masse (Ermittlung Verfahrenskenndaten)
Verfahrenskenndaten	Nachweis-/Erfassungs- und Bestimmungsgrenze: Die Software berechnet die Verfahrenskenndaten auf Grundlage von DIN 32645 (Kalibrierfunktion) mit einem Signifikanzniveau von P = 95 %. Die Software ermittelt die Bestimmungsgrenze für eine relative Ergebnisunsicherheit von 33,3 % (mit Faktor k = 3).

5.4.3 Kalibrierung bearbeiten

Sie können eine Kalibrierung bearbeiten:

- Den Regressionstyps auswählen

Sie können zwischen linearer und quadratischer Regression wählen. Die Software zeigt für den ausgewählten Regressionstyp die Kalibrierkoeffizienten und Verfahrenskenndaten an.

- Einzelne Messpunkte deaktivieren

Alle durch ein Häkchen in der Spalte **Nr.** aktivierten Messpunkte in der Ergebnistabelle gehen in die Regressionsrechnung ein. Sie können einen Messpunkt durch Entfernen des Häkchens deaktivieren. Klicken Sie dafür in die Spalte **Nr.**

Wenn Sie alle Messpunkte deaktivieren, entfernt die Software das Häkchen für den ganzen Kalibrierkanal.

- Einzelne Messwerte deaktivieren

Sie können die Einzelmesswerte durch Klick auf die Schaltfläche am Ende jeder Zeile der einsehen. Sie können dann einzelne Messwerte durch Entfernen des Häkchens in der Spalte **verwenden** deaktivieren.

- Messwerte für Ansatzwasser aktivieren/deaktivieren

Sie können die einzelnen Messwerte, die für das Ansatzwasser bestimmt wurden, durch Klick auf die Schaltfläche **[Edit]** betrachten. Sie können einzelne Messwerte dann aktivieren bzw. deaktivieren.

- Messpunkte hinzufügen

Sie können eine vorhandene Kalibrierung um zusätzliche Messpunkte erweitern. Führen Sie eine Kalibrierung mit derselben Methode durch. Wählen Sie nach Messende über die Schaltfläche **[Messpunkt hinzufügen]** den Kalibrierreport aus. Fügen Sie einzeln die neuen Messpunkte zur Kalibrierung hinzu.

Die Software berechnet Kalibrierkoeffizienten, Verfahrenskenndaten und Regressionsgraph nach jeder Änderung neu.

5.4.4 Kalibrierung mit Methode verknüpfen

Verknüpfen Sie die Kalibrierparameter wie folgt mit einer Methode:

- ▶ Den Kalibrierbereich für die jeweiligen Parameter (z. B. NPOC) auswählen.
Es können bis zu drei **lineare Kalibrierbereiche** pro Parameter mit einer Methode verknüpft werden. Die Bereiche müssen ineinander übergehen und dürfen keine Lücke aufweisen.
Bei **quadratischen Kalibrierfunktionen** kann nur ein Kalibrierbereich mit der Methode verknüpft werden.
- ▶ Für jeden Kalibrierbereich und Analysenparameter, der mit einer Methode verknüpft werden soll, das Feld **Kalibrierung verwenden** durch ein Häkchen aktivieren.
Es müssen nicht alle kalibrierten Parameter in die Methode übernommen werden.
- ▶ Auf die Schaltfläche **[Verknüpfung mit Methode]** klicken.
- ▶ Die folgende Abfrage beantworten: **Mit der kalibrierten Methode verknüpfen?**
 - **[Ja]** (Regelfall). Die Software verknüpft die Kalibrierung mit der kalibrierten Methode.
 - **[Nein]**. Die Software verknüpft die Kalibrierung mit einer beliebigen Methode Ihrer Wahl. Die Software prüft dabei nicht, ob die Methodenparameter der Kalibrierung mit der ausgewählten Methode übereinstimmen.
- ✓ Es öffnet sich das Fenster **Verknüpfung mit Methode: (...)**.

Das Fenster zeigt die bisher aktuellen Kalibrierkoeffizienten (rechte Spalte) und die neu ermittelten Kalibrierkoeffizienten (linke Spalte). Die Anzeige der Parameter (z. B. IC/ NPOC) kann gewechselt werden.

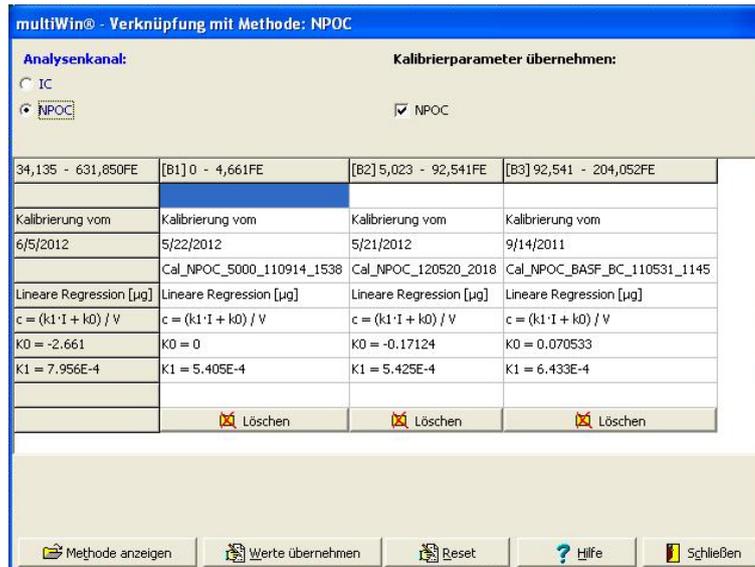


Abb. 54 Verknüpfung einer Kalibrierung mit einer Methode (3 Kalibrierbereiche)

Die Übernahme der Kalibrierbereiche ist abhängig von den bereits in der Methode hinterlegten Kalibrierbereichen und dem neuen Kalibrierbereich:

Kein Kalibrierbereich vorhanden	<p>Mit der Schaltfläche [Werte übernehmen] die aktuellen Kalibrierdaten übernehmen.</p> <p>In der linken und rechten Spalte erscheinen die gleichen Kalibrierkoeffizienten.</p>
Ein oder zwei Kalibrierbereiche vorhanden	<p>Vorhandene Kalibrierbereiche erweitern:</p> <ul style="list-style-type: none"> Mit der Schaltfläche [Werte übernehmen] die neuen Kalibrierdaten übernehmen. Die Software ordnet den neuen Bereich in die vorhandenen Bereiche ein. Prüfen, ob die Bereiche lückenlos verknüpft sind. <p>Vorhandene Kalibrierbereiche ersetzen:</p> <ul style="list-style-type: none"> Den Kalibrierbereich löschen. Die aktuellen Kalibrierdaten mit [Werte übernehmen] übernehmen.
Drei Kalibrierbereiche vorhanden	<p>Es sind maximal drei Kalibrierbereiche pro Parameter in einer Methode möglich.</p> <p>Wenn bereits drei Kalibrierbereiche vorhanden sind, können die Bereiche nur ersetzt werden:</p> <ul style="list-style-type: none"> Den gewünschten Bereich aus der rechten Spalte mit der Schaltfläche [Löschen] löschen. Mit [Werte übernehmen] die aktuellen Kalibrierdaten übernehmen. Prüfen, ob die Bereiche lückenlos verknüpft sind.

Generell gilt:

- Nach Klick auf **[Werte übernehmen]** ordnet die Software automatisch die Kalibrierbereiche zu.
- Durch Klick auf **[Löschen]** treffen Sie eine Vorauswahl, welcher Bereich ersetzt werden soll.
- Eine lückenlose Verknüpfung bedeutet: Die größte Fläche des einen Kalibrierbereiches stimmt mit der kleinsten Fläche des nächsten Kalibrierbereiches überein.
- Die Software übernimmt die Kalibrierparameter für alle nachfolgenden Analysen, die Sie mit der Methode durchführen.

5.4.5 Kalibrierdaten verwalten

- Kalibrierdaten drucken
- ▶ Im Fenster **Kalibrierung - Daten zur durchgeführten Kalibrierung** die Option **Kalibrierung verwenden** aktivieren.
 - ▶ Den Druckumfang im Menü **Druck-Optionen** festlegen:
 - Kalibrierdiagramm drucken und/oder
 - Einzelintegrale für jeden kalibrierten Kanal drucken
 - ▶ Den Druck mit dem Menübefehl **KalibrierReport | Drucken** starten.
- Kalibrierdaten exportieren
- Der Export von Kalibrierdaten erfolgt über das Menü **Datenexport** im Fenster **Kalibrierung - Daten zur durchgeführten Kalibrierung**. Sie haben folgende Möglichkeiten, Kalibrierdaten zu exportieren:
- KalibrierReport in eine Exportdatei

Der KalibrierReport (mit der Erweiterung *.ajc) wird im Export-Verzeichnis ...\\Calibration abgespeichert.
 - Export in eine CSV-Datei (mit der Erweiterung *.csv)

Die CSV-Datei wird im voreingestellten Verzeichnis abgelegt (voreingestellt ...\\multi-Win\\CSV).

Die Auswahl des Verzeichnisses erfolgt im Fenster **Optionen**, Karte **Dateien und Verzeichnisse**. Das Fenster über den Menübefehl **Konfiguration | Optionen bearbeiten** öffnen.
 - Export in die Zwischenablage
- Kalibrierreport erneut öffnen
- ▶ Im Hauptfenster den Menübefehl **Datenauswertung | KalibrierReport** aufrufen.
 - ▶ Im Fenster **Auswahl KalibrierReport** den Kalibrierreport auswählen.
Bei Bedarf: Im Fenster **Auswahl KalibrierReport** Filter setzen. Oder die Datensätze durch Klick in eine Kopfzeile sortieren.
 - ▶ Den KalibrierReport markieren und auf die Schaltfläche **[OK]** klicken.
 - ✓ Der Kalibrierreport wird angezeigt.

5.5 Messung durchführen

Hinweis: In der pharma-Software multiWin können nur Methoden mit dem Signierstatus **freigegeben** für die Messung verwendet werden.

5.5.1 Messung mit manueller Probenaufgabe

- ▶ Die Probenansaugkanüle und die Ausblaskanüle für NPOC-Messungen in die Probe einführen.
- ▶ Mit dem Menübefehl **Methode | Neu** eine neue Methode anlegen.
- ▶ Alternativ: Eine vorhandene Methode laden. Mit dem Menübefehl **Methode | Laden** das Fenster **Methode laden** öffnen. Die gewünschte Methode markieren. Die Auswahl durch Klick auf **[OK]** bestätigen.
- ▶ Im Fenster **System-Status** die manuelle Probenaufgabe durch Klick auf **[von Hand]** auswählen.
 - ✓ Die Software initialisiert den Analysator.

- ▶ Im Fenster **System-Status** die folgenden Anzeigen kontrollieren:
 - Optische Bank
 - Stickstoffdetektor
 - Gasfluss
 - Temperatur
- ▶ Wenn eine Anzeige rot ist: Eine Fehlersuche durchführen.
- ▶ Die Messung starten: Auf **[Messung starten]** klicken. Alternativ: Den Menübefehl **Messung | Messung starten** aufrufen.
 - ✓ Es öffnet sich das Fenster **Messung starten**.
- ▶ Die Proben-ID und, wenn gewünscht, einen Namen für die Analysentabelle eingeben. Bei Bedarf die Verdünnung, den Probentyp, die Einheit und einen Kommentar eingeben.
- ▶ Mit **[Start]** das Fenster **Messung** öffnen.
- ▶ Die Messung durch Klick auf **[Start F2]** starten. Den Softwareanweisungen folgen.
- ▶ Am Ende der Messung erscheinen die Ergebnisse im Analysenreport oder in der gewählten Analysentabelle.

Sie können im Fenster **Optionen**, auf der Karte **FreeStrings** weitere Felder für die Eingabe von Probeninformationen bei Handmessungen festlegen, wie z. B. Angaben zur Probenahme.

Die neuen Felder werden im Fenster **Messung starten**, auf der Karte **FreeStrings** angezeigt. Sie können die Felder mit Probeninformationen befüllen.

Sehen Sie dazu auch

📖 Störungsbeseitigung [▶ 120]

5.5.2 Messung mit Probengeber



HINWEIS

Gefahr von Geräteschäden

Wenn der Probengeber nicht oder falsch justiert ist, kann das Probenaufgabewerkzeug im Betrieb auf einer harten Oberfläche aufstoßen. Dabei kann das Probenaufgabewerkzeug und der Antrieb zerstört werden.

- Justieren Sie den Probengeber vor der ersten Bedienung und nach jedem Umbau sowie nach Transport und Lagerung.

- ▶ Mit dem Menübefehl **Methode | Neu** eine neue Methode anlegen.
- ▶ Alternativ: Eine vorhandene Methode laden. Mit dem Menübefehl **Methode | Laden** das Fenster **Methode laden** öffnen. Die gewünschte Methode markieren. Die Auswahl durch Klick auf **[OK]** bestätigen.
- ▶ Im Fenster **System-Status** die automatische Probenaufgabe durch Klick auf **[Sampler]** auswählen.
 - ✓ Die Software initialisiert den Analysator.
- ▶ Im Fenster **System-Status** die folgenden Anzeigen kontrollieren:
 - Optische Bank
 - Stickstoffdetektor

- Gasfluss
- Temperatur
- ▶ Wenn eine Anzeige rot ist: Eine Fehlersuche durchführen.
- ▶ Die Probengläser mit der Probenflüssigkeit füllen. Probengläser auf das Probenblett stellen.
- ▶ Für NPOC-Messungen mit AS vario: Der Probengeber kann Proben automatisch ansäuern. Dafür das Säuregefäß mit HCl (2 mol/l) füllen. Das Säuregefäß in die Säureposition des Probenbletts stellen:
 - Position 28 auf Probenblett 47
 - Position 42 auf Probenblett 52
 - Position 55 auf Probenblett 72
 - Position 85 auf Probenblett 100
 - Position 131 auf Probenblett 146
 - Der Probengeber kann Proben nicht gleichzeitig automatisch ansäuern und verdünnen. Für automatisches Ansäuern: Unter **Optionen | Ablaufsteuerung** den Menüpunkt **Verdünnungsalgorithmus verwenden** deaktivieren.
Wenn der Verdünnungsalgorithmus aktiviert ist, die Proben von Hand ansäuern.
- ▶ Für NPOC-Messungen mit dem EPA-Sampler: Säuregefäß auf Position 54 auf dem Probenblett stellen.
- ▶ Für NPOC-Messungen mit dem POC-Sampler: Säuregefäß auf Position 51 auf dem Probenblett stellen.
- ▶ Die Messung starten: Auf **[Messung starten]** klicken. Alternativ: Den Menübefehl **Messung | Messung starten** aufrufen.
 - ✓ Es öffnet sich das Fenster **Messung starten**.
- ▶ Im Fenster **Messung starten** einen Namen für eine neue Analysentabelle eintragen. Alternativ: Mit **[Ändern]** eine vorhandene Analysentabelle auswählen.
- ▶ Mit **[Start]** das Fenster **Aktuelle Probendaten** öffnen.
- ▶ Eine vorhandene Racktabelle öffnen und erweitern.
Oder: In der neuen Racktabelle in die Spalte **Proben-ID** die Proben-ID eintragen. Dabei Belegung des Probenbletts prüfen. Bei Bedarf Verdünnung, Probentyp, Einheit und Kommentare eingeben.
- ▶ Alle Proben oder jede Probe einzeln mit **[>]** freischalten.
- ▶ Die Einträge mit **[✓]** bestätigen.
 - ✓ Die Racktabelle wird geschlossen. Es folgt eine Abfrage, ob die Racktabelle gespeichert werden soll.
- ▶ Wenn die Racktabelle später wiederverwendet werden soll: Mit **[Ja]** antworten. Im Standardfenster zum Speichern von Dateien die Racktabelle speichern.
- ▶ Im Fenster **Messung** die Messung mit **[Start F2]** starten. Den Softwareanweisungen folgen.
 - ✓ Am Ende der Messung zeigt die Analysentabelle die Messergebnisse.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Störungsbeseitigung [▶ 120]

5.6 Verdünnung

Der Analysator kann Proben auf dem Probengeber automatisch verdünnen. Dafür wird ein spezieller Probengeber mit einem speziellen Probentablett benötigt: Probengeber AS vario, Tablett 47.

Bei einer Nachrüstung erhalten Sie mit der Lieferung der Verdünnungseinheit einen KeyCode. Nach jeder Änderung bzw. Erweiterung des Analysesystems ist eine erneute Freischaltung mittels KeyCode notwendig.

- ▶ Sich in der Software als Administrator anmelden.
- ▶ Den Menübefehl **Konfiguration | KeyCode** aufrufen.
 - ✓ Die Software wird automatisch geschlossen.
- ▶ Beim Neustart des Programms: Den KeyCode in der Abfrage eintragen.
 - ✓ Der Analysator ist für die automatische Verdünnung freigeschaltet.

5.6.1 Automatische Verdünnung TC

Verwenden Sie die automatische Verdünnung, wenn Sie Proben mit sehr hohen TC-Gehalten bzw. in unbekannter hochbelasteter Probenmatrix untersuchen möchten.

Die automatische Verdünnung hat folgende Vorteile:

- Sie belasten den Reaktor nicht unnötig mit hohen Gehalten an anorganischen Salzen und Säuren. Dadurch erhöhen Sie seine Lebensdauer.
- Sie sparen durch die Automatisierung Arbeitszeit ein.
- Sie müssen keine extra Kalibrierung für den hohen Konzentrationsbereich durchführen.

Verwenden Sie die automatische Verdünnung wie folgt:

- ▶ Das spezielle Verdünnungsprobentablett (47) aufsetzen und die passende Kanülenhalterung am Probengeber installieren.
- ▶ Mit dem Menübefehl **Konfiguration | Optionen bearbeiten** das Fenster **Optionen**, Karte **Gerätekomponenten** aufrufen.
- ▶ In der Gruppe **Sampler** die Tablettgröße 47 auswählen.
- ▶ Auf der Karte **Ablaufsteuerung** die Verdünnung freischalten. Dafür das Feld **Verdünnungsalgorithmus verwenden** mit einem Häkchen aktivieren.
- ▶ Die Option **Automatische Verdünnung** aktivieren.
- ▶ Das Probentablett mit leeren Probengläsern (50 ml) bestücken.
- ▶ Proben, die verdünnt werden sollen, in Probengläser (12 ml) füllen. Das Probentablett mit den Proben bestücken.
- ▶ Proben, die nicht verdünnt werden sollen, in Probengläser (50 ml) füllen.
- ▶ Reinstwasser in die Reinstwasserflasche füllen.
- ▶ Mit dem Menübefehl **Apparatur | Justierung Probengeber** das gleichnamige Fenster aufrufen.
- ▶ Die Probenansaugkanüle zum Probentablett justieren.
- ▶ Das Feld **Verdünnungsposition** aktivieren. Die Position 1 in einem großen Probenglas (50 ml) justieren.
- ▶ Die Position 1 in einem kleinen Probenglas (12 ml) prüfen.

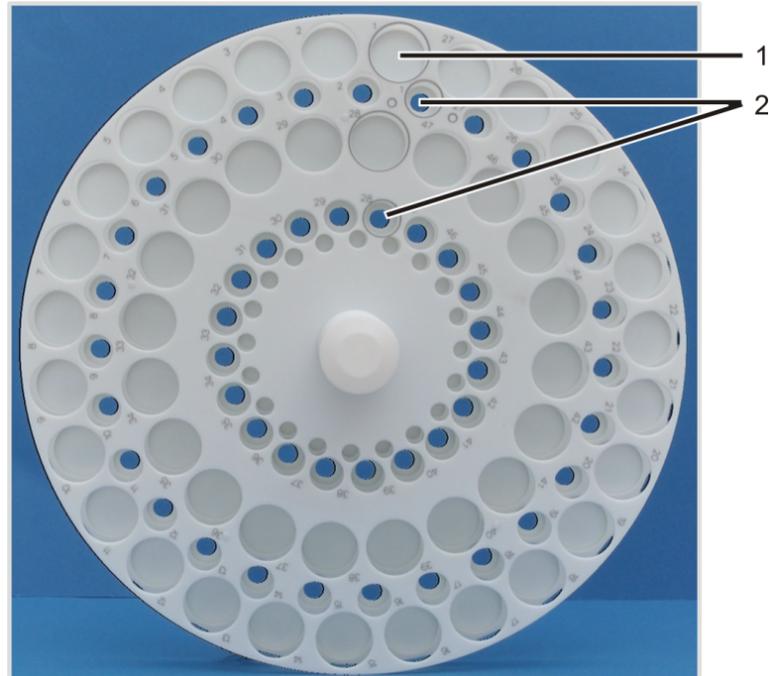


Abb. 55 Verdünnungstablett

1 Position 1 ... 47 für Gefäße (50 ml)

2 Position 1 ... 47 für Gefäße (12 ml)

- ▶ Bei Bedarf den Menübefehl **Messung | Verdünnungsblindwert** aufrufen. Den Blindwert des Verdünnungswassers bestimmen.
 - ✓ Der Ablauf ist intern festgelegt. Das Wasser für die Blindwertbestimmung wird aus der Reinstwasserflasche entnommen.
- ▶ Die Racktabelle neu erstellen. Oder: Eine vorhandene Racktabelle laden.
- ▶ Im Feld **Verdünnung** das gewünschte Verdünnungsverhältnis auswählen. Folgende Verdünnungen sind möglich: **1 in 5, 1 in 10, 1 in 25, 1 in 50, 1 in 100**.
- ▶ Die Messung starten.

Beachten Sie bei der automatischen Verdünnung Folgendes:

- Der Probengeber verdünnt die Originalproben im gewählten Verdünnungsverhältnis in die bereitgestellten Probengläser (50 ml).
- Bei Arbeit im NPOC-Modus verdünnt der Probengeber die Proben einer gesamten Reihe und analysiert sie anschließend. Der Probengeber bläst die verdünnten Proben aus.
- Wenn der Verdünnungsalgorithmus aktiviert ist, ist in der Software die Option zum automatischen Ansäuern einer Probe deaktiviert. Für NPOC-Methoden müssen Sie die Originalproben deshalb manuell ansäuern. Alternativ können Sie Säure in die großen Probengläser pipettieren, in die der Probengeber die Proben verdünnt.

In beiden Fällen prüfen, ob der pH-Wert der Proben < 2 . Nur dann kann der Probengeber die anorganischen Kohlenstoffverbindungen (TIC) beim Ausblasen vollständig entfernen.

- Die Anzahl der möglichen Mehrfachbestimmungen ergibt sich aus der gewählten Methode, dem Injektionsvolumen und der Anzahl der Spülzyklen. Es muss mindestens eine Dreifachbestimmung möglich sein.

Die Software zeigt eine Fehlermeldung an, wenn das Probenvolumen der verdünnten Probe nicht ausreicht. Die Methodeneinstellungen dann anpassen.

- Im Analysenreport wird die Konzentration der Primärprobe angegeben. Der Analysenreport zeigt jedoch die Flächenintegrale, die für die verdünnte Probe gemessen wurden.

Sehen Sie dazu auch

📖 Probengeber AS vario justieren [▶ 89]

5.6.2 Intelligente Verdünnung TN

Verdünnen Sie hochkonzentrierte Proben für die Stickstoffbestimmung, um die Wiederfindungsrate zu verbessern.

Im Verdünnungsmodus verdünnt der Analysator automatisch Proben mit einem Gehalt von $TN_b > 12$ mg/l. Die intelligente Verdünnung ist besonders für Proben unbekannter Konzentration oder Proben in einer unbekanntenen Probenmatrix interessant.

Bei der intelligenten Verdünnung misst der Analysator die Originalprobe. Nach der ersten Bestimmung entscheidet der Analysator anhand des TN_b -Gehalts, ob er die Probe automatisch verdünnt oder ob er mit den Wiederholungsmessungen fortfährt.

Es gelten folgende Schwellwerte für die intelligente Verdünnung:

- ab etwa $TN_b > 12$ mg/l: automatische Verdünnung 1 in 10
- ab etwa $TN_b > 120$ mg/l: automatische Verdünnung 1 in 20

Der genaue Schwellwert ist abhängig von:

- Probenmatrix
- Art der Stickstoffverbindungen
- Probenvolumen
- Alterungszustand des Verbrennungsrohrs

Für die Arbeit im Verdünnungsmodus kalibrieren Sie die Methode bis $TN_b = 15$ mg/l. Beurteilen Sie die Qualität der Kalibrierfunktion anhand des Regressionskoeffizienten. Achten Sie auch darauf, dass die IST-Konzentrationen über den gesamten Kalibrierbereich maximal 5 % von den SOLL-Konzentrationen abweichen. Nur so erreichen Sie exakte Ergebnisse.

Verwenden Sie die intelligente Verdünnung wie folgt:

- ▶ Das spezielle Verdünnungsprobentablett (47) aufsetzen und die passende Kanülenhalterung am Probengeber installieren.
- ▶ Mit dem Menübefehl **Konfiguration | Optionen bearbeiten** das Fenster **Optionen**, Karte **Gerätekomponenten** aufrufen.
- ▶ In der Gruppe **Sampler** die Tablettgröße 47 auswählen.
- ▶ Auf der Karte **Ablaufsteuerung** die Verdünnung freischalten. Dafür das Feld **Verdünnungsalgorithmus verwenden** mit einem Häkchen aktivieren.
- ▶ Die Option **Intelligente Verdünnung** auswählen.
- ▶ Die Proben in die Probengläser (50 ml) füllen. Das Probentablett mit den Probengläsern bestücken.
- ▶ Leere Probengläser (12 ml) auf das Probentablett stellen.
- ▶ Reinstwasser in die Reinstwasserflasche füllen.
- ▶ Mit dem Menübefehl **Apparatur | Justierung Probengeber** das gleichnamige Fenster aufrufen.
- ▶ Die Probenansaugkanüle zum Probentablett justieren.
- ▶ Das Feld **Verdünnungsposition** aktivieren. Die Position 1 in einem großen Probenglas (50 ml) justieren.
- ▶ Die Position 1 in einem kleinen Probenglas (12 ml) prüfen.

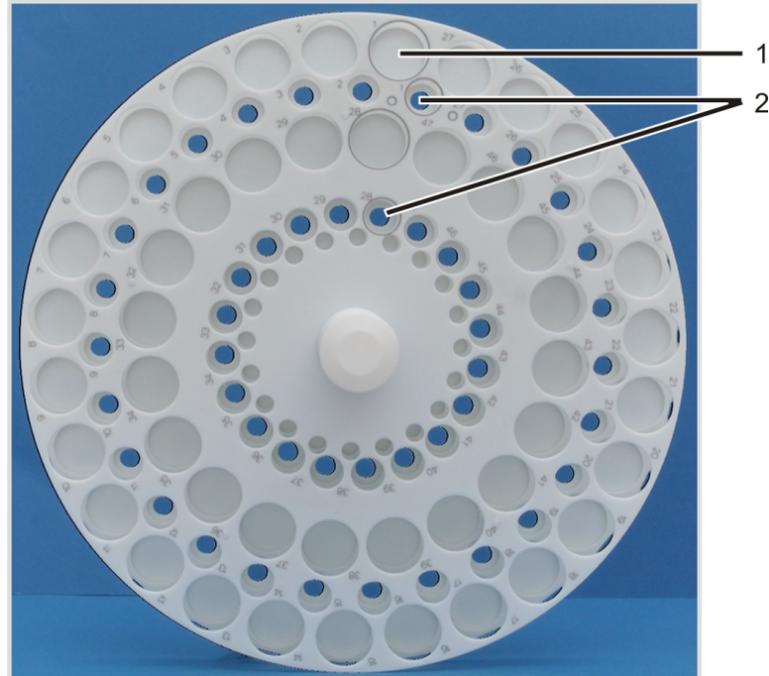


Abb. 56 Verdünnungstablett

1 Position 1 ... 47 für Gefäße (50 ml)

2 Position 1 ... 47 für Gefäße (12 ml)

- ▶ Bei Bedarf den Menübefehl **Messung | Verdünnungsblindwert** aufrufen. Den Blindwert des Verdünnungswassers bestimmen.
 - ✓ Der Ablauf ist intern festgelegt. Das Wasser für die Blindwertbestimmung wird aus der Reinstwasserflasche entnommen.
- ▶ Die Racktabelle neu erstellen. Oder: Eine vorhandene Racktabelle laden.
- ▶ Die in der Racktabelle eingetragenen Verdünnungen beziehen sich nicht auf die intelligente Verdünnung und haben keinen Einfluss auf diese. Wenn Sie die Proben – unabhängig von der intelligenten Verdünnung - verdünnen wollen: Proben vor der Messung manuell verdünnen. Das Verdünnungsverhältnis in die Spalte **Verdünnung** der Racktabelle eintragen. Die Software berechnet die Konzentration der unverdünnten Proben dann automatisch.
- ▶ Die Messung starten.

Beachten Sie bei der intelligenten Verdünnung Folgendes:

- Die Anzahl der möglichen Mehrfachbestimmungen ergibt sich aus der gewählten Methode, dem Injektionsvolumen und der Anzahl der Spülzyklen. Es muss mindestens eine Dreifachbestimmung möglich sein.

Die Software zeigt eine Fehlermeldung an, wenn das Probenvolumen der verdünnten Probe nicht ausreicht. Die Methodeneinstellungen dann anpassen.

- Im Analysenreport wird die Konzentration der Primärprobe angegeben. Der Analysenreport zeigt jedoch die Flächenintegrale, die für die verdünnte Probe gemessen wurden.
- Wenn der Analysator eine Probe intelligent verdünnt, erhält die verdünnte Probe zur ursprünglich vergebenen Proben-ID einen Anhang:
 - `_iV_1_10` für Verdünnungen 1 in 10
 - `_iV_1_20` für Verdünnungen 1 in 20

Die verdünnte Probe erscheint in der Analysentabelle unmittelbar nach der Originalprobe.

- Die intelligente Verdünnung ist nur für die TN_b -Bestimmung und nicht für die TC-Bestimmung vorgesehen. Die intelligente Verdünnung wird allein durch die Schwellwerte für TN ausgelöst. Selbst wenn Sie in der Methode die Kohlenstoffbestimmung angewählt haben, bestimmt der Analysator bei Überschreiten der Schwellwerte den Kohlenstoffgehalt (TC) nur einmal aus der Originalprobe. Der TC wird dann aus den verdünnten Proben bestimmt.
- Verdünnte Proben werden nicht ausgeblasen. Führen Sie für die exakte Bestimmung des TC bzw. TOC ein separater Analysenlauf ohne Verdünnung oder mit automatischer Verdünnung (TC) durch.
- Bestimmen Sie nicht gleichzeitig zur intelligenten Verdünnung den TOC im Differenzmodus. Das Probenvolumen in den kleinen Probengläsern (12 ml) reicht für eine Dreifachbestimmung im Differenzmodus nicht aus.

Sehen Sie dazu auch

- 📄 Probengeber AS vario justieren [▶ 89]

6 Wartung und Pflege

Der Benutzer darf keine anderen als die hier aufgeführten Pflege- und Wartungsarbeiten am Gerät und seinen Komponenten vornehmen.

Beachten Sie bei allen Wartungsarbeiten die Hinweise im Abschnitt "Sicherheitshinweise". Die Einhaltung der Sicherheitshinweise ist die Voraussetzung für einen störungsfreien Betrieb. Befolgen Sie stets alle Warnungen und Hinweise, die auf dem Gerät selbst angebracht sind oder von der Steuersoftware angezeigt werden.

Um eine einwandfreie und sichere Funktion zu gewährleisten, empfiehlt die Analytik Jena eine jährliche Prüfung und Wartung durch den Kundendienst.

6.1 Wartungsübersicht

Analysator

Wartungsintervall	Wartungsmaßnahme
Wöchentlich	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gerät reinigen und pflegen. ▪ Reagenzienflasche und Auffangschale reinigen. ▪ Befestigungsschrauben auf festen Sitz prüfen.
Alle 12 Monate	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Batterie des elektrochemischen NO-Detektors (ChD, optional) im rechten Seitenteil des Analysators ersetzen.

Probenaufgabesystem und Probengeber

Wartungsintervall	Wartungsmaßnahme
Vierteljährlich	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Spritzenpumpe auf Dichtheit kontrollieren.
Alle 12 Monate	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierspritze reinigen (bei Bedarf früher).
Nach Bedarf	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Bei erstem Start, Wechsel des Probentabletts oder Wiederinbetriebnahme nach Transport und Lagerung: Probengeber justieren.

Schlauchsystem

Wartungsintervall	Wartungsmaßnahme
Täglich	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gasflussanzeige im Fenster System-Status prüfen.
Wöchentlich	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Schlauchverbindungen auf festen Sitz prüfen.
Vierteljährlich	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kondensat- und Phosphorsäure-Pumpe auf Dichtheit prüfen.
Alle 12 Monate	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Pumpschlauch ersetzen.

Verbrennungssystem

Wartungsintervall	Wartungsmaßnahme
Alle 12 Monate	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verbrennungsrohr ersetzen (bei Bedarf früher). ▪ Bei Ersatz Verbrennungsrohr: Katalysator wechseln.
Bei Bedarf	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Spätestens nach Softwaremeldung: Katalysator auf Wirksamkeit prüfen und ersetzen. ▪ Bei Katalysatorwechsel: Verbrennungsrohr auf Beschädigung prüfen und reinigen.

Messgastrocknung und -reinigung

Wartungsintervall	Wartungsmaßnahme
Täglich	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Füllung der Halogenfalle kontrollieren. ▪ Wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt sind, Füllung ersetzen.
Vierteljährlich	<ul style="list-style-type: none"> ▪ TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange auf Risse und Beschädigungen prüfen.
Alle 6 Monate	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Wasserfallen an Frontseite und Gasbox wechseln.
Alle 12 Monate	<ul style="list-style-type: none"> ▪ TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange reinigen (bei Bedarf früher).

POC-Modul

Wartungsintervall	Wartungsmaßnahme
Monatlich, bei Bedarf früher	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Adsorber auf Funktion prüfen. ▪ Modul auf Dichtheit prüfen. ▪ Septum am POC-Port wechseln.
Bei Bedarf	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Wenn Adsorbentmaterial verklumpt ist, Adsorber wechseln.

Chemolumineszenzdetektor (CLD)

Wartungsintervall	Wartungsmaßnahme
Alle 12 Monate	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Adsorberpatrone wechseln.

6.2 Justieren und Einstellen

6.2.1 Allgemeine Hinweise zur Justage des Probengebers

Bei der Justage werden die Kanülen zum Probentablett justiert, sodass sie optimal in die Proben- bzw. Spülgefäße eintauchen.

Eine Justage des Probengebers ist erforderlich:

- vor dem ersten Start
- nach jedem Wechsel des Probentabletts
- bei Wiederinbetriebnahme nach Transport oder Lagerung

Die Justage der Probengeber AS 10e und AS 21hp wird bei der Installation und Inbetriebnahme beschrieben.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Probengeber aufstellen und in Betrieb nehmen [▶ 47]

6.2.2 Probengeber AS vario justieren



HINWEIS

Gefahr von Verbiegen

Die Kanülen können sich bei der Justage verbiegen.

- Vor der Justage die Verschraubungen an den Kanülen lösen.

- ▶ Die Software starten. Die Initialisierung des Gerätes abwarten.
- ▶ Mit dem Menübefehl **Apparatur | Justierung Probengeber** das gleichnamige Fenster aufrufen.
- ▶ In der Gruppe **Bitte Justierposition auswählen** im Listenfeld den Eintrag **Kanülen** auswählen.
 - ✓ Der Probengeberarm bewegt sich über die Justierpunkte auf dem Probenblett.

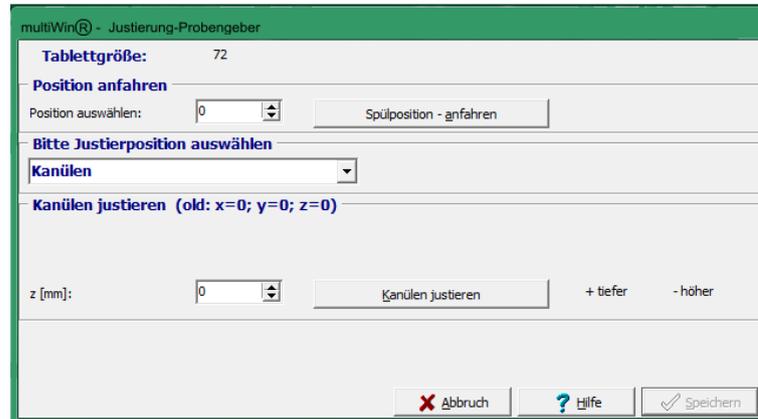


Abb. 57 Probengeber justieren

- ▶ Die z-Werte erhöhen bzw. verringern, bis die Kanülen ca. 2 cm oberhalb der Justierpunkte stehen. Auf die Schaltfläche [**Kanülen justieren**] klicken.
- ▶ Die Kanülen durch vorsichtiges Biegen auf die beiden Justierpunkte ausrichten.



Abb. 58 Justierpunkte auf dem Probenblett

- ▶ Die Eintauchtiefe der Probenansaugkanüle in das Spülgefäß und in ein Probengefäß auf Position 1 des Probenbletts justieren.
- ▶ Dafür in der Gruppe **Bitte Justierposition auswählen** im Listenfeld den Eintrag **Spülposition** oder den Eintrag **Position 1** auswählen.
- ▶ Zur Justage von Position 1 ein Probenglas mit Magnetrührstäbchen auf das Probenblett stellen.

- ▶ Zum Justieren der Spülposition oder der Position 1 die z-Werte erhöhen bzw. verringern.
- ▶ Die Kanülen auf der Spülposition so einstellen, dass die Kanülen mindestens 1 cm in das Spülgefäß eintauchen.
- ▶ Für den Probengeber AS vario ER: Den maximalen z-Wert von 145 mm auf der Spülposition einstellen. Dann tauchen die Kanülen bei der Spülung ausreichend tief in das Spülgefäß ein.
- ▶ Die Kanülen auf Position 1 in der Höhe so einstellen, dass sich das Rührstäbchen unbehindert drehen kann (Abstand ca. 5 mm).
- ▶ Nach jeder Änderung auf die Schaltfläche **[Spülposition justieren]** bzw. **[Position 1 justieren]** klicken.
 - ✓ Der Probengeber fährt die neue Position an.
- ▶ Die Schritte wiederholen, bis die Kanülenposition optimal ist.
- ▶ Auf die Schaltfläche **[Speichern]** klicken, um die Werte der Justage zu übernehmen.
- ▶ Erneut das Fenster **Justierung Probengeber** aufrufen. Zur Kontrolle die Spülposition und die Position 1 über die Schaltflächen anfahren.
 - ✓ Der Probengeber ist justiert.

Probengeber für automatisches Ansäuern justieren

Der Probengeber kann Proben für NPOC-Messungen automatisch ansäuern. Die Eintauchtiefe der Kanüle in das Probenglas hängt von der Justage in z-Richtung auf Position 1 ab.

- ▶ Die Kanüle in der Position 1 justieren.
- ▶ Die Werte der Justage durch eine Testmessung prüfen.
- ▶ Darauf achten, dass die Kanüle beim Ansäuern den Probendeckel durchstößt, nicht jedoch in die Probenflüssigkeit taucht.

6.2.3 EPA Sampler justieren



HINWEIS

Gefahr von Verbiegen

Die Kanülen können sich bei der Justage verbiegen.

- Vor der Justage die Verschraubungen an den Kanülen lösen.

Spannen Sie beide Kanülen so hoch in der Halterung ein, dass die Kanülenspitzen nicht in die Gefäße eintauchen (Grundstellung).

Bei der Justage ist die Probenansaugkanüle zur Spülposition und zur Probenposition 1 auf dem Probentablett zu justieren. Die Ausrichtung erfolgt durch Erhöhen bzw. Verringern der x-, y- und z-Werte.

Für Probengläser mit Septumkappe sind spezielle Probenansaug- und Ausblaskanülen mit Piercingfunktion notwendig: Piercingnadeln mit Belüftungsschlitz.

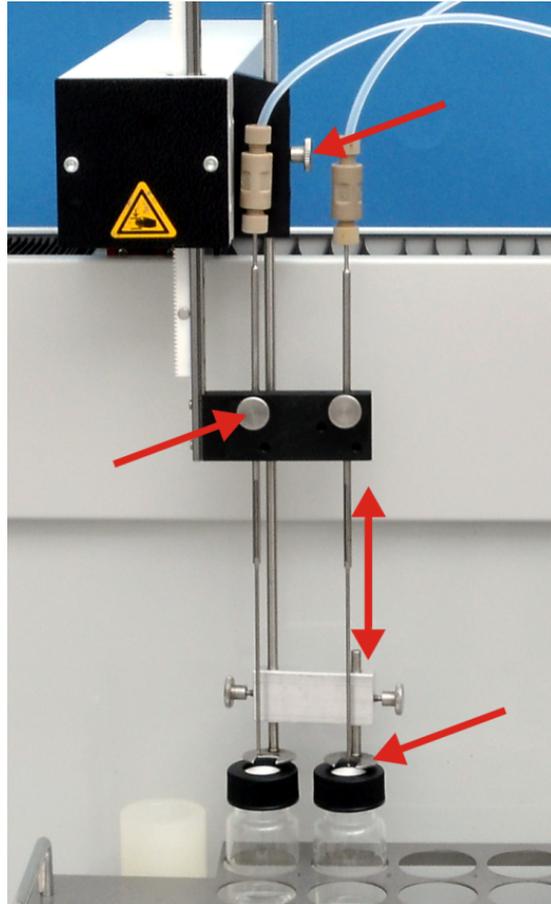


Abb. 59 Kanülen installieren (hier: 2 Kanülen für paralleles Ausblasen)

- ▶ Niederhalter und Probenansaugkanülen im Kanülenhalter installieren. Die Sicherungsschrauben der Kanülen vor der Justierung lösen. Die Kanülen so im Halter einspannen, dass die Kanülenspitze nicht in das Probengefäß eintaucht.
- ▶ Mit dem Menübefehl **Apparatur | Justierung Probengeber** das gleichnamige Fenster aufrufen.
- ▶ Die Eintauchtiefe der Probenansaugkanüle in das Spülgefäß und in ein Probengefäß auf Position 1 des Probentabletts justieren.
- ▶ Dafür in der Gruppe **Bitte Justierposition auswählen** im Listenfeld den Eintrag **Spülposition** oder den Eintrag **Position 1** auswählen.



Abb. 60 Probengeber justieren

- ▶ Zum Ausrichten der Spülposition bzw. Position 1 die x-, y- und z-Werte erhöhen oder verringern:

- x-Richtung: Bewegung nach vorn bzw. hinten
- y-Richtung: Bewegung nach rechts bzw. links
- z-Richtung: Bewegung nach oben bzw. unten



Abb. 61 Position 1 justieren

- ▶ Position 1 justieren: Zur Justage der x- und y-Position das Probenglas entfernen. Die Position anfahren. In dieser Position das Magnetrührstäbchen auf das Probentablett legen. Wenn sich die Kanüle in der Mitte der Position befindet, ist sie richtig justiert.
 - Der y- Wert darf nicht kleiner als 33 mm sein, um die korrekte Funktion zu gewährleisten.
- ▶ Zur Justage der z-Position das Probenglas mit Schraubverschluss und Septumkappe, z. B. ein EPA Probegläschen, in das Probentablett einsetzen.
- ▶ Die Spezialnadel in z-Richtung justieren, so dass ca. 2 cm des Belüftungsschlitzes oberhalb des Septums zu sehen sind.
Der Belüftungsschlitz muss sich oberhalb und unterhalb des Septums befinden. Sonst ist kein Druckausgleich innerhalb des Probengläschens möglich.
- ▶ Die Spülposition justieren: Die x- und y-Positionen justieren, so dass die Kanüle sich in der Mitte des Spülgefäßes befindet.
- ▶ In z-Richtung die Spezialkanüle so justieren, dass der Belüftungsschlitz an der oberen Kante des Spülgefäßes zu sehen ist.
- ▶ Nach jeder Änderung auf die Schaltfläche **[Spülposition justieren]** bzw. **[Position 1 justieren]** klicken.
 - ✓ Der Probengeber fährt die neue Position an.
- ▶ Die Schritte wiederholen, bis die Kanülenposition optimal ist.
- ▶ Auf die Schaltfläche **[Speichern]** klicken, um die Werte der Justage zu übernehmen.
- ▶ Erneut das Fenster **Justierung Probengeber** aufrufen. Zur Kontrolle die Spülposition und die Position 1 über die Schaltflächen anfahren.
 - ✓ Der Probengeber ist justiert.

Probengeber für automatisches Ansäuern justieren

Der Probengeber kann Proben für NPOC-Messungen automatisch ansäuern. Die Eintauchtiefe der Kanüle in das Probenglas hängt von der Justage in z-Richtung auf Position 1 ab.

- ▶ Die Kanüle in der Position 1 justieren.
- ▶ Die Werte der Justage durch eine Testmessung prüfen.

- ▶ Darauf achten, dass die Kanüle beim Ansäuern den Probendeckel durchstößt, nicht jedoch in die Probenflüssigkeit taucht.

6.2.4 Probengeber justieren



HINWEIS

Gefahr von Verbiegen

Die Kanülen können sich bei der Justage verbiegen.

- Vor der Justage die Verschraubungen an den Kanülen lösen.

Bei der Justage ist die Probenansaugkanüle zur Spülposition, zur Probenposition 1 und der POC-Reaktorposition auf dem Probentablett zu justieren. Die Ausrichtung erfolgt durch Erhöhen bzw. Verringern der x-, y- und z-Werte.

Für Probengläser mit Septumkappe ist eine spezielle Probenansaugkanüle mit Piercingfunktion notwendig: Piercingnadel mit Belüftungsschlitz.

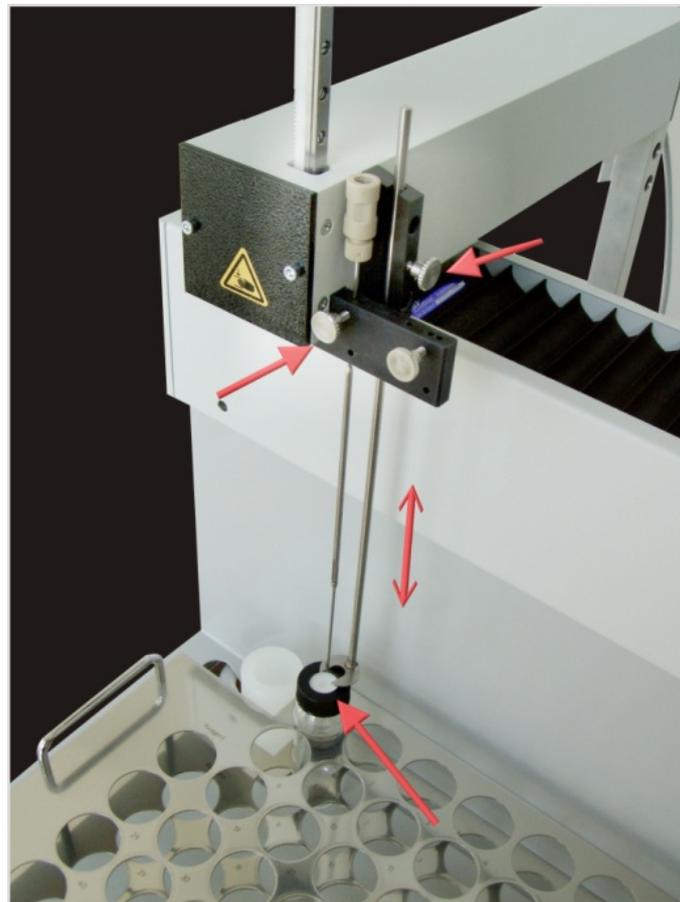


Abb. 62 Kanüle und Niederhalter installieren

- ▶ Niederhalter und Probenansaugkanüle im Kanülenhalter installieren. Die Sicherungsschrauben der Kanüle vor der Justierung lösen. Die Kanüle so im Halter einspannen, dass die Kanülenspitze nicht in das Probengefäß eintaucht.
- ▶ Mit dem Menübefehl **Apparatur | Justierung Probengeber** das gleichnamige Fenster aufrufen.
- ▶ Dafür in der Gruppe **Bitte Justierposition auswählen** im Listenfeld den Eintrag **Spülposition**, den Eintrag **Position 1** oder Position POC-Reaktor auswählen.



Abb. 63 Probengeber justieren

- ▶ Zum Ausrichten der Spülposition bzw. Position 1 die x-, y- und z-Werte erhöhen oder verringern:
 - x-Richtung: Bewegung nach vorn bzw. hinten
 - y-Richtung: Bewegung nach rechts bzw. links
 - z-Richtung: Bewegung nach oben bzw. unten



Abb. 64 Position 1 justieren

- ▶ Position 1 justieren: Zur Justage der x- und y-Position das Probenglas entfernen. Die Position anfahren. In dieser Position das Magnetrührstäbchen auf das Probentablett legen. Wenn sich die Kanüle in der Mitte der Position befindet, ist sie richtig justiert.
 - Der y- Wert darf nicht kleiner als 33 mm sein, um die korrekte Funktion zu gewährleisten.
- ▶ Zur Justage der z-Position das Probenglas mit Schraubverschluss und Septumkappe, z. B. ein EPA Probegläschen, in das Probentablett einsetzen.
- ▶ Die Spezialnadel in z-Richtung justieren, so dass ca. 2 cm des Belüftungsschlitzes oberhalb des Septums zu sehen sind.
Der Belüftungsschlitz muss sich oberhalb und unterhalb des Septums befinden. Sonst ist kein Druckausgleich innerhalb des Probengläschens möglich.
- ▶ Die Spülposition justieren: Die x- und y-Positionen justieren, so dass die Kanüle sich in der Mitte des Spülgefäßes befindet.
- ▶ In z-Richtung die Spezialkanüle so justieren, dass der Belüftungsschlitz an der oberen Kante des Spülgefäßes zu sehen ist.

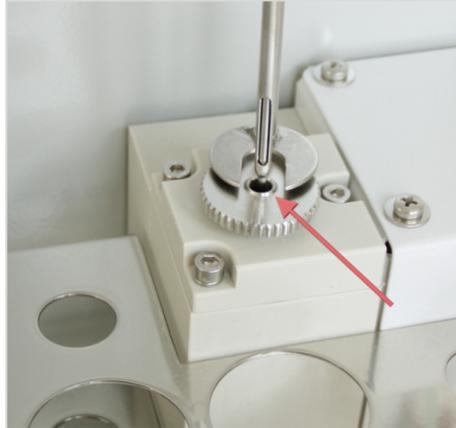


Abb. 65 Kanüle am POC-Reaktor justieren

- ▶ Position POC-Reaktor justieren: Die Kanüle so exakt wie möglich in der x- und y-Richtung justieren.
- ▶ In z-Richtung die Spezialkanüle so justieren, dass der gesamte dicke Schaft der Nadel, inklusive Belüftungsschlitz, über dem Port des POC-Reaktors zu sehen ist.
- ▶ Nach jeder Änderung auf die Schaltfläche **[Spülposition justieren]**, **[Position 1 justieren]** bzw. **[Position POC-Reaktor justieren]** klicken.
 - ✓ Der Probengeber fährt die neue Position an.
- ▶ Die Schritte wiederholen, bis die Kanülenposition optimal ist.
- ▶ Auf die Schaltfläche **[Speichern]** klicken, um die Werte der Justage zu übernehmen.
- ▶ Erneut das Fenster **Justierung Probengeber** aufrufen. Zur Kontrolle die justierten Positionen über die Schaltflächen anfahren.
 - ✓ Der Probengeber ist justiert.

6.2.5 NPOC-Ausblasfluss einstellen



VORSICHT

Verbrennungsgefahr am Ofen

Zum Einstellen des NPOC-Ausblasflusses müssen Sie die Seitenwand des Analysators öffnen. Dabei besteht Verletzungsgefahr am heißen Ofen.

- Beim Einstellen des NPOC-Ausblasflusses an der Gasbox einen Sicherheitsabstand zum heißen Verbrennungsofen einhalten.

Der NPOC-Ausblasfluss ist auf ca. 100 ml/min voreingestellt. Je nach Messaufgabe können Sie den NPOC-Ausblasfluss über das Nadelventil NPOC erhöhen oder verringern. Das Nadelventil NPOC befindet sich hinter der linken Seitenwand, links neben dem Verbrennungsofen.

Stellen Sie den NPOC-Ausblasfluss wie folgt ein:

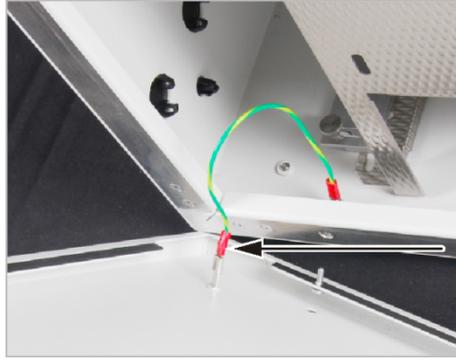


Abb. 66 Schutzleiteranschluss an der Seitenwand

- ▶ Die linke Seitenwand des Analysators öffnen. Wenn nötig, Zubehörmodule zur Seite rücken. Darauf achten, Verbindungsschläuche nicht zu knicken.
 - Die vier Befestigungsschrauben lösen. Die Schrauben sind unverlierbar und bleiben in der Wand.
 - Den Schutzleiteranschluss abziehen. Die Seitenwand sicher ablegen.
- ▶ Mit dem Menübefehl **Apparatur | Einzelsteuerung** das gleichnamige Fenster aufrufen.

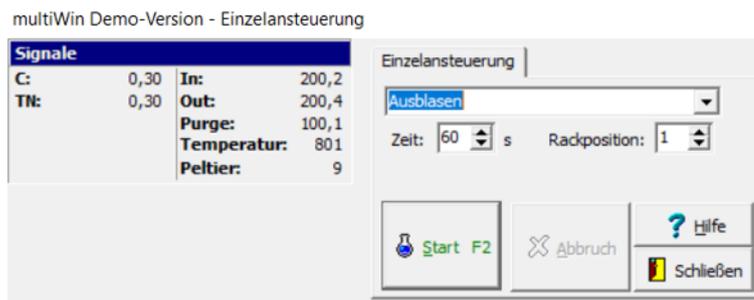


Abb. 67 Ausblasen einstellen

- ▶ Im Listenfeld die Option **Ausblasen** auswählen.
- ▶ Die Ausblaszeit im Feld **Zeit** im Bereich von 1 ... 900 s auswählen.
- ▶ Für Probenaufgabe mit Probengeber: Im Feld **Rackposition** eine beliebige Position auf dem Probentablett auswählen, auf der der Ausblasfluss beobachtet werden soll.
- ▶ Auf diese Position ein Probenglas mit Reinstwasser stellen.
- ▶ Für manuelle Probenaufgabe: Den Ausblasschlauch 7 in ein mit Reinstwasser gefülltes Probengefäß einführen.
- ▶ Auf die Schaltfläche **[Start F2]** klicken.
- ▶ Die Stellschraube am Nadelventil NPOC lösen.
- ▶ Den gewünschten NPOC-Ausblasfluss einstellen:
 - Den NPOC-Ausblasfluss erhöhen: Das Nadelventil nach links drehen.
 - Den NPOC-Ausblasfluss verringern: Das Nadelventil nach rechts drehen.
- ▶ Dabei im Fenster **System-Status** die Flussanzeige kontrollieren. Der aktuelle NPOC-Ausblasfluss wird unter **Purge** angezeigt.
- ▶ Die Stellschraube am Nadelventil wieder festdrehen.
- ▶ Die Seitenwand schließen.
 - Den Schutzleiteranschluss an der linken Seitenwand anstecken.
 - Die Schrauben zunächst an der unteren und anschließend an der oberen Seite leicht anziehen. Die Schrauben reihum festziehen.

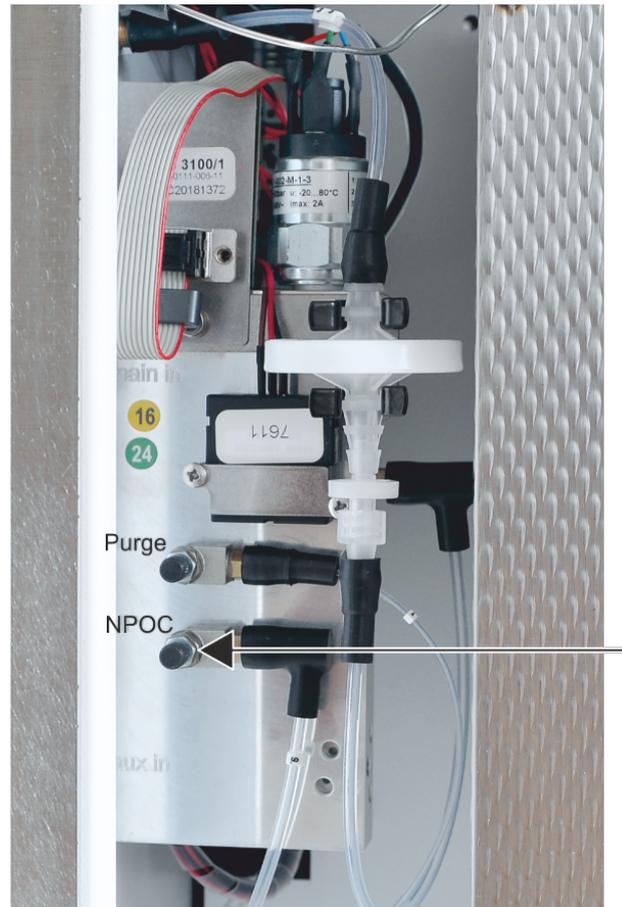
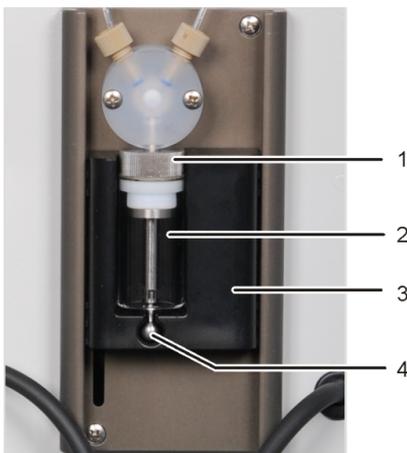


Abb. 68 NPOC-Ausblasfluss einstellen

6.3 Spritzenpumpe warten

Reinigen oder ersetzen Sie die Dosierspritze der Spritzenpumpe wie folgt:



- ▶ Die Türen des Analysators öffnen.
- ▶ Die Spritzenpumpe softwaregesteuert entleeren:
 - Mit dem Menübefehl **Apparatur | Einzelsteuerung** das gleichnamige Fenster öffnen.
 - Die Option **Wechselposition Spritze** auswählen und auf **[Start F2]** klicken.
 - ✓ Die Spritze wird geleert und in die Wechselposition gebracht.
- ▶ Dosierspritze am Ventil (1) abschrauben und aus dem Antrieb (3) nehmen.
- ▶ Glaszylinder (2) und Kolben (4) auseinandernehmen und reinigen.
- ▶ Kolbenstange der Dosierspritze in den Antrieb einlegen.
- ▶ Glaszylinder am Ventil anschrauben.
 - ✓ Der Analysator ist wieder betriebsbereit.

6.4 Pumpschlauch wechseln



VORSICHT

Verätzungsgefahr bei Schlauchwechsel

In den Schläuchen können sich noch geringe Mengen an sauren Lösungen befinden.

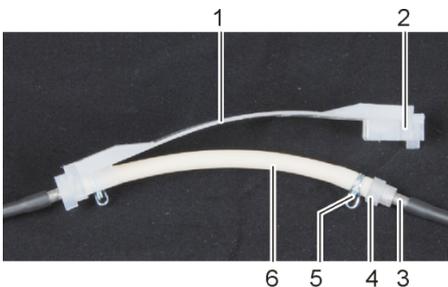
- Beim Wechsel von Schläuchen Schutzhandschuhe und Schutzkleidung tragen.
- Auslaufende Flüssigkeit mit einem saugfähigen Tuch auffangen.

Die Pumpschläuche alle 3 Monate auf Dichtheit prüfen und spätestens nach 12 Monaten ersetzen.

Kondensat-Pumpe



- ▶ Steuer- und Auswertesoftware beenden oder den Gasfluss durch Klick auf [OK] neben **Gasfluss** im Fenster **System-Status** ausschalten.
- ▶ Die Türen des Analysators öffnen.
- ▶ Den Bügel an der Kondensat-Pumpe nach links drücken.
- ▶ Die Schläuche 10 und 11 von den Anschlüssen abziehen.



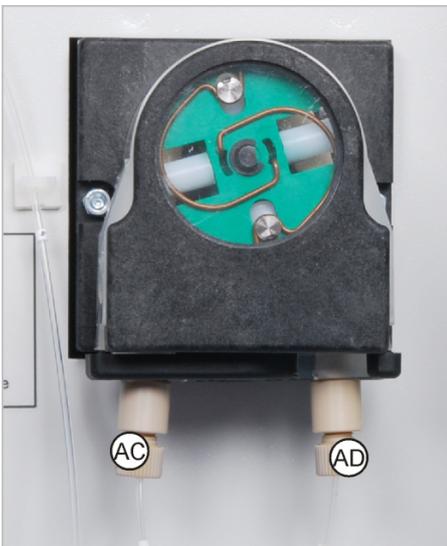
- 1 Laufband
- 2 Nut
- 3 Metallstützen
- 4 Schlauchführung
- 5 Schlauchklemme
- 6 Pumpschlauch

- ▶ Das Laufband mit dem Pumpschlauch vom Pumpenkörper abnehmen.
- ▶ Den Pumpschlauch und die Anschlüsse auf starke Abnutzung und Risse prüfen. Wenn Feuchtigkeit aus dem Pumpschlauch oder den Anschlüssen austritt, Pumpschlauch ersetzen.
- ▶ Den Pumpenkörper und den Rollenträger mit Reinstwasser abwischen.
- ▶ Den Pumpenkörper und den Rollenträger auf Verschleiß prüfen.
- ▶ Den noch intakten oder den neuen Pumpschlauch in das Laufband drücken. Die Schlauchklemmen beim Einbau nach unten ausrichten.
- ▶ Die Schlauchführung in die Nut des Laufbandes einführen.

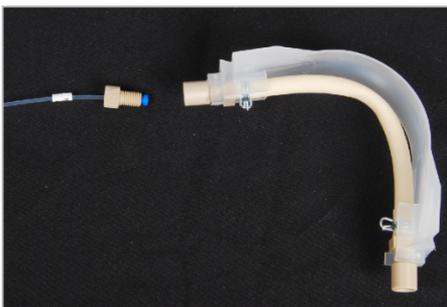


- ▶ Das Laufband um den Pumpenkörper legen.
- ▶ Das Laufband mit einer Hand nach oben drücken. Mit der anderen Hand den Bügel nach rechts drehen, bis er einrastet.
- ▶ Schlauch 10 und 11 wieder auf die Stutzen schieben.
- ▶ Die Gasversorgung wieder anstellen und die Systemdichtheit prüfen.
 - ✓ Die Pumpe ist wieder betriebsbereit.

Phosphorsäure-Pumpe



- ▶ Steuer- und Auswertesoftware beenden oder den Gasfluss durch Klick auf [OK] neben **Gasfluss** im Fenster **System-Status** ausschalten.
- ▶ Den Pumpenschlauch wie bei der Kondensat-Pumpe ausbauen.



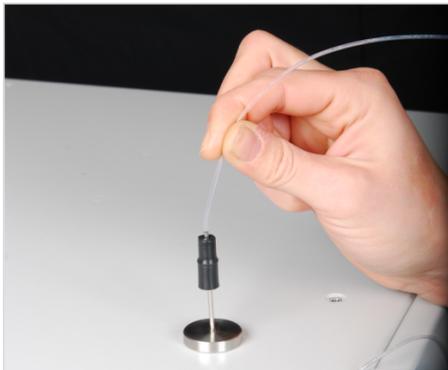
- ▶ Die Schläuche AC und AD sind mit Fingertight-Verbindungen an der Pumpe angeschlossen. Die Schläuche mit Fingertight-Verbindungen von der Pumpe abschrauben.
- ▶ Den Schlauch auf starke Abnutzung und Risse prüfen.
- ▶ Den Pumpschlauch wie beschrieben einbauen. Die Schläuche AC und AD wieder an die Pumpe anschrauben.
- ▶ Die Gasversorgung wieder anstellen und die Systemdichtheit prüfen.
 - ✓ Die Pumpe ist wieder betriebsbereit.

6.5 Schlauchverbindungen wechseln

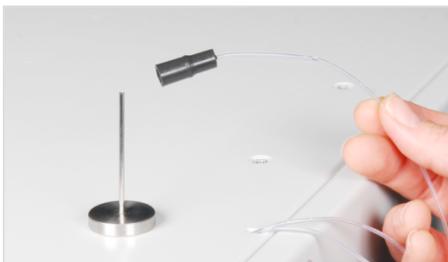
FAST-Verbinder verbinden Schläuche mit Glasteilen. Für das Einfädeln von dünnen Schläuchen in die Verbinder gibt es eine Einfädelhilfe. Sie liegt dem Analysator bei. Prüfen Sie nach einem Schlauchwechsel die Systemdichtheit.



- ▶ Den FAST-Verbinder auf die Kanüle der Einfädelhilfe schieben. Die schmalere Bohrung weist dabei nach oben.



- ▶ Den Schlauch in die Kanüle der Einfädelhilfe einfädeln.



- ▶ Den FAST-Verbinder von der Kanüle auf den Schlauch schieben.
- ▶ Den Schlauch aus der Kanüle der Einfädelhilfe herausziehen. Den Schlauch so weit aus dem FAST-Verbinder herausziehen, dass er nicht mehr in die breitere Bohrung ragt.

Gewinkelte FAST-Verbinder

Bei gewinkelten FAST-Verbindern die Schlauchenden nicht über die Schenkellänge des Verbinders hinausschieben. Der Gasfluss wird sonst behindert.

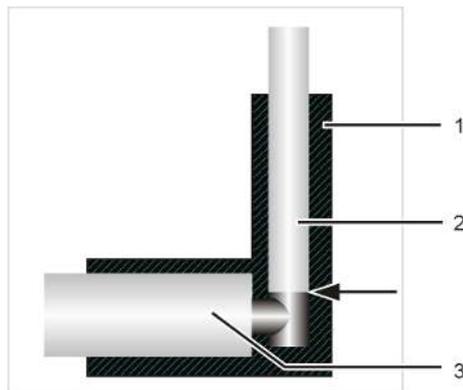


Abb. 69 FAST-Verbinder, gewinkelt

- 1 Gewinkelter FAST-Verbinder
- 2 Schlauch
- 3 Glasstutzen

Fingertight-Verbindungen

- ▶ Beim Ersatz von Fingertight-Verbindungen nur gerade geschnittene, runde und nicht gequetschte Schlauchenden verwenden.
- ▶ Den Dichtkegel mit der konischen Seite zur Hohlsschraube hin auf den Schlauch schieben. Dichtkegel und Schlauchende müssen bündig abschließen.
- ▶ Hohlsschraube beim Einsetzen nicht verkanten und nur handfest anziehen.

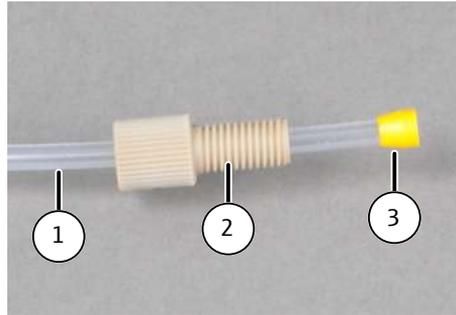


Abb. 70 Fingertight-Verbindung ersetzen

- | | |
|------------------------|----------------|
| 1 Schlauch | 2 Hohlschraube |
| 3 Konischer Dichtkegel | |

6.6 Systemdichtheit prüfen



HINWEIS

Gefahr eines Gaslecks

Wenn der Ausgangsfluss deutlich unter dem Eingangsfluss liegt, hat das Gerätesystem ein Gasleck.

- Alle Verbindungsstellen z. B. mit einer schäumenden Tensid-Lösung überprüfen.
- Gerät erst in Betrieb nehmen, wenn das Gasleck beseitigt ist.

Die Systemdichtheit wird automatisch am Gasausgang des Analysators geprüft.

- ▶ Den Analysator einschalten.
- ▶ Die Trägergaszufuhr am Druckminderer öffnen.
- ▶ Die Steuer- und Auswertesoftware starten.
- ▶ Die Flussanzeige im Fenster **System-Status** prüfen:
 - **In** (Eingangsfluss): 160 ml/min
 - **Out** (Ausgangsfluss): 160 ± 10 ml/min

6.7 Katalysator wechseln

Wenn der Katalysator in seiner Wirksamkeit nachlässt, müssen Sie das Verbrennungsröhr mit frischem Katalysator füllen.

Die Software zeigt an, wenn das Wartungsintervall des Katalysators nach maximal 1500 Injektionen abgelaufen ist. Dann müssen Sie kontrollieren, ob ein Wechsel des Katalysators erforderlich ist.

Entsorgen Sie den alten Katalysator gemäß der Entsorgungsvorschrift.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Entsorgung [▶ 136]

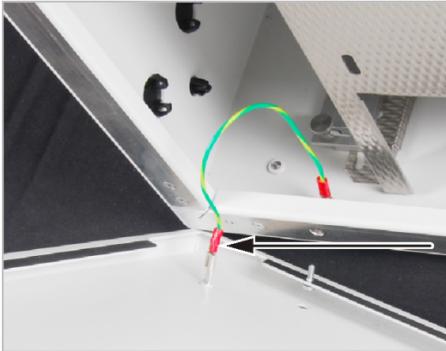
6.7.1 Verbrennungsrohr ausbauen



VORSICHT

Verbrennungsgefahr am heißen Ofen

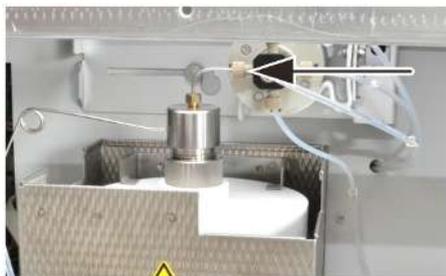
- Das Gerät vor der Wartung ausschalten und das Gerät abkühlen lassen.



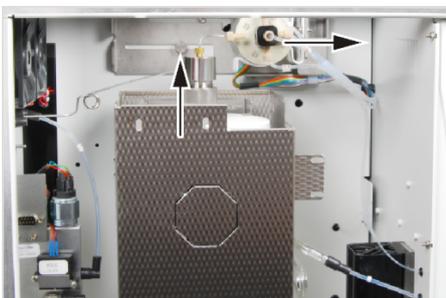
- ▶ Den Analysator am Hauptschalter ausschalten. Den Netzstecker aus der Steckdose ziehen. Die Gasversorgung am Druckminderer im Labor abstellen.
- ▶ Die linke Seitenwand des Analysators öffnen. Wenn nötig, Zubehörmodule zur Seite rücken. Darauf achten, Verbindungsschläuche nicht zu knicken.
 - Die vier Befestigungsschrauben lösen. Die Schrauben sind unverlierbar und bleiben in der Wand.
 - Den Schutzleiteranschluss abziehen. Die Seitenwand sicher ablegen.



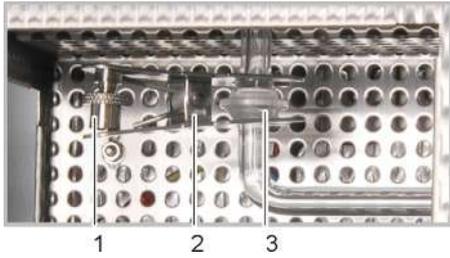
- ▶ Die Trägergaskanüle aus dem FAST-Verbinder in der linken Seitenwand ziehen.



- ▶ Die Fingertight-Verbindung der Ofenkanüle vom Umschaltventil abschrauben.



- ▶ Die Rändelschraube am Halter des Umschaltventils lockern.
- ▶ Das Umschaltventil nach rechts schieben. Dadurch wird die Ofenkanüle aus dem Umschaltventil gezogen.



- ▶ Die Schliffverbindung (3) unten am Verbrennungssofen lösen, die das Verbrennungsrohr mit der Kondensationsschlange verbindet.
- ▶ Dafür die Rändelschraube (1) lösen und die Gabelklemme (2) entfernen.

- ▶ Das Verbrennungsrohr vorsichtig nach oben aus dem Ofen entnehmen.
- ▶ Den Ofenkopf vom Verbrennungsrohr abschrauben. Die Überwurfmutter, den An-druckring und die drei Dichtringe entfernen.
- ▶ Die verbrauchte Katalysatorfüllung entfernen. Das Verbrennungsrohr auf starke Kris-tallisation, Risse und ausgeplatzte Stellen kontrollieren. Nur intakte Verbrennungs-rohre wiederverwenden.
- ▶ Das leere Verbrennungsrohr gründlich mit Reinstwasser ausspülen und gut trocknen lassen.

6.7.2 Verbrennungsrohr füllen



HINWEIS

Handschweiß verkürzt die Lebensdauer des Verbrennungsrohrs

Durch Alkalisalze im Handschweiß treten beim Aufheizen des Verbrennungssofens Kris-tallisationen im Quarzglas auf. Dadurch wird die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzt.

- Das gereinigte Verbrennungsrohr beim Befüllen möglichst nicht mit der Hand be-rühren. Schutzhandschuhe tragen.
- Nur vollständig trockene Verbrennungsrohre füllen.
- Fingerspuren mit einem Tuch abwischen, das mit reinem Alkohol benetzt ist.



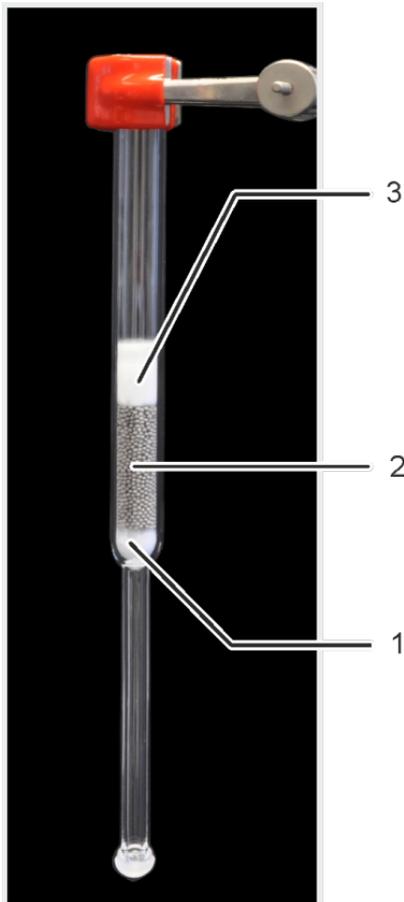
HINWEIS

Gefahr von Detektorschäden

Der Katalysator kann beim ersten Aufheizen ausgasen, erkennbar an Nebelbildung im TIC-Kondensatgefäß.

- Den Katalysator beim ersten Aufheizen etwa 30 min lang bei Betriebstemperatur ausglühen.
- Währenddessen den Gasweg an den Wasserfallen auf der Frontseite unterbrechen, um den Detektor vor den Gasen zu schützen.

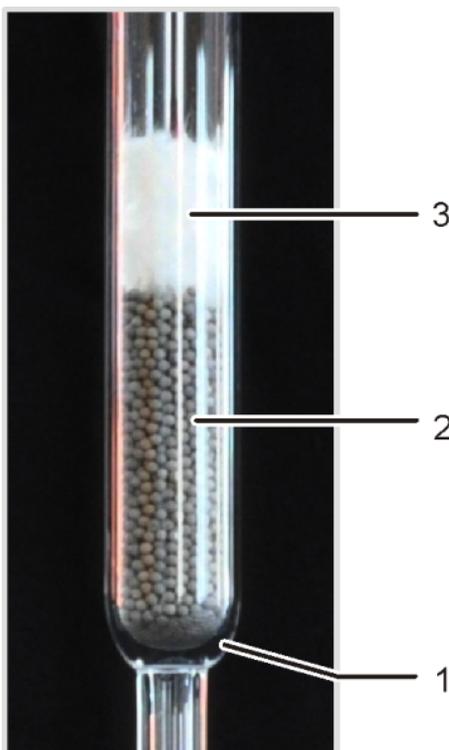
Verbrennungsrohr füllen, für herkömmliche Proben



- ▶ Zum Füllen das Verbrennungsrohr in einem Stativ befestigen.
- ▶ Quarzglaswolle (1) ca. 1 cm hoch in das Verbrennungsrohr füllen, mit einem Glasstab vorsichtig nach unten schieben und festdrücken. Die Glaswolle hält den Katalysator zurück. Darauf achten, dass kein Katalysator in den Gasweg gelangen kann. Glaswolle auch nicht zu fest stopfen!
- ▶ Platinkatalysator (2) ca. 4 cm hoch vorsichtig auf die Quarzglaswolle schichten.
- ▶ Die HT-Matte (3) von der schmalen Seite her aufrollen. Das Röllchen muss einen Durchmesser von ca. 13 mm und eine Höhe von 2 cm haben, sodass es sich leicht in das Verbrennungsrohr schieben lässt.
- ▶ Die gerollte HT-Matte in das Verbrennungsrohr einführen und mit einem Glasstab soweit nach unten schieben, bis der Katalysator abgedeckt ist.
- ▶ Die Matte nur leicht auf den Katalysator drücken.

Die empfohlene Arbeitstemperatur für diese Füllung beträgt 800 °C.

Verbrennungsrohr füllen, für Proben mit hohen Salzlasten



Bei Proben mit hohen Salzlasten wird der Katalysator auf ein Platinnetz gefüllt.

- ▶ Zum Füllen das Verbrennungsrohr in einem Stativ befestigen.
- ▶ Das Platinnetz in das Verbrennungsrohr einführen und mit einem Glasstab vorsichtig nach unten schieben. Das Platinnetz hält den Katalysator zurück. Darauf achten, dass kein Katalysator in den Gasweg gelangen kann.
- ▶ Platinkatalysator (2) ca. 4 cm hoch vorsichtig auf das Platinnetz schichten.
- ▶ Die HT-Matte (3) von der schmalen Seite her aufrollen. Das Röllchen muss einen Durchmesser von ca. 13 mm und eine Höhe von 2 cm haben, sodass es sich leicht in das Verbrennungsrohr schieben lässt.
- ▶ Die gerollte HT-Matte in das Verbrennungsrohr einführen und mit einem Glasstab soweit nach unten schieben, bis der Katalysator abgedeckt ist.
- ▶ Die Matte nur leicht auf den Katalysator drücken.

Die empfohlene Arbeitstemperatur für diese Füllung beträgt 720 ... 750 °C.

6.7.3 Verbrennungsrohr einbauen



HINWEIS

Handschweiß verkürzt die Lebensdauer des Verbrennungsrohrs

Durch Alkalisalze im Handschweiß treten beim Aufheizen des Verbrennungsofens Kristallisationen im Quarzglas auf. Dadurch wird die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzt.

- Das gereinigte Verbrennungsrohr beim Befüllen möglichst nicht mit der Hand berühren. Schutzhandschuhe tragen.
- Nur vollständig trockene Verbrennungsrohre füllen.
- Fingerspuren mit einem Tuch abwischen, das mit reinem Alkohol benetzt ist.



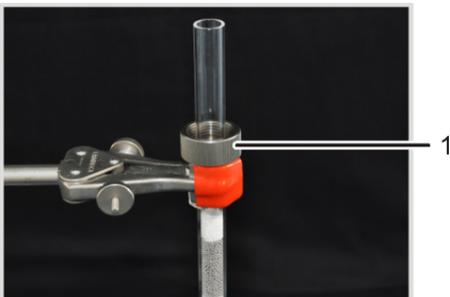
HINWEIS

Vermeidung von Dichtheitsproblemen

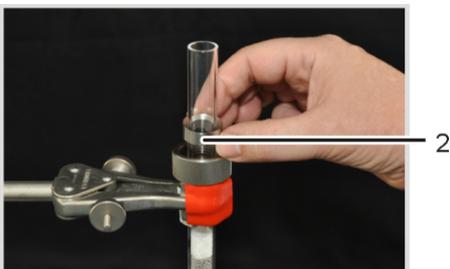
Durch geringe Variationen des Außendurchmessers der Verbrennungsrohre kann es vorkommen, dass ein neues Verbrennungsrohr mit bereits gebrauchten O-Ringen nicht wieder völlig dicht eingebaut werden kann.

- Bei Einbau eines neuen Verbrennungsrohres immer neue O-Ringe (402-815.102) verwenden.

Montieren Sie den Ofenkopf auf das Verbrennungsrohr, bevor Sie das Verbrennungsrohr in den Ofen einsetzen.



- ▶ Die Überwurfmutter (1) auf das Verbrennungsrohr schieben.



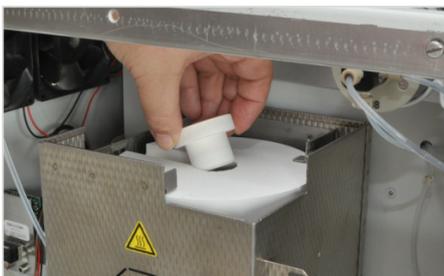
- ▶ Den Andruckring (2) in die Überwurfmutter legen.
Die konische Seite des Andruckrings muss dabei nach oben weisen.



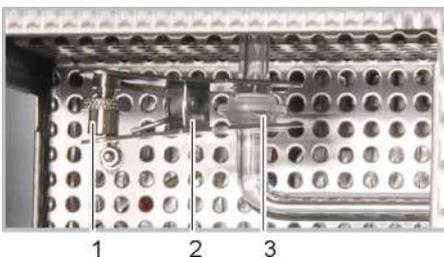
- ▶ Die drei ummantelten Dichtringe (3) auf das Verbrennungsrohr schieben. Darauf achten, dass die Dichtringe am Rand des Verbrennungsrohres bündig abschließen.



- ▶ Den Ofenkopf vorsichtig bis zum Anschlag auf das Verbrennungsrohr aufsetzen.
- ▶ Den Ofenkopf leicht gegen das Rohr drücken und die Überwurfmutter handfest anziehen. Die Ofenkanüle und die Trägergaskanüle sind bereits am Ofenkopf angebracht.



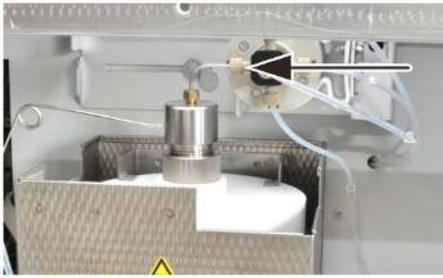
- ▶ Wenn nicht vorhanden, den Keramikhalter in die obere Öffnung des Verbrennungsofens stecken.
- ▶ Das Verbrennungsrohr mit Ofenkopf in den Verbrennungsofen einführen.



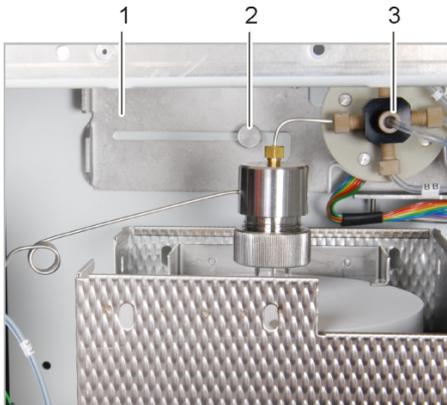
- ▶ Das untere Ende des Verbrennungsrohrs und den Eingang der Kondensationsschlange über die Kugelschliffverbindung (1) zusammenfügen.
- ▶ Die Kugelschliffverbindung mit der Gabelklemme (2) sichern. Die Rändelschraube (3) handfest anziehen.



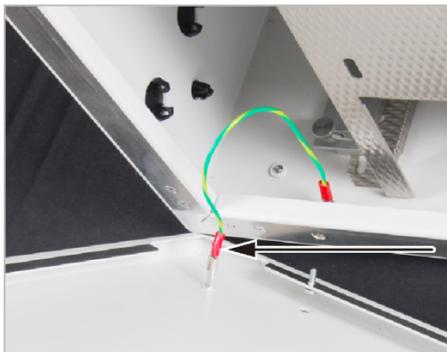
- ▶ Den Trägergasanschluss mit dem Anschluss in der Gerätewand über den FAST-Verbinder verbinden.



- ▶ Das Umschaltventil so weit nach links schieben, bis das Umschaltventil den Anschluss der Ofenkanüle berührt.
- ▶ Die Ofenkanüle mit der Fingertight-Verbindung handfest am Umschaltventil anschrauben.



- ▶ Das Umschaltventil (3) in dieser Lage fixieren. Dafür die Rändelschraube (2) am Halter (1) handfest anziehen.
- ▶ Die obere Abdeckung auf den Analysator auflegen.



- ▶ Die Seitenwand schließen.
 - Den Schutzleiteranschluss an der linken Seitenwand anstecken.
 - Die Schrauben zunächst an der unteren und anschließend an der oberen Seite leicht anziehen. Die Schrauben reihum festziehen.
- ▶ Die Gasversorgung anstellen. Den Netzstecker in die Steckdose stecken den Analysator am Hauptschalter einschalten.
- ▶ Die Systemdichtheit prüfen.
 - ✓ Der Analysator ist wieder betriebsbereit.

6.8 Verbrennungsofen aus- und einbauen

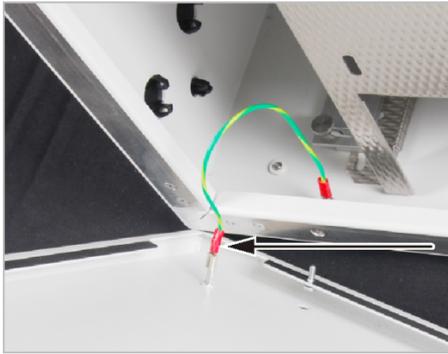
6.8.1 Verbrennungsofen ausbauen



VORSICHT

Verbrennungsgefahr am heißen Ofen

- Das Gerät vor der Wartung ausschalten und das Gerät abkühlen lassen.



- ▶ Den Analysator am Hauptschalter ausschalten. Den Netzstecker aus der Steckdose ziehen. Die Gasversorgung am Druckminderer im Labor abstellen.
- ▶ Die linke Seitenwand des Analysators öffnen. Wenn nötig, Zubehörmodule zur Seite rücken. Darauf achten, Verbindungsschläuche nicht zu knicken.
 - Die vier Befestigungsschrauben lösen. Die Schrauben sind unverlierbar und bleiben in der Wand.
 - Den Schutzleiteranschluss abziehen. Die Seitenwand sicher ablegen.



- ▶ Die obere Abdeckung abnehmen.
- ▶ Das Verbrennungsrohr ausbauen. Das Umschaltventil nach rechts schieben, so dass es beim weiteren Ausbau nicht stört.
- ▶ Die Kondensationsschlange ausbauen.
- ▶ Den Steckverbinder für den Verbrennungsofen aus dem Steckplatz lösen.



- ▶ Die Rändelschrauben lösen, mit denen der Ofen am Geräteboden befestigt ist.
- ▶ Den Ofen aus dem Analysator heben.
- ▶ Die Rändelschrauben wieder am Geräteboden befestigen, damit sie nicht verloren gehen.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Verbrennungsrohr ausbauen [▶ 103]
- 📖 Kondensationsschlange warten [▶ 111]

6.8.2 Verbrennungsofen einbauen



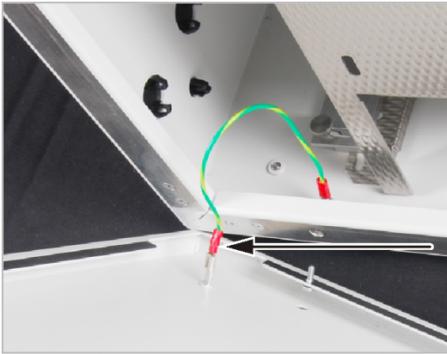
- ▶ Die linke Seitenwand des Analysators öffnen. Die obere Abdeckung abnehmen.
- ▶ Die Rändelschraube am Halter des Umschaltventils lockern. Das Umschaltventil nach rechts schieben, sodass es nicht beim Einbau stört.
- ▶ Die Rändelschrauben am Geräteboden lösen, mit denen der Ofen befestigt wird.



- ▶ Den Ofen mittig einsetzen. Die Ofenvorderseite parallel zur Gerätewand ausrichten.
- ▶ Den Ofen mit den Rändelschrauben befestigen. Die Rändelschrauben handfest anziehen.



- ▶ Den Steckverbinder für den Verbrennungsofen in den Steckplatz rechts unten an der hinteren Gerätewand stecken.
- ▶ Das Verbrennungsrohr einbauen.
- ▶ Die Kondensationsschlange einbauen.
- ▶ Probenansaugschlauch und Ausblasschlauch durch die obere Öffnung schieben. Die obere Abdeckung auflegen. Die Schläuche mit dem Probengeber verbinden.



- ▶ Die Seitenwand schließen.
 - Den Schutzleiteranschluss an der linken Seitenwand anstecken.
 - Die Schrauben zunächst an der unteren und anschließend an der oberen Seite leicht anziehen. Die Schrauben reihum festziehen.
- ▶ Die Gasversorgung anstellen. Den Netzstecker in die Steckdose stecken den Analysator am Hauptschalter einschalten.
- ▶ Die Systemdichtheit prüfen.
 - ✓ Der Analysator ist wieder betriebsbereit.

6.9 TIC-Kondensatgefäß reinigen



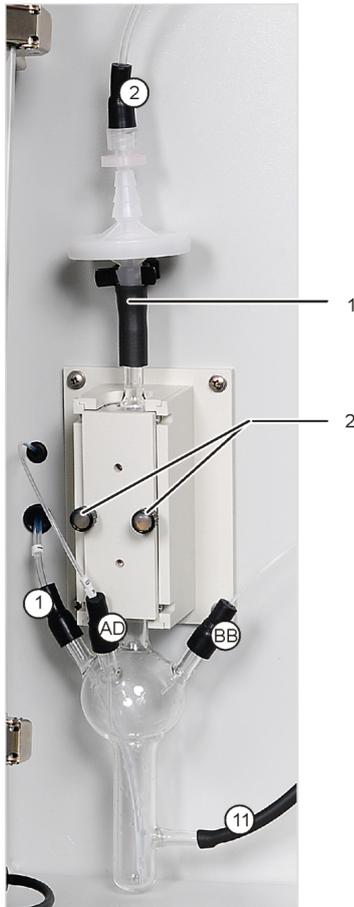
WARNUNG

Verätzungsgefahr durch Phosphorsäure

Im TIC-Kondensatgefäß befindet sich Phosphorsäure. Phosphorsäure reizt Augen, Haut und Schleimhäute.

- Bei der Handhabung der konzentrierten Säure Schutzbrille und Schutzkleidung tragen. Unter dem Abzug arbeiten.
- Alle Hinweise und Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt befolgen.

Kontrollieren Sie das TIC-Kondensatgefäß in regelmäßigen Abständen auf Ablagerungen. Reinigen Sie das TIC-Kondensatgefäß nur, wenn die Proben nicht mehr richtig ausgeblasen werden.



- ▶ Die Steuer- und Auswertesoftware beenden oder den Gasfluss durch Klick auf **[OK]** neben **Gasfluss** im Fenster **System-Status** ausschalten.
- ▶ Die Türen des Analysators öffnen.
- ▶ Verbindungsschlauch zu den Wasserfallen (1) vom TIC-Kondensatgefäß abziehen.
- ▶ Die Schläuche 1, AD und BB mit FAST-Verbindern vom TIC-Kondensatgefäß abziehen.
- ▶ Den Abfallschlauch 11 vom Anschluss unten am TIC-Kondensatgefäß abziehen.
- ▶ Die zwei Rändelschrauben (2) am Deckel des Kühlblocks lösen. Den Deckel entfernen und das TIC-Kondensatgefäß entnehmen.
- ▶ Das TIC-Kondensatgefäß auf Ablagerungen und Risse prüfen und mit Reinstwasser ausspülen.
- ▶ Die Schläuche entsprechend der Abbildung befestigen:
 - Den Abfallschlauch 11 mindestens 1 cm weit auf den unteren Anschluss des TIC-Kondensatgefäßes schieben.
 - Die Schläuche 1, AD und BB mit FAST-Verbindern auf die Anschlüsse des TIC-Kondensatgefäßes schieben. Die FAST-Verbindern mindestens 1 cm weit aufschieben.
 - Den Schlauch 1 fast bis zum Boden des TIC-Kondensatgefäßes schieben.
 - Den Verbindungsschlauch (1) zwischen TIC-Kondensatgefäß und Wasserfallen befestigen.
- ▶ Das TIC-Kondensatgefäß in den Kühlblock einsetzen. Den Deckel des Kühlblockes mit den zwei Rändelschrauben befestigen.
- ▶ Die Gasversorgung wieder aktivieren.
 - ✓ Das TIC-Kondensatgefäß ist wieder einsatzbereit.

6.10 Kondensationsschlange warten

Ausbau und Reinigung



VORSICHT

Verbrennungsgefahr am heißen Ofen

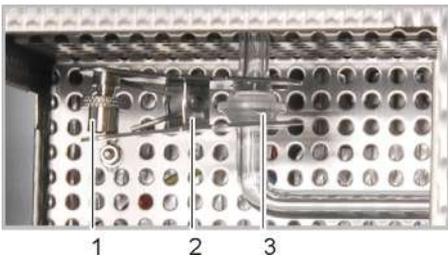
- Das Gerät vor der Wartung ausschalten und das Gerät abkühlen lassen.



- ▶ Den Analysator am Hauptschalter ausschalten. Den Netzstecker aus der Steckdose ziehen. Die Gasversorgung am Druckminderer im Labor abstellen.
- ▶ Die linke Seitenwand des Analysators öffnen. Wenn nötig, Zubehörmodule zur Seite rücken. Darauf achten, Verbindungsschläuche nicht zu knicken.
 - Die vier Befestigungsschrauben lösen. Die Schrauben sind unverlierbar und bleiben in der Wand.
 - Den Schutzleiteranschluss abziehen. Die Seitenwand sicher ablegen.



- ▶ Den Schlauch 1 aus dem FAST-Verbinder der Kondensationsschlange herausziehen.



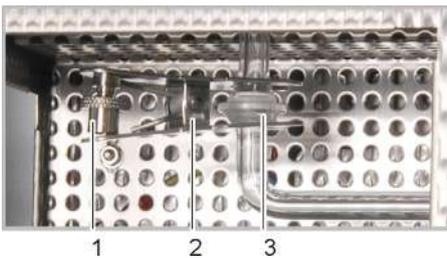
- ▶ Die Schliifverbindung (3) unten am Verbrennungsofen lösen, die das Verbrennungsrohr mit der Kondensationsschlange verbindet.
- ▶ Dafür die Rändelschraube (1) lösen und die Gabelklemme (2) entfernen.

- ▶ Die Kondensationsschlange vorsichtig aus dem Analysator entnehmen. Dabei den unteren Teil aus dem Durchbruch des Verbrennungsofens herausziehen.
- ▶ Den FAST-Verbinder vom Glasstutzen der Kondensationsschlange lösen.
- ▶ Die Kondensationsschlange auf Ablagerungen und Risse prüfen.
- ▶ Die Kondensationsschlange mit Reinstwasser ausspülen und gut trocknen lassen.

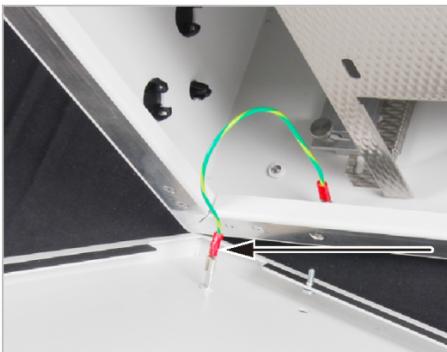
Einbau



- ▶ Den Schlauch 1 in den FAST-Verbinder schieben.
- ▶ Den FAST-Verbinder auf den Glasstützen der Kondensationsschlange schieben.
- ▶ Die Kondensationsschlange an die rechte Seite des Verbrennungsofens festhalten. Der Kugelschliff der Schlange zeigt dabei in den unteren Ausbruch des Ofens.



- ▶ Das untere Ende des Verbrennungsrohrs und den Eingang der Kondensationsschlange über die Kugelschliffverbindung (1) zusammenfügen.
- ▶ Die Kugelschliffverbindung mit der Gabelklemme (2) sichern. Die Rändelschraube (3) handfest anziehen.



- ▶ Die Seitenwand schließen.
 - Den Schutzleiteranschluss an der linken Seitenwand anstecken.
 - Die Schrauben zunächst an der unteren und anschließend an der oberen Seite leicht anziehen. Die Schrauben reihum festziehen.
- ▶ Die Gasversorgung anstellen. Den Netzstecker in die Steckdose stecken den Analysator am Hauptschalter einschalten.
- ▶ Die Systemdichtheit prüfen.
 - ✓ Der Analysator ist wieder betriebsbereit.

6.11 Wasserfallen ersetzen

Ersetzen Sie die Wasserfallen in Abhängigkeit von der Probenmatrix, spätestens jedoch nach 6 Monaten.

Die Wasserfallen bestehen aus einem Vorfilter und einem Einwegrückhaltefilter. Wechseln Sie stets beide Wasserfallen. Beachten Sie, dass die Wasserfallen ihre Funktion nur erfüllen, wenn sie in der richtigen Reihenfolge und Richtung eingesetzt sind.

Prüfen Sie nach dem Wechsel der Wasserfallen die Systemdichtheit.

Wasserfallen auf Frontseite

Sie können die Wasserfallen auf der Frontseite wechseln, während das Gerät eingeschaltet ist, nicht jedoch während einer Messung.

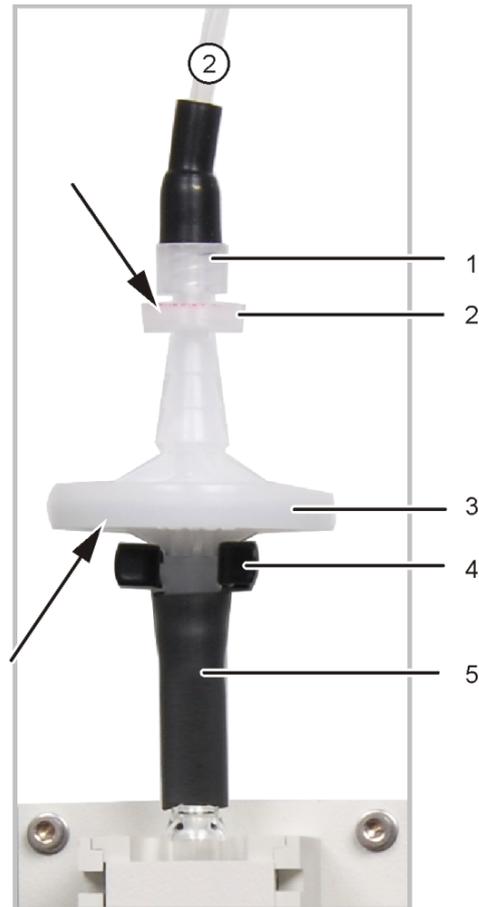


Abb. 71 Wasserfallen an Frontseite ersetzen

- | | |
|------------------------------------|------------------------------|
| 1 Luer-Verschraubung zu Schlauch 2 | 2 Einwegrückhaltefilter |
| 3 Klemme | 4 Vorfilter als Aerosolfalle |
| 5 Schlauchverbindung zu TIC-Gefäß | |

- ▶ Die Türen des Analysators öffnen.
- ▶ Die obere Schlauchverschraubung mit einer Drehbewegung lösen. Die untere Schlauchverbindung abziehen.
- ▶ Die neuen Wasserfallen zusammensetzen:
 - Die Aufschrift „INLET“ auf der großen Wasserfalle (Aerosolfalle) muss nach unten zeigen.
 - Die Beschriftung der kleinen Wasserfalle (Einwegrückhaltefilter) muss nach oben zeigen.
- ▶ Die große Wasserfalle mit dem unteren Schlauch verbinden.
- ▶ Die Wasserfallen in die Klemme(n) an der Gerätewand drücken.
- ▶ Die Luer-Verschraubung an der oberen kleinen Wasserfalle festschrauben.
- ▶ Die Systemdichtheit prüfen.
- ▶ Die Fronttüren wieder schließen.

Wasserfallen an Gasbox

Vor der Gasbox sind zwei Wasserfallen (Vorfilter und Einwegrückhaltefilter) eingebaut. Sie schützen die Gasbox bei Gasdruckfehlern vor Aerosolen und vor aufsteigendem Wasser. Zum Wechsel der Wasserfallen muss die linke Seitenwand des Analysators geöffnet werden.



VORSICHT

Verbrennungsgefahr am heißen Ofen

- Das Gerät vor der Wartung ausschalten und das Gerät abkühlen lassen.

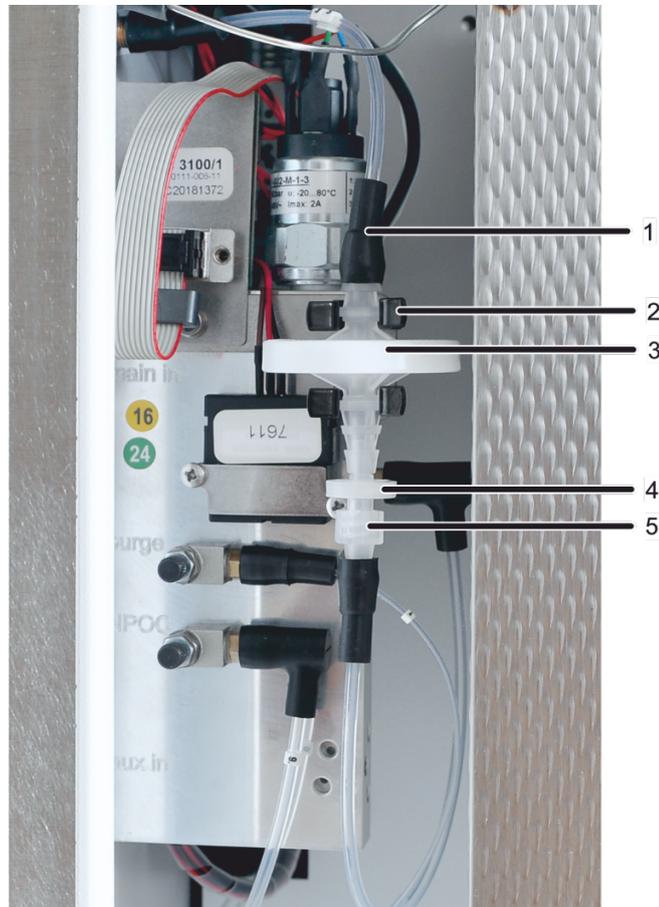


Abb. 72 Wasserfallen an Gasbox ersetzen

- | | |
|----------------------------|-------------------------|
| 1 FAST-Verbinder | 2 Klemme an Gasbox |
| 3 Vorfilter (Aerosolfalle) | 4 Einwegrückhaltefilter |
| 5 Luer-Verschraubung | |

- ▶ Die Steuer- und Auswertesoftware beenden.
- ▶ Den Analysator am Netzschalter ausschalten. Den Netzstecker aus der Steckdose ziehen. Den Analysator abkühlen lassen.
- ▶ Die linke Seitenwand des Analysators öffnen. Wenn nötig, Zubehörmodule zur Seite rücken. Darauf achten, Verbindungsschläuche nicht zu knicken.
 - Die vier Befestigungsschrauben lösen. Die Schrauben sind unverlierbar und bleiben in der Wand.
 - Den Schutzleiteranschluss abziehen. Die Seitenwand sicher ablegen.
- ▶ Die Wasserfallen aus den beiden Klemmen an der Gasbox ziehen.
- ▶ Den oberen FAST-Verbinder von den Wasserfallen ziehen.
- ▶ Die Wasserfallen unten aus der Luer-Verschraubung lösen.
- ▶ Die neuen Wasserfallen zusammensetzen:
 - Die Aufschrift „INLET“ auf der großen Wasserfalle (Aerosolfalle) muss nach oben zeigen.

- Die Beschriftung der kleinen Wasserfalle (Einwegrückhaltefilter) muss nach unten zeigen.
- ▶ Die große Wasserfalle mit dem oberen FAST-Verbinder verbinden.
- ▶ Die kleine Wasserfalle an der Luer-Verschraubung unten befestigen.
- ▶ Die Wasserfallen in die Klemmen an der Gasbox drücken.
- ▶ Die Seitenwand schließen.
 - Den Schutzleiteranschluss an der linken Seitenwand anstecken.
 - Die Schrauben zunächst an der unteren und anschließend an der oberen Seite leicht anziehen. Die Schrauben reihum festziehen.
- ▶ Den Netzstecker in die Steckdose stecken und den Analysator am Hauptschalter wieder einschalten.
- ▶ Die Systemdichtheit prüfen.
 - ✓ Die Wasserfallen an der Frontseite und der Gasbox sind gewechselt.

Sehen Sie dazu auch

📖 Systemdichtheit prüfen [▶ 102]

6.12 Halogenfalle ersetzen



HINWEIS

Gefahr von Geräteschäden bei verbrauchter Kupferwolle

Schäden durch aggressive Verbrennungsprodukte an Optik- und Elektronikbauteilen des Analysators bei verbrauchter Kupferwolle in der Halogenfalle!

- Das Gerät nur bei funktionsfähiger Halogenfalle in Betrieb nehmen!
- Die gesamte Füllung der Halogenfalle ersetzen, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist!

Zum Ersetzen der verbrauchten Kupfer- und Messingwolle kann der Analysator eingeschaltet bleiben.

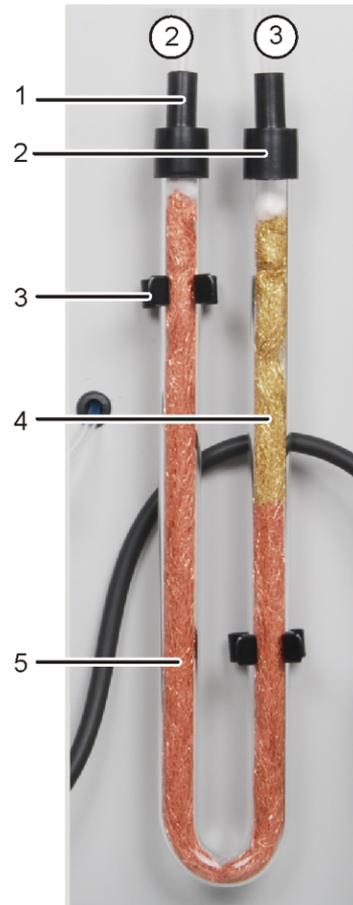


Abb. 73 Halogenfalle ersetzen

- | | |
|--------------------------------|--------------------------------|
| 1 FAST-Verbinder zu Schlauch 2 | 2 FAST-Verbinder zu Schlauch 3 |
| 3 Klemme | 4 Messingwolle |
| 5 Kupferwolle | |

- ▶ Die Türen des Analysators öffnen.
- ▶ Die FAST-Verbinder von der Halogenfalle lösen und das U-Rohr aus den Klemmen herausziehen.
- ▶ Die verbrauchte Kupfer- und Messingwolle mit einer Pinzette oder einem kleinen Haken aus dem U-Rohr herausziehen.
- ▶ Das U-Rohr auf Risse prüfen. Nur ein intaktes U-Rohr wiederverwenden.
- ▶ Falls erforderlich, das U-Rohr mit Reinstwasser ausspülen und gut trocknen lassen.
- ▶ Das U-Rohr mit der neuen Kupfer- und Messingwolle mit Hilfe einer Pinzette oder einem kleinen Haken füllen.
 - Den gesamten Inhalt des U-Rohrs wechseln. Die Kupfer- und Messingwolle nicht zu fest stopfen, aber auch keine größeren Hohlräume entstehen lassen.
- ▶ Die Kupfer- und Messingwolle mit Baumwollwatte abdecken.
- ▶ Das gefüllte U-Rohr vorsichtig wieder in die Klemmen drücken.
- ▶ Die Gasschläuche mit FAST-Verbindern wieder an die Halogenfalle anschließen:
 - Schlauch 2 an den Schenkel mit Kupferwolle (Verbindung zur Wasserfalle)
 - Schlauch 3 an den Schenkel mit Messingwolle (Verbindung zum Detektor)
- ▶ Die Systemdichtheit prüfen.
- ▶ Die Türen des Analysators wieder schließen.

6.13 POC-Modul warten

Adsorber auf Funktion prüfen

Der Adsorber LiOH kann mit der Zeit verklumpen.

Die Funktion des Adsorbers monatlich überprüfen. Bei Proben mit hohem anorganischen Kohlenstoffgehalt häufiger prüfen.

- ▶ Einen TIC Mixstandard aus Carbonat/Hydrogencarbonat (100 mg/l) herstellen.
- ▶ Eine POC-Methode in der Software laden.
- ▶ Die Standardlösung messen.
- ▶ Wenn das Ergebnis größer als 0,1 mg/l ist, ist der Adsorber erschöpft. Den Adsorber dann wechseln.

Modul auf Dichtheit prüfen



HINWEIS

Gefahr eines Gaslecks

Wenn der Ausgangsfluss deutlich unter dem Eingangsfluss liegt, hat das Gerätesystem ein Gasleck.

- Alle Verbindungsstellen z. B. mit einer schäumenden Tensid-Lösung überprüfen.
- Gerät erst in Betrieb nehmen, wenn das Gasleck beseitigt ist.

Die Systemdichtheit wird automatisch am Gasausgang des Analysators geprüft.

- ▶ Den Analysator einschalten.
- ▶ Die Trägergaszufuhr am Druckminderer öffnen.
- ▶ Die Steuer- und Auswertesoftware starten.
- ▶ Die Flussanzeige im Fenster **System-Status** prüfen:
 - **In** (Eingangsfluss): 160 ml/min
 - **Out** (Ausgangsfluss): 160 ± 10 ml/min
- ▶ Mit dem Menübefehl **Apparatur | Komponententest** das gleichnamige Fenster öffnen. Auf die Karte **Ventile** wechseln.
- ▶ Das Ventil 3 einschalten.
Die Flussanzeige im Fenster **System-Status** darf nicht sinken.
- ▶ Wenn der Fluss sinkt oder der Ausgangsfluss deutlich unter dem Eingangsfluss liegt, alle Schlauchverbindungen und Septen überprüfen. Das Leck beseitigen.
- ▶ Das Fenster **Komponententest** wieder schließen.
 - ✓ Das Gerätesystem ist dicht.

6.14 Chemolumineszenzdetektor (CLD) warten

Wechseln Sie alle 12 Monate die Adsorberpatrone auf der Rückseite des Detektors. Die Patrone reinigt das Gas, welches am Ausgang "out" aus dem Detektor austritt.

Die Patrone ist mit Aktivkohle und Natronkalk gefüllt. Öffnen Sie die Patrone nicht. Entsorgen Sie die verbrauchte Patrone als Ganzes entsprechend der örtlichen Vorschriften.



Abb. 74 Adsorberpatrone wechseln

- ▶ Den Schlauch von der Patrone abziehen.
- ▶ Die Patrone aus der Halteklemme ziehen.
- ▶ Den Schlauchanschluss oben aus der Patrone herausschrauben.
- ▶ Die verbrauchte Patrone als Ganzes fachgerecht entsorgen.
- ▶ Den Schlauchanschluss oben in die neue Patrone schrauben.
- ▶ Die neue Patrone in die Halteklemme drücken. Die Patrone mit dem Schlauch vom Ausgang "out" verbinden.
 - ✓ Der Detektor ist wieder messbereit.

7 Störungsbeseitigung



HINWEIS

Gefahr von Geräteschäden

In den folgenden Fällen den Kundendienst kontaktieren:

- Der Fehler kann mit den beschriebenen Maßnahmen zur Fehlerbehebung nicht beseitigt werden.
- Der Fehler tritt immer wieder auf.
- Die Fehlermeldung ist nicht in der folgenden Liste aufgeführt bzw. die Liste verweist zur Fehlerbehebung auf den Kundendienst.

Sobald das Gerät eingeschaltet ist, erfolgt die Systemüberwachung. Nach dem Start der Steuersoftware werden Gerätestörungen mithilfe von Fehlermeldungen angezeigt. Die Fehlermeldungen bestehen aus einem Fehler-Code und einer Fehlermeldung.

Im Folgenden wird eine Reihe möglicher Störungen beschrieben, der der Anwender zum Teil selbst beheben kann. Bestätigen Sie die Fehlermeldung und führen die Maßnahmen zur Fehlerbehebung durch.

Eine Flusskontrolle erfolgt immer unmittelbar vor dem Messstart. Ein Flussfehler wird registriert, sobald der Istfluss ± 10 ml/min vom Sollfluss abweicht.

Zur Fehleranalyse können Protokolldateien aufgezeichnet werden. Nach Absprache mit dem Kundendienst die Aufzeichnung der Protokolldateien aktivieren. Die Software legt die Protokolldateien im Verzeichnis ...multiWin\LOG ab.

Folgende Dateien können erzeugt und abgespeichert werden:

- multiWin_LOG.*
Protokoll-Datei für Fehlermeldungen, wird immer automatisch erzeugt.
- multiWin_ADU.*
Protokoll-Datei zur Überwachung des NDIR-Detektors, wird nach Aktivierung automatisch erzeugt.

Überwachung NDIR-Detektor aktivieren:

- ▶ Mit dem Menübefehl **Apparatur | Komponententest** das Fenster **Komponententest**, Karte **Optische Bank** aufrufen.
- ▶ Die Option **Optische Bank** mit einem Häkchen aktivieren.

Fehler an Kundendienst melden:

- ▶ Verzeichnis ...multiWin\LOG kopieren. Dafür den Menübefehl **Copy ..multiWin\LOG*.*** im Menü **Apparatur | System-Parameter**, Karte **Fehleranalyse** nutzen.
- ▶ Das Verzeichnis per E-Mail an den Kundendienst senden. Serviceadresse siehe Titelseite.

7.1 Fehlermeldungen der Software

Fehlercode: Fehlermeldung	VERS: Kommunikationsfehler – Falscher Befehlsatz zwischen PC und Gerät!
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> interne und externe Programmversion stimmen nicht überein. 	<ul style="list-style-type: none"> Update des internen und externen Programms durchführen.
Fehlercode: Fehlermeldung	VERS1: Kommunikationsfehler – Analysengerät
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Analysator nicht eingeschaltet. Software multiWin zu zeitig gestartet. Analysator nicht mit PC verbunden. Falsche COM-Schnittstelle am externen Rechner gesteckt. 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator einschalten. Software erst nach 30 s starten. Verbindung Analysator-PC prüfen. Schnittstelle am externen Rechner überprüfen. Wenn nötig, andere Schnittstelle in Software auswählen (mit Menübefehl Konfiguration Schnittstelle).
Fehlercode: Fehlermeldung	-6: Analysengerät ist beschäftigt
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Analysengerät >10 min im Beschäftigungsstatus 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren.
Fehlercode: Fehlermeldung	-5: Kommunikationsfehler – Analysengerät STAT, MESS, STEP oder INIT
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Kommunikationsfehler 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren.
Fehlercode: Fehlermeldung	-4: Kommunikationsfehler – Analysengerät
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Kommunikationsfehler 	<ul style="list-style-type: none"> Schnittstellenkabel überprüfen. Analysator initialisieren.
Fehlercode: Fehlermeldung	-3: Befehl vom Analysengerät CRC-Fehler
	-2: CRC-Fehler
	-1: Ungültiger Befehl vom Analysengerät
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Kommunikationsfehler 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren.
Fehlercode: Fehlermeldung	1: Befehl vom PC nicht vollständig
	2: Befehl vom PC ohne STX
	3: Befehl vom PC kein * vorhanden
	4: Befehl vom PC CRC-Fehler
	5: Befehl vom PC ungültiger Befehl
	6: Befehl vom PC ungültiger MESS-Befehl
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Gestörte Verbindung zwischen internem und externem Programm 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren.

Fehlercode: Fehlermeldung	7: COM 2 nicht vorhanden 8: COM 3 nicht vorhanden 9: COM 4 nicht vorhanden
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Probleme mit interner Hardware 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator aus-/einschalten.
Fehlercode: Fehlermeldung	10: Gasdruckfehler
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Gegendruck im Analysensystem zu groß: Trägergaszufuhr wird zum Schutz des Analysators automatisch unterbrochen. Flussanzeige In ca. 0 ml/min. Kondensatpumpe läuft, um den Überdruck im System abzubauen. 	<ul style="list-style-type: none"> Die folgenden Maßnahmen in der angegebenen Reihenfolge abarbeiten, um den Fehler zu beseitigen. Den unteren Anschluss der Wasserfallen lösen. ⚠ VORSICHT! Verätzungsgefahr! Saure Lösung kann austreten. Schutzausrüstung tragen. Füllstand des TIC-Kondensatgefäßes prüfen. Wenn Flüssigkeit bis über den seitlichen Anschluss der Kondensatpumpe steht, Schlauch 11 unten am TIC-Kondensatgefäß lösen. Saure Lösung ablassen. ⚠ VORSICHT! Verätzungsgefahr! Schutzausrüstung tragen. Anschließend linke Seitenwand öffnen. Wenn nötig, saure Lösung auch aus der Kondensationsschlange ablassen. Dafür Schliffverbindung zwischen Verbrennungsrohr und Kondensationsschlange trennen. Die Komponente suchen, die den Gasdruckfehler verursacht, siehe unten.
<ul style="list-style-type: none"> Wasserfalle belegt. 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator neu initialisieren. Prüfen, ob Gasdruckfehler erneut auftritt. Wenn nein, Wasserfallen erneuern.
<ul style="list-style-type: none"> Kein Gasfluss am Messgasausgang durch Abknicken des Schlauchs zur Probenbegasung 	<ul style="list-style-type: none"> Schlauch kontrollieren. Wenn nötig, Knickstelle beseitigen.
<ul style="list-style-type: none"> Verstopfung in der Kondensationsschlange durch Katalysatorkugeln 	<ul style="list-style-type: none"> Messgasfluss zwischen Verbrennungsrohr und Kondensationsschlange unterbrechen. Prüfen, ob Gasdruckfehler erneut auftritt. Wenn nein, Kondensationsschlange mit Reinstwasser spülen. Bei Katalysatorwechsel unbedingt genügend Quarzglaswolle als erste Schicht einfüllen.
<ul style="list-style-type: none"> Verbrennungsrohr „versalzt“. (Bei Analyse stark salzhaltiger Proben kann sich Salz im Verbrennungsrohr ansammeln.) HT-Matte durch Analyse stark salzhaltiger Proben verbraucht. 	<ul style="list-style-type: none"> HT-Matte im Verbrennungsrohr erneuern oder Katalysator wechseln. Maßnahme wählen nach Anzahl der Messungen mit aktueller Katalysatorfüllung und Aktivität des Katalysators.
<ul style="list-style-type: none"> Gaszufuhr zum Ofenkopf verstopft. 	<ul style="list-style-type: none"> Gaszufuhr zum Ofenkopf reinigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	11: Zeitfehler Umschaltventil
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Umschaltventil dreht sich nicht. Umschaltventil hört nicht auf, sich zu drehen. 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren. Ventilstellungen kontrollieren (mit Menübefehl Apparatur Komponententest, Karte Ventile).

Fehlercode: Fehlermeldung	12: Falsche Versionsnummer
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Version von Steuersoftware und Software des internen Rechners passen nicht zusammen. 	<ul style="list-style-type: none"> Software-Update durchführen.
Fehlercode: Fehlermeldung	13: Keine Verbindung zum Sampler
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Probengeber nicht eingeschaltet. Verbindungskabel nicht angeschlossen oder defekt. 	<ul style="list-style-type: none"> Probengeber einschalten und Analysator initialisieren. Verbindungskabel überprüfen.
Fehlercode: Fehlermeldung	15: Kein Druck
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Gasanschluss nicht vorhanden oder defekt. 	<ul style="list-style-type: none"> Trärgas anschließen. Vordruck prüfen.
Fehlercode: Fehlermeldung	20: keine Verbindung zur Optik (NDIR)
	21: CRC-Fehler Optik
	22: Statusfehler Optik
	26: Optik-Fehler; falsche Befehlsantwort
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Kommunikationsfehler NDIR-Detektor defekt 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren. Service benachrichtigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	24: Optik-Fehler; Analogwerte außer Bereich
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Analogwerte des Detektors liegen außerhalb des Arbeitsbereiches. 	<ul style="list-style-type: none"> Qualität des Trärgases überprüfen. Analysator initialisieren und Analogwerte über Komponententest kontrollieren.
Fehlercode: Fehlermeldung	27: Optik-Fehler; Analogwerte außer Bereich
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Analogwerte des Detektors liegen außerhalb des Arbeitsbereiches. 	<ul style="list-style-type: none"> Qualität des Trärgases überprüfen. Für Feststoffmethoden und Anschluss von Modul HT 1300: Trärgasfluss höher als Saugfluss einstellen. Analysator initialisieren und Analogwerte über Komponententest kontrollieren
Fehlercode: Fehlermeldung	30: Keine Verbindung zum N-Sensor
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> CLD Detektor ist nicht eingeschaltet. Verbindungskabel nicht angeschlossen oder defekt. Falscher Anschluss 	<ul style="list-style-type: none"> Detektor einschalten. Verbindungskabel überprüfen. Anschluss überprüfen.
Fehlercode: Fehlermeldung	40: Keine Verbindung zur Spritzenpumpe
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> keine Kommunikation zwischen Analysator und Spritzenpumpe 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren. PC ausschalten, wieder einschalten und Analysator initialisieren.

Fehlercode: Fehlermeldung	80: Keine Verbindung zum Temperaturcontroller
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ keine Verbindung zu Feststoffmodul ■ Feststoffmodul nicht eingeschaltet. ■ Falscher Anschluss 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Verbindungskabel überprüfen. ■ Optionales Feststoffmodul einschalten. ■ Anschluss überprüfen.
Fehlercode: Fehlermeldung	81: Bruch Thermoelement HT-Ofen (HT) / UV-Abdeckung offen (UV)
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Defektes Thermoelement ■ Ofen nicht angeschlossen ■ Zu hohe Temperatur am Ofen 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Service benachrichtigen. ■ Ofen anschließen. ■ Service benachrichtigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	84: Kommunikationsfehler Temperaturcontroller HT-Ofen
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Kommunikationsfehler 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Service benachrichtigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	86: Kein externer Ofen vorhanden
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ keine Verbindung zum Feststoffmodul 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Verbindungskabel überprüfen.
Fehlercode: Fehlermeldung	111: Fehler Tellerantrieb
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Antrieb falsch positioniert z. B. verklemmt. ■ Antrieb defekt. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Analysator initialisieren. ■ Wenn Fehler nicht behoben werden kann, Service benachrichtigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	112: Fehler Schwenkantrieb
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Antrieb falsch positioniert z. B. verklemmt. ■ Antrieb defekt. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Analysator initialisieren. ■ Wenn Fehler nicht behoben werden kann, Service benachrichtigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	113: Fehler Hubantrieb / Sampler: Fehler im z-Antrieb (Schritte verloren)
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Antrieb falsch positioniert z. B. verklemmt. ■ Antrieb defekt. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Analysator initialisieren. ■ Wenn Fehler nicht behoben werden kann, Service benachrichtigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	114: Fehler Rackerkennung
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Probenblett nicht richtig aufgesetzt. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Probenblett erneut aufsetzen, auf Einrasten achten. ■ Analysator initialisieren.
Fehlercode: Fehlermeldung	115: Falsches Rack
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ falsches Probenblett in der Software eingestellt. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Softwareeinstellungen prüfen. ■ Wenn nötig, anderes Probenblett einstellen.
Fehlercode: Fehlermeldung	116: Sampler unbekannter Befehl
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Kommunikationsfehler 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Service benachrichtigen.

Fehlercode: Fehlermeldung	200: Neustart des Computers im Analysengerät
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Reset interner Rechner ■ Überspannung ■ Kurzzeitiger Spannungsausfall 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Wenn Status LED-Anzeige leuchtet, Analysator initialisieren. ■ Bei wiederholtem Auftreten genau beobachten, wann der Fehler auftritt. Dabei Statuszeile beachten.
Fehlercode: Fehlermeldung	201: Neustart des internen Programms
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Interner Programmfehler 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Analysator initialisieren. ■ Bei wiederholtem Auftreten genau beobachten, wann der Fehler auftritt. Statuszeile beachten!
Fehlercode: Fehlermeldung	202: Datei method.txt nicht vorhanden
Fehlercode: Fehlermeldung	203: Datei init.cnf nicht vorhanden
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Programmfehler 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Service benachrichtigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	401: Spritzen-Pumpe: Initialisierung
Fehlercode: Fehlermeldung	402: Spritzen-Pumpe: ungültiger Befehl
Fehlercode: Fehlermeldung	403: Spritzen-Pumpe: ungültiger Operand
Fehlercode: Fehlermeldung	404: Spritzen-Pumpe: fehlerhafte Befehlssequenz
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Kommunikationsfehler ■ Spritzenpumpe defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Analysator initialisieren. ■ Service benachrichtigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	407: Spritzen-Pumpe: Spritzenpumpe nicht initialisiert
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Analysator nach Einschalten noch nicht initialisiert. ■ Reset der Spritzenpumpe 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Analysator initialisieren.
Fehlercode: Fehlermeldung	409: Spritzen-Pumpe: Pumpe schwergängig
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Verstopfung einer Schlauchleitung 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Fehlerursache suchen und beseitigen. ■ Schlauchleitung reinigen oder wechseln. ■ Analysator initialisieren.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Spritzenpumpe defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Service benachrichtigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	410: Spritzen-Pumpe: Ventil schwergängig
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Spritzenpumpe defekt ■ Ventil kaputt 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Service benachrichtigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	411: Spritzen-Pumpe: Pumpenschritt nicht erlaubt
Fehlercode: Fehlermeldung	415: Spritzen-Pumpe: ungültiger Befehl
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Kommunikationsfehler ■ Spritzenpumpe defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Analysator initialisieren. ■ Service benachrichtigen.

Fehlercode: Fehlermeldung	MESSx: Fehler Analysengerät: MESSx Messung wird abgebrochen
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Gerätefehler 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren. Fehler bestätigen. Anzeige im Fenster System-Status beachten. Ursache für Gerätefehler suchen und beseitigen.
Fehlercode: Fehlermeldung	Peltiertemperatur außer Bereich
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Peltierkühlung nicht ausreichend 	<ul style="list-style-type: none"> Service benachrichtigen. Nach erfolgter Reparatur Wasserfallen wechseln.
Fehlercode: Fehlermeldung	Mindestprobenvolumen > Gefäßvolumen
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Bei Probenaufgabe mit Probengeber: Probenvolumen zu groß gewählt. Anzahl der Bestimmungen zu hoch 	<ul style="list-style-type: none"> Einstellungen in Methode überprüfen: Probenvolumen/Spülvolumen. Anzahl der Bestimmungen (Wiederholmessungen) an Gefäßvolumen anpassen.

7.2 Statusfehler

Statusfehler werden im Fenster **System-Status** rot bzw. gelb dargestellt.

Fehleranzeige	In 160 ml/min; Out < 150 ml/min
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Überwurfmutter am Verbrennungsrohr bzw. Schleuse nicht richtig angezogen (nach Katalysatorwechsel). Trägergaszufuhr zum Ofenkopf bzw. Schleuse nicht richtig verbunden (nach Katalysatorwechsel). Dichtringe am Verbrennungsrohr defekt (stark deformiert) oder nicht aufgeschoben (nach Katalysatorwechsel). FAST-Verbinder am TIC-Kondensatgefäß undicht Verbindung am Wasserfallensystem locker (nach Wechsel Wasserfallen oder Wartung Halogenfalle) 	<ul style="list-style-type: none"> Verschraubungen auf Vollständigkeit, Deformation kontrollieren. Bei Bedarf festdrehen. Trägergaszufuhr kontrollieren, insbesondere FAST-Verbinder an Analysatorwand und Schraubverbindung am Ofenkopf. Alle Verbindungsstellen an den Wasserfallen kontrollieren. Bei Bedarf FAST-Verbinder wechseln.
<ul style="list-style-type: none"> Verbindung Verbrennungsrohr – Kondensationsschlange bzw. Verschraubungen undicht 	<ul style="list-style-type: none"> Verbindung Verbrennungsrohr – Kondensationsschlange kontrollieren, insbesondere Sitz der Gabelklemme.
<ul style="list-style-type: none"> Verbrennungsrohr defekt (Risse, ausgebrochene Stellen am Rand) TIC-Kondensatgefäß defekt (ausgebrochene Stellen an den Anschlüssen) 	<ul style="list-style-type: none"> Glasteile kontrollieren. Bei Bedarf ersetzen.
<ul style="list-style-type: none"> Wasserfallen belegt 	<ul style="list-style-type: none"> Wasserfallen ersetzen.
<ul style="list-style-type: none"> Schlauch der Kondensat-Pumpe undicht 	<ul style="list-style-type: none"> Kondensat-Pumpe kontrollieren. Bei Bedarf Schlauch ersetzen.

Fehleranzeige	In 160 ml/min; Out < 150 ml/min; Out > 170 ml/min
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ MFM (Massenflussmesser) defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fluss, wenn möglich, mit externem Massenflussmesser kontrollieren, zur Fehlerbestätigung. ▪ Service benachrichtigen.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Füllung Halogenfalle verbraucht. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Halogenfalle überprüfen.
Fehleranzeige	In < 160 ml/min; Out < 150 ml/min
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kein Trägergas ▪ Schlauchleitung undicht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Trägergas am Druckminderer aufdrehen. ▪ Undichte Stelle suchen und beseitigen.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Vordruck der Trägergaszufuhr zu niedrig 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Trägergasvordruck korrekt einstellen.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Druckschalter im Analysator wurde ausgelöst, gleichzeitig mit Fehlermeldung 10: Gasdruckfehler. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Siehe Beseitigung 10: Gasdruckfehler
<ul style="list-style-type: none"> ▪ MFC defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen.
Fehleranzeige	In < 160 ml/min; Out =160 ± 5 ml/min
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kein Trägergas 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Trägergas am Druckminderer aufdrehen.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Vordruck der Trägergaszufuhr zu niedrig 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Trägergasvordruck korrekt einstellen.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ MFM defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen.
Fehleranzeige	In 160 ml/min; Out > 170 ml/min
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Peltierkühlung nicht ausreichend, gleichzeitig Fehlermeldung Peltiertemperatur außer Bereich. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kühlung von oben am TIC-Kondensatgefäß prüfen. Bildung von Kondenswasser am Kühlblock zeigt an, dass die Kühlung funktioniert.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ MFC defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen.
Fehleranzeige	In; Out = 0 ml/min
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verstopfung einer Schlauchleitung 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verstopfte Schlauchleitung ausbauen und spülen. Danach wieder einbauen. ▪ Verstopfte Schlauchleitung wechseln.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Keine Methode geladen. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Methode laden.
Fehleranzeige	Werte des NDIR-Detektors unter Optische Bank gelb dargestellt.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Analogwerte des Detektors liegen am Rand des Arbeitsbereiches. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Halogenfalle kontrollieren. Bei Bedarf Füllung erneuern. ▪ Applikationsteam kontaktieren und Tipps zu Applikationsvorschriften für schwierige Probenmatrix einholen.

Die Analogwerte des NDIR-Detektors, die ADU-Werte, können in der Software mit dem Menübefehl **Apparatur | Komponententest**, auf der Karte **Optische Bank** geprüft werden.

Auch wenn die ADU-Werte gelb dargestellt sind, können Sie weiterhin messen. Die Anzeige macht Sie darauf aufmerksam, dass der Detektor den optimalen Arbeitsbereich verlässt.

Die ADU-Werte sinken durch Alterungserscheinungen langsam. Wenn die Werte innerhalb weniger Analysen sinken, schädigen wahrscheinlich Bestandteile des Analysengases den Detektor.

7.3 Gerätefehler

In diesem Abschnitt wird eine Reihe von Gerätefehlern und analytischen Problemen beschrieben, die der Benutzer zum Teil selbst beheben kann. Die beschriebenen Gerätefehler sind meist deutlich erkennbar. Die analytischen Probleme führen meist zu unplausiblen Messergebnissen. Wenn die Lösungsvorschläge nicht zum Erfolg führen und wenn solche Probleme gehäuft auftreten, den Kundendienst der Analytik Jena benachrichtigen.

Fehler	Wasserfallen belegt
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Standzeit Wasserfallen abgelaufen. ■ Vermessung von Proben mit starker Aerosolbildung 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Wasserfalle erneuern.
Fehler	Streuende Messwerte
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Füllung Verbrennungsrohr verbraucht. ■ Dosierung fehlerhaft. ■ Kanüle beschädigt. ■ Inhomogene Proben 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Katalysator wechseln. ■ Dosierung überprüfen. ■ Kanüle wechseln. ■ Kalte Proben vor der Analyse temperieren. ■ Proben vor der Analyse filtrieren.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Rührung unzureichend 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Partikelhaltige Proben rühren. Bei Messungen mit Probengeber Rührgeschwindigkeit in der Methode anpassen.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Empfindliche Proben werden durch Umgebungsluft beeinflusst. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Eintrag von CO₂ oder organischen Dämpfen aus der Umgebungsluft verhindern. ■ Umgebungsbedingungen überprüfen und Störquelle beseitigen. ■ Probengefäße auf Probengeber mit Aluminiumfolie abdecken. ■ Bei Handmessung Kopfraum der Probe begasen.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Drift NDIR-Basis: ungünstige Integrationskriterien Software bricht Messung zu früh ab. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Methodeneinstellungen überprüfen. ■ Bei Bedarf maximale Integrationszeit erhöhen.
Fehler	Kanüle defekt
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Injektionskanüle durch Probenmatrix und Temperatur während Injektion angegriffen. ■ Kanüle verstopft. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Ein Anlaufen der Kanüle ist normal. ■ Kanüle austauschen, wenn Probe nicht mehr als Strahl dosiert, sondern versprüht wird.
Fehler	Probengeber zieht Probe nicht ohne Luftblasen auf.
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Probenansaugstrecke undicht 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Schlauchverbindungen überprüfen. ■ Wenn nötig, lose Schlauchverbindungen zur Kanüle oder dem Ventil der Spritzenpumpe festdrehen.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Probenansaugkanüle verstopft. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Kanüle ausbauen und im Ultraschall-Bad reinigen. ■ Kanüle wechseln.

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierspritze undicht ▪ PTFE-Dichtlippen des Stempels sind beschädigt. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierspritze ausbauen und kontrollieren. ▪ Dosierspritze austauschen.
Fehler	Unvollständige Dosierung in die Reaktoren
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierstrecke undicht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Schlauchverbindungen überprüfen. Wenn nötig, lose Verbindungen festdrehen: Spritzenpumpe – Umschaltventil, Umschaltventil – Injektionskanüle, Umschaltventil – TIC-Kondensatgefäß
Fehler	Verschleppung
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Ungenügende Spritzenspülung 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierspritze vor nächster Injektion mit Probe spülen. Dafür Methode bearbeiten und unter Spülzyklen für die erste Messung in Spalte 1 „3“ eintragen, für alle weiteren Messungen ist meist keine Spülung erforderlich. Hier „0“ in die Tabellenspalten eintragen.
Fehler	Minderbefunde (generell)
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Katalysator verbraucht. ▪ System undicht ▪ Fehlerhafte Dosierung ▪ Partikelhaltige Proben nicht oder zu wenig gerührt. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Katalysator wechseln. ▪ System auf Dichtheit kontrollieren. ▪ Dosierung überprüfen. ▪ Partikelhaltige Proben rühren.
Fehler	Minderbefunde bei TC-, TOC-, NPOC-, TNb-Analysen (TIC-Analysen in Ordnung)
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Katalysator verbraucht. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Bei Verwendung von Platinkatalysator und Messungen im Differenzmodus (Proben neutral bis leicht alkalisch): Katalysator kann regeneriert werden. Sechsmal angesäuertes Reinstwasser (pH <2) injizieren. Empfehlung: Pro Analysenserie ein bis zwei Probengläser mit angesäuertem Reinstwasser messen. ▪ Katalysator wechseln. ▪ Nach Katalysatorwechsel Kalibrierung durchzuführen.
Fehler	Minderbefunde bei TIC-Analysen (TC-, TOC-, NPOC-Analysen in Ordnung)
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Keine Phosphorsäure in der Reagenzienflasche ▪ Fehlerhafte Dosierung der Probe 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Flasche auffüllen. ▪ Dosierung überprüfen.

Fehler	Minderbefunde bei TNb-Analysen
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Katalysator verbraucht. ■ Probenkonzentration liegt über dem kalibrierten Bereich. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Katalysator wechseln. ■ Auf kalibrierten Bereich achten. ■ Quadratische Regression verwenden. ■ Nach Möglichkeit matrixabhängig kalibrieren. ■ Bei Analyse unbekannter Substanzen nach Möglichkeit niedrige Konzentrationen verwenden. Wenn möglich, Probe verdünnen. ■ Synthetische Luft als Trägergas verwenden.
Fehler	Ungewöhnliche Peakform bei TC- und TNb-Analysen
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Katalysator verbraucht. ■ Ungünstige Integrationskriterien ■ Überschreiten des Messbereichs für CLD ■ Fehlerhafte Dosierung 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Hinweis: Gleichzeitig treten Minderbefunde auf. Katalysator regenerieren oder wechseln. ■ Integrationskriterien in Methode überprüfen. ■ Probe verdünnen. ■ Bei manueller Probenaufgabe: Auf gleichmäßige Injektion achten.
Fehler	TNb-Analysen mit CLD fehlerhaft (TC-Analysen sind in Ordnung)
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Schlauchverbindung zwischen Analysator und Detektor fehlerhaft ■ Ozonerzeuger defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Schlauchverbindung überprüfen. ■ Service benachrichtigen.
Fehler	Kondensat-Pumpe oder Phosphorsäure-Pumpe undicht
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Schlauchanschlüsse undicht ■ Pumpenschlauch defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Anschlüsse prüfen. ■ Schlauch ersetzen.
Fehler	Kontrollleuchten 5 V, 24 V an LED-Leiste leuchten nicht.
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Fehler in Stromversorgung oder Elektronik ■ Gerätesicherung defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Elektrische Anschlüsse überprüfen. ■ Spannungsversorgung des Labors überprüfen. ■ Service benachrichtigen.
Fehler	Status LED am Analysator leuchtet nicht (Lockin).
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ■ Internes Programm ist nicht gestartet. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Analysator erneut am Hauptschalter aus- und wieder einschalten.

Fehler	Kontrollleuchte Heating an LED-Leiste leuchtet nicht.
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Falsche Temperatureinstellung in Software 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Temperatureinstellung unter Konfiguration Optionen, Karte Gerätekomponenten prüfen.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Defektes Thermoelement (Ofen). Kontrollleuchte "broken Thermocouple" in LED-Leiste leuchtet. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Defekte Elektronikkomponente 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verbrennungsofen nicht richtig angeschlossen. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Anschluss des Verbrennungsofens prüfen.

8 Transport und Lagerung

8.1 Transport

Beachten Sie beim Transport die Sicherheitshinweise, die im Abschnitt "Sicherheitshinweise" gegeben sind.

Vermeiden Sie beim Transport:

- Erschütterungen und Vibrationen
Gefahr von Schäden durch Stöße, Erschütterungen oder Vibrationen!
- Große Temperaturschwankungen
Gefahr von Kondenswasserbildung!

8.1.1 Analysator zum Transport vorbereiten



VORSICHT

Verbrennungsgefahr am Ofen

Der Verbrennungsofen ist nach Ausschalten des Gerätes noch heiß. Es besteht Verbrennungsgefahr.

- Das Gerät vor Ausbau des Verbrennungsofens abkühlen lassen.
-



VORSICHT

Verletzungsgefahr

Beim Umgang mit Glasteilen besteht Verletzungsgefahr durch Glasbruch.

- Mit Glasteilen besonders vorsichtig umgehen.
-



HINWEIS

Gefahr von Geräteschäden durch ungeeignetes Verpackungsmaterial

- Das Gerät und seine Komponenten nur in der Originalverpackung transportieren.
 - Das Gerät vor dem Transport vollständig entleeren und alle Transportsicherungen anbringen.
 - In die Verpackung ein geeignetes Trockenmittel einbringen, um Schäden durch Feuchtigkeit zu verhindern.
-

Bereiten Sie den Analysator wie folgt für den Transport vor:

- ▶ Die Phosphorsäure-Pumpe und die zugehörigen Schläuche mit Reinstwasser spülen. Die Komponenten leeren.
- ▶ Den Analysator am Hauptschalter ausschalten. Das Gerät abkühlen lassen.
- ▶ Die Gasversorgung abstellen. Den Netzstecker aus der Netzsteckdose ziehen.
- ▶ Alle Kabel und Gasschläuche an der Rückseite des Analysators lösen.
- ▶ Die Türen des Analysators öffnen.

- ▶ Die Reagenzienflasche und die Auffangschale sowie weitere lose Zubehörteile entfernen. Den Schlauch bzw. die Schläuche mit einem sauberen Papiertuch abwischen. **⚠ VORSICHT!** Die Schläuche enthalten Reste von Säure.
- ▶ Die Kanülen von den Schläuchen lösen. Die Kanülen in die Kanülenverpackung stecken.
i HINWEIS! Die Kanülen vorsichtig verpacken. Die Kanülen können sich verbiegen.
- ▶ Die Schläuche aus den Anschlüssen an der Halogenfalle ziehen. Die Halogenfalle aus den Klemmen entnehmen.
- ▶ Das TIC-Kondensatgefäß demontieren und entleeren.
- ▶ Offene Schlauchenden in Schutzbeutel verpacken und z. B. mit Klebebändern im Analysator sichern.



Abb. 75 Komponenten hinter den Fronttüren für den Transport gesichert

- ▶ Die linke Seitenwand öffnen:
 - Die vier Befestigungsschrauben abschrauben. Die Schrauben sind unverlierbar und bleiben in der Wand.
 - Den Schutzleiteranschluss abziehen. Die Seitenwand sicher ablegen.
- ▶ Die Kondensationsschlange vorsichtig aus der Halterung herausnehmen, entleeren und sicher ablegen.
- ▶ Das Verbrennungrohr ausbauen.
- ▶ Den Verbrennungsofen ausbauen.
- ▶ Die freien Schlauchenden im Geräteinnenraum in einen Schutzbeutel verpacken und fixieren mit Klebeband am Analysator fixieren.
- ▶ Die linke Seitenwand des Analysators schließen:
 - Den Schutzleiteranschluss an der Seitenwand anstecken.
 - Die Schrauben an der unteren und anschließend an der oberen Seite anschrauben. Die Schrauben reihum festziehen.
- ▶ Die obere Ofenabdeckung auflegen und mit Klebeband fixieren.
- ▶ Die Fronttüren des Analysators schließen.
- ▶ Das Zubehör sorgfältig verpacken. Darauf achten, dass die Glasteile bruchsticher verpackt sind.
- ▶ Den Analysator und das Zubehör in der Originalverpackung verpacken.
 - ✓ Der Analysator ist sicher für den Transport verpackt.

Sehen Sie dazu auch

 [Wartung und Pflege \[▶ 88\]](#)

8.1.2 Probengeber AS vario zum Transport vorbereiten



HINWEIS

Geräteschaden bei Transport ohne Sicherung

Bei einem Transport ohne Transportsicherung kann das Gerät Schaden nehmen.

- Vor einem Transport immer Transportsicherung einsetzen.

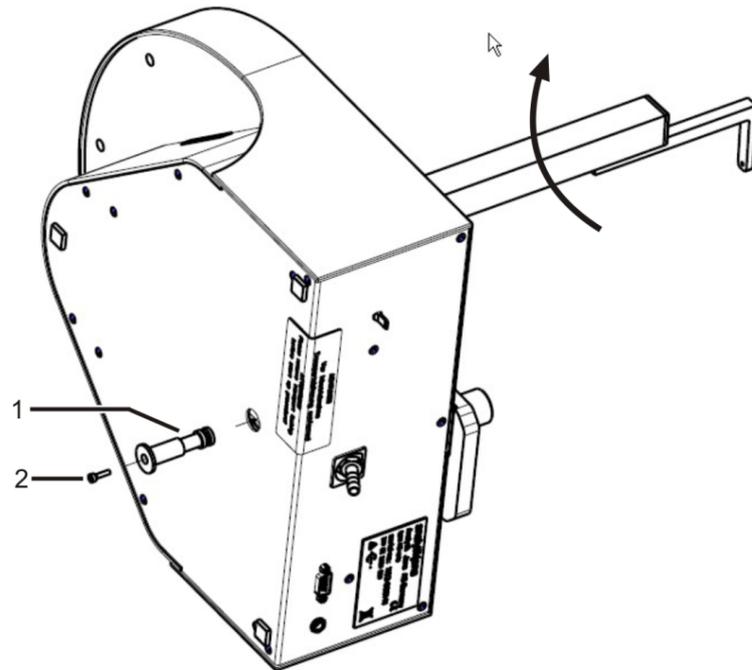


Abb. 76 Probengeber für Transport sichern

1 Transportsicherung

2 Schraube M3x12

- ▶ Den Probengeber auf die Seite drehen und sicher abstellen.
- ▶ Den Probengeberarm im Uhrzeigersinn bis zum Anschlag drehen.
 - ✓ Die Antriebe befinden sich in der richtigen Position.
- ▶ Die Transportsicherung bis zum Anschlag in die Öffnung des Bodenblechs schieben.
- ▶ Die Transportsicherung mit der Schraube und dem mit dem mitgelieferten Innen-sechskantschlüssel befestigen.
- ▶ Den Probengeber in der Originalverpackung verpacken.
 - ✓ Der Probengeber kann sicher transportiert werden.

8.1.3 Gerät im Labor umsetzen



VORSICHT

Verletzungsgefahr beim Transport

Durch Fallenlassen des Gerätes besteht Verletzungsgefahr und das Gerät wird beschädigt.

- Beim Umsetzen und Transportieren des Geräts umsichtig vorgehen. Das Gerät nur zu zweit heben und tragen.
- Das Gerät fest mit beiden Händen an der Unterseite fassen und gleichzeitig anheben.

Beachten Sie beim Umsetzen des Gerätes im Labor Folgendes:

- Es besteht Verletzungsgefahr durch nicht ordnungsgemäß gesicherte Teile! Vor dem Umsetzen des Gerätes alle losen Teile entfernen und alle Anschlüsse vom Gerät trennen.
- Zum Transport des Gerätes sind aus Sicherheitsgründen zwei Personen erforderlich, die sich an beiden Geräteseiten positionieren.
- Da das Gerät keine Tragegriffe aufweist, das Gerät fest mit beiden Händen an der Unterseite anfassen. Das Gerät gleichzeitig anheben.
- Die Richtwerte und die Einhaltung der gesetzlich vorgeschriebenen Grenzwerte für das Heben und Tragen von Lasten ohne Hilfsmittel beachten.
- Am neuen Standort die Aufstellbedingungen beachten.

8.2 Lagerung



HINWEIS

Gefahr von Geräteschäden durch Umwelteinflüsse

Umwelteinflüsse und Kondenswasserbildung können zur Zerstörung einzelner Komponenten des Gerätes führen.

- Das Gerät nur in klimatisierten Räumen lagern.
- Darauf achten, dass die Atmosphäre frei von Staub und ätzenden Dämpfen ist.

Wird das Gerät nicht sofort nach Lieferung aufgestellt oder wird es für eine längere Zeit nicht benötigt, ist es in der Originalverpackung zu lagern. In die Verpackung bzw. in das Gerät ist ein geeignetes Trockenmittel einzubringen, um Schäden durch Feuchtigkeit zu vermeiden.

Die Anforderungen an die klimatischen Bedingungen des Lagerorts sind in den Spezifikationen genannt.

9 Entsorgung

Abwasser	Im laufenden Betrieb fällt Abwasser an, das Säure und Probe enthält. Führen Sie die neutralisierten Abfälle gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung zu.
Halogenfalle	Die Halogenfalle enthält Kupfer und Messing. Nehmen Sie mit der zuständigen Stelle (Behörde oder Abfallunternehmen) Kontakt auf. Dort erhalten Sie Informationen über Verwertung oder Beseitigung.
Katalysator	Die Spezialkatalysatoren enthalten $\text{Pt}(\text{Al}_2\text{O}_3)$ oder CeO_2 . Führen Sie den verbrauchten Katalysator gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung zu. Die Analytik Jena nimmt den Spezialkatalysator zur Entsorgung zurück. Wenden Sie sich bitte an den Kundendienst. Adresse siehe Titelseite.
Analysator	Das Gerät und seine elektronischen Komponenten sind nach Ablauf der Lebensdauer nach den geltenden Bestimmungen als Elektronikschrott zu entsorgen.

10 Spezifikationen

10.1 Technische Daten

Allgemeine Kenndaten	Bezeichnung/Typ	multi N/C 3100 multi N/C 3100 pharma multi N/C 3100 duo	
	Abmessungen des Grundgeräts (B x H x T)	513 x 464 x 550 mm	
	Masse des Grundgeräts	30 kg	
Verfahrensdaten	Aufschlussprinzip	Thermokatalytische Oxidation	
	Aufschlusstemperatur	Bis 950 °C, katalysatorabhängig	
	Messverfahren	TC, TIC, TOC (Differenzmethode), NPOC, DOC, TN _b , POC	
	Probenzuführung	Fließinjektion	
	Probenvolumen	100 ... 1000 µl	
	Partikelgängigkeit	Gemäß DIN EN 1484	
	Detektionsprinzip Kohlenstoff	NDIR (gekoppelt mit VITA-Verfahren)	
	Messbereich TC, TOC, NPOC, TIC	0 ... 30000 mg/l	
	Messbereich TC, TOC in Feststoffen (mit Feststoffmodul HT 1300)	0 ... 500 mg	
Stickstoffdetektion	Detektionsprinzip Stickstoff (optional)	CLD ChD	
	Messbereich TN _b (CLD)	0 ... 20000 mg/l	
	Messbereich TN _b (ChD)	0 ... 10000 mg/l	
Prozesssteuerung	Steuer- und Auswertesoftware	multiWin	
	Funktionsumfang der Software	Echtzeitgrafik, Statusanzeige während der Analyse, grafische Darstellung der Messergebnisse, Ergebnisausdruck Datenintegrität und Konformität zu den Pharmarichtlinien 21 CFR Part 11 und EudraLex Volume 4 Annex 11 in der Pharmasoftware	
Gasversorgung	Option 1	Sauerstoff	≥4.5
	Option 2	Synthetische Luft (aus Druckgasflasche)	Kohlenwasserstoff- und CO ₂ -frei
	Option 3	gereinigte Druckluft (über TOC-Gasgenerator bereitgestellt)	CO ₂ <1 ppm Kohlenwasserstoffe (als CH ₄) <0,5 ppm
	Eingangsdruk	400 ... 600 kPa	

Flussrate	15 l/h, abhängig vom Messmodus
Messgasfluss	160 ml/min
NPOC-Ausblasfluss	50 ... 160 ml/min

Elektrische Kenngrößen

Spannung	115/230 V
Frequenz	50/60 Hz
Absicherung	2 T6,3 A H
Mittlere typische Leistungsaufnahme	400 VA
Maximale Leistungsaufnahme	500 VA
Schnittstelle zum PC	USB 2.0
Schnittstelle zu Modulen/Zubehören	RS 232

Nur Originalsicherungen von Analytik Jena verwenden!

Umgebungsbedingungen

Betriebstemperatur	+10 ... 35 °C (Klimatisierung empfohlen)
Maximale Luftfeuchte	90 % bei 30 °C
Luftdruck	0,7 ... 1,06 bar
Lagertemperatur	5 ... 55 °C
Luftfeuchte bei Lagerung	10 ... 30 % (Trockenmittel verwenden)
Einsatzhöhe (maximal)	2000 m

Mindestausstattung Steuerrechner

Prozessor	Min. 3,2 GHz
Festplatte	Min. 40 GB
RAM	Min. 4 GB
Bildschirm-Auflösung	Min. 1280 x 780
USB-Schnittstelle	Min. 1 USB 2.0 Schnittstelle, zum Anschluss des Grundgeräts
CD/DVD-Laufwerk	Für Software-Installation
Betriebssystem	Windows 10 oder höher, Windows 7/8.1 wird unterstützt, 32 oder 64 bit

10.2 Normen und Richtlinien

Schutzklasse und Schutzart	Das Gerät hat die Schutzklasse I.
Gerätesicherheit	Das Gerät erfüllt die Sicherheitsnormen <ul style="list-style-type: none"> ■ EN 61010-1 ■ EN 61010-2-081 ■ EN 61010-2-010 ■ EN 61010-2-051 (für Betrieb mit Probengeber)
EMV-Verträglichkeit	Das Gerät ist auf Störaussendung und Störfestigkeit geprüft. Das Gerät erfüllt die Anforderung an Störaussendung nach <ul style="list-style-type: none"> ■ EN 61326-1 (EN 55011 Gruppe 1, Klasse B) Das Gerät erfüllt die Anforderung an Störfestigkeit nach <ul style="list-style-type: none"> ■ EN 61326-1 (Anforderungen an Gebrauch in grundlegender Umgebung)
Umwelt- und Umgebungseinflüsse	Das Gerät wurde in Umweltsimulationsprüfungen unter Gebrauchs- und Transportbedingungen geprüft und erfüllt die Anforderungen nach: <ul style="list-style-type: none"> ■ ISO 9022-2 ■ ISO 9022-3
EU-Richtlinien	Das Gerät erfüllt die Anforderungen nach Richtlinie 2011/65/EU. Das Gerät 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 der Benutzeranleitung enthalten sind. Für mitgeliefertes Zubehör und Systemkomponenten anderer Hersteller sind deren Benutzeranleitungen maßgebend.
Richtlinien für China	Das Gerät enthält reglementierte Substanzen (nach Richtlinie GB/T 26572-2011). Die 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.

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1	Analysator, Fronttüren geöffnet	16
Abb. 2	Analysator, linke Seitenwand geöffnet.....	17
Abb. 3	Spritzenpumpe	17
Abb. 4	Schlauchplan	18
Abb. 5	NPOC-Ausblasfluss einstellen	19
Abb. 6	Kondensat-Pumpe	19
Abb. 7	Phosphorsäure-Pumpe.....	19
Abb. 8	FAST-Verbinder.....	20
Abb. 9	Fingertight-Verschraubung	20
Abb. 10	Verbrennungsofen	21
Abb. 11	Kondensationsschlange	21
Abb. 12	TIC-Kondensationsmodul	22
Abb. 13	Wasserfallen.....	23
Abb. 14	Halogenfalle	23
Abb. 15	Status-LED.....	25
Abb. 16	LED-Leiste (rechte Tür geöffnet)	25
Abb. 17	Geräterückseite	26
Abb. 18	Funktionsprinzip	28
Abb. 19	Platzbedarf multi N/C 3100 mit Modulen	39
Abb. 20	Platzbedarf modulares Messsystem multi N/C 3100 duo	39
Abb. 21	Platzbedarf multi N/C pharma HT mit Modulen	40
Abb. 22	Geräterückseite	42
Abb. 23	Probengeber AS 10e	44
Abb. 24	Probengeber AS 21hp	45
Abb. 25	Paralleles Ausblasen (links) und sequentielles Ausblasen (rechts)	46
Abb. 26	Probengeber über Halter am Analysator befestigt	46
Abb. 27	Anschlüsse auf der Unterseite des Probengebers	47
Abb. 28	Halter	48
Abb. 29	Fingertight-Verbindung	49
Abb. 30	Fenster Justierung-Probengeber	49
Abb. 31	Paralleles Ausblasen (links) und sequentielles Ausblasen (rechts)	50
Abb. 32	Aufbau des Probengebers AS vario	52
Abb. 33	Aufbau des Probengebers AS vario ER	53
Abb. 34	Transportsicherung.....	53
Abb. 35	Hülse mit zwei Kanülen für nicht-paralleles Ausblasen	54
Abb. 36	Fingertight-Verbindung.....	55
Abb. 37	Kanülenspülung am Modell AS vario ER	55
Abb. 38	Kanülenspülung in Methode aktivieren.....	56
Abb. 39	Probengeber EPA Sampler	58

Abb. 40	Probengeber POC Sampler	58
Abb. 41	Rückseite des Probengebers.....	59
Abb. 42	Elektrische Anschlüsse.....	59
Abb. 43	Transportsicherung.....	60
Abb. 44	Rührbügel montieren.....	60
Abb. 45	Kanülenposition für NPOC-Messungen mit parallelem (links) und nicht-parallelem Ausblasen (rechts).....	61
Abb. 46	Fingertight-Verbindung.....	61
Abb. 47	POC-Modul für den manuellen Betrieb	63
Abb. 48	POC-Modul für den automatischen Betrieb	64
Abb. 49	Chemolumineszenzdetektor (CLD)	67
Abb. 50	Anschlüsse an der Rückwand des Feststoffmoduls.....	70
Abb. 51	Daten zur neuen Kalibrierung	74
Abb. 52	Aktuelle Probandaten	76
Abb. 53	Daten zur durchgeführten Kalibrierung.....	77
Abb. 54	Verknüpfung einer Kalibrierung mit einer Methode (3 Kalibrierbereiche)	79
Abb. 55	Verdünnungstablett	84
Abb. 56	Verdünnungstablett	86
Abb. 57	Probengeber justieren	90
Abb. 58	Justierpunkte auf dem Probandentablett	90
Abb. 59	Kanülen installieren (hier: 2 Kanülen für paralleles Ausblasen).....	92
Abb. 60	Probengeber justieren	92
Abb. 61	Position 1 justieren.....	93
Abb. 62	Kanüle und Niederhalter installieren.....	94
Abb. 63	Probengeber justieren	95
Abb. 64	Position 1 justieren.....	95
Abb. 65	Kanüle am POC-Reaktor justieren	96
Abb. 66	Schutzleiteranschluss an der Seitenwand.....	97
Abb. 67	Ausblasen einstellen	97
Abb. 68	NPOC-Ausblasfluss einstellen	98
Abb. 69	FAST-Verbinder, gewinkelt.....	101
Abb. 70	Fingertight-Verbindung ersetzen.....	102
Abb. 71	Wasserfallen an Frontseite ersetzen.....	114
Abb. 72	Wasserfallen an Gasbox ersetzen	115
Abb. 73	Halogenfalle ersetzen	117
Abb. 74	Adsorberpatrone wechseln.....	119
Abb. 75	Komponenten hinter den Fronttüren für den Transport gesichert.....	133
Abb. 76	Probengeber für Transport sichern.....	134