

Manuel d'utilisation

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



Sommaire

1 Informations de base.....	7
1.1 Concernant ce manuel d'utilisation	7
1.2 Domaines d'application de l'analyseur	8
1.3 Utilisation conforme à l'usage prévu	8
2 Sécurité.....	10
2.1 Marquage de sécurité sur l'appareil.....	10
2.2 Exigences posées au personnel d'exploitation.....	11
2.3 Consignes de sécurité pour le transport et la mise en service.....	11
2.4 Consignes de sécurité pour l'exploitation	12
2.4.1 Consignes de sécurité générales	12
2.4.2 Consignes de sécurité relatives à la protection contre l'explosion et contre l'incendie	13
2.4.3 Marquage de sécurité électrique	13
2.4.4 Consignes de sécurité relatives à l'exploitation des bouteilles et systèmes de gaz comprimé.....	13
2.4.5 Manipulation des matières auxiliaires et consommables	14
2.4.6 Consignes de sécurité relatives à la maintenance et la réparation.....	15
2.5 Marche à suivre en cas d'urgence	15
3 Structure et fonction.....	16
3.1 Structure.....	16
3.1.1 Système d'alimentation	17
3.1.2 Tuyauterie	18
3.1.3 Système de combustion.....	20
3.1.4 Séchage et purification du gaz de mesure	21
3.1.5 Détection	24
3.1.6 Éléments d'affichage et de commande, raccords.....	25
3.1.7 Accessoires	26
3.2 Possibilités d'extension de l'analyseur	27
3.3 Fonction et principe de mesure	27
3.4 Procédé de mesure	29
3.4.1 Analyse TC.....	29
3.4.2 Analyse de TOC.....	29
3.4.3 Analyse TIC.....	29
3.4.4 Analyse NPOC	30
3.4.5 Analyse de DOC.....	30
3.4.6 Analyse POC.....	30
3.4.7 Analyse	31
3.5 Catalyseurs	31
3.6 Étalonnage	31
3.6.1 Stratégies d'étalonnage	31
3.6.2 Facteur journalier	32
3.6.3 Procédé d'étalonnage	32
3.6.4 Caractéristiques du procédé	34
3.6.5 Autres calculs	34
3.7 Valeurs à blanc.....	35
3.7.1 Valeurs à blanc de l'eau	35
3.7.2 Valeur à blanc d'éluat.....	36
3.7.3 Valeur à blanc de la nacelle.....	36

3.8	Test d'adéquation du système.....	37
4	Installation et mise en service.....	38
4.1	Conditions d'installation.....	38
4.1.1	Conditions ambiantes.....	38
4.1.2	Disposition des appareils et encombrement.....	38
4.1.3	Alimentation en énergie.....	40
4.1.4	Alimentation en gaz.....	40
4.2	Déballage et mise en place de l'appareil.....	41
4.2.1	Mise en place de l'analyseur et mise en service.....	41
4.3	Raccordement des accessoires.....	44
4.3.1	Distributeurs d'échantillons AS 10e et AS 21hp.....	44
4.3.2	distributeur d'échantillons AS vario.....	51
4.3.3	EPA Sampler.....	58
4.3.4	Module POC.....	64
4.3.5	Détecteur de chimiluminescence (DCL).....	69
4.3.6	Module pour solides externe.....	71
5	Utilisation.....	73
5.1	Remarques générales.....	73
5.2	Mettre en marche l'analyseur.....	74
5.3	Arrêter l'analyseur.....	75
5.4	Réalisation du calibrage.....	76
5.4.1	Préparer et démarrer l'étalonnage.....	76
5.4.2	Affichage des résultats de l'étalonnage.....	78
5.4.3	Modifier un étalonnage.....	79
5.4.4	Relier l'étalonnage à la méthode.....	80
5.4.5	Gestion des données d'étalonnage.....	82
5.5	Effectuer une mesure.....	82
5.5.1	Mesure avec injection manuelle.....	82
5.5.2	Mesure avec distributeur d'échantillon.....	83
5.6	Dilution.....	85
5.6.1	Dilution automatique TC.....	85
5.6.2	Dilution intelligente TN.....	87
6	Maintenance et entretien.....	90
6.1	Aperçu de la maintenance.....	90
6.2	Ajustage et réglage.....	91
6.2.1	Remarques générales pour l'ajustage du distributeur d'échantillon.....	91
6.2.2	Ajustage du distributeur d'échantillons AS vario.....	92
6.2.3	Ajuster EPA Sampler.....	94
6.2.4	Ajustage du distributeur d'échantillons.....	96
6.2.5	Réglage du débit d'évacuation NPOC.....	99
6.3	Maintenir la pompe d'injection.....	101
6.4	Remplacement du tuyau de pompe.....	101
6.5	Remplacer les raccords pour tuyaux.....	103
6.6	Contrôle de l'étanchéité du système.....	105
6.7	Remplacement du catalyseur.....	105
6.7.1	Démontage du tube de combustion.....	106
6.7.2	Remplissage du tube de combustion.....	107
6.7.3	Montage du tube de combustion.....	109

6.8	Démonter et monter le four à combustion	111
6.8.1	Démontage du four de combustion	111
6.8.2	Monter le four à combustion	112
6.9	Nettoyer le réceptacle de condensat TIC	113
6.10	Maintenance du serpentin	114
6.11	Remplacer les pièges à eau	116
6.12	Remplacement du piège à halogènes	119
6.13	Maintenance du module POC	121
6.14	Entretien du détecteur de chimiluminescence (DCL)	122
7	Élimination des pannes	123
7.1	Messages d'erreur du logiciel	124
7.2	Erreur de statut	129
7.3	Erreurs de l'appareil	131
8	Transport et stockage	135
8.1	Transport	135
8.1.1	Préparation de l'analyseur pour le stockage	135
8.1.2	Préparer le distributeur d'échantillons AS vario pour le transport	137
8.1.3	Déplacement de l'appareil dans le laboratoire	138
8.2	Stockage	138
9	Élimination	139
10	Spécifications	140
10.1	Caractéristiques techniques	140
10.2	Normes et directives	141

1 Informations de base

1.1 Concernant ce manuel d'utilisation

Contenu

La notice d'utilisation décrit le ou les modèles d'appareil suivants :

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

Dans ce qui suit, ces modèles sont appelés multi N/C 3100 pour faire plus court. Les différences seront expliquées aux points pertinents de ce manuel.

L'appareil est conçu pour être utilisé par un personnel qualifié dans le respect de ces instructions d'utilisation.

Le manuel d'utilisation contient des informations relatives à la construction et au fonctionnement de l'appareil et donne au personnel d'exploitation les connaissances indispensables à une manipulation sûre de l'appareil et de ses composants. Le manuel d'utilisation indique en outre des remarques sur la maintenance et l'entretien de l'appareil ainsi que des remarques sur les causes possibles d'éventuels défauts et la manière d'y remédier.

Le système de mesure modulaire multi N/C 3100 duo permet l'analyse automatisée d'échantillons liquides et solides. La conception, l'installation et le fonctionnement de ce système de mesure modulaire sont décrits dans les instructions d'utilisation du module pour solides HT 1300. Observez notamment les remarques indiquées pour passer d'un fonctionnement pour matière liquide à un fonctionnement pour matière solide.

Le modèle multi N/C 3100 pharma est un modèle spécial pour l'industrie pharmaceutique. Pour le module pharmaceutique, aucun module pour solides ni aucun détecteur ChD ne sont proposés.

Conventions

Les instructions nécessitant de suivre un ordre chronologique sont résumées en unités de procédure.

Les avertissements sont repérés par un triangle de signalisation et un mot-clé. Le type et la source ainsi que les conséquences du danger sont mentionnés et des remarques visant à éviter le danger sont indiquées.

Les composants du programme de commande et d'évaluation sont identifiés comme suit :

- Les termes de programme sont signalés en caractères gras (p. ex. menu **System**).
- Les options de menu sont séparées par une verticale (p. ex. **System | Device**).

Symboles et mots-clés utilisés

Pour signaler des dangers ou des remarques, le manuel d'utilisation utilise les symboles et mots-clés suivants. Des avertissements précèdent chaque opération.



AVERTISSEMENT

Désigne une situation potentiellement dangereuse, susceptible d'entraîner la mort ou de très graves blessures (mutilations).



ATTENTION

Désigne une situation potentiellement dangereuse, susceptible d'entraîner des blessures légères ou modérées.



REMARQUE

Donne des indications sur des dommages matériels et environnementaux possibles.

1.2 Domaines d'application de l'analyseur

- multi N/C 3100 pharma : Modèle spécial pour l'utilisation dans les domaines pharmaceutique, médical et de la biotechnologie

Ce modèle a été spécialement développé pour la détermination TOC et TN_b de l'eau ultrapure. Il convient, par exemple, pour la validation de nettoyage et pour l'analyse de l'eau à des fins d'injection. Les composés organiques extractibles dans les emballages plastiques pharmaceutiques peuvent également être examinés sous forme synthétique. Le logiciel de commande et d'évaluation garantit une intégrité totale des données et est conforme aux directives pharmaceutiques 21 CFR Part 11 et EudraLex Volume 4 Annex 11.

- Utilisation dans le traitement de l'eau

L'appareil peut être utilisé aussi bien pour l'analyse de l'eau potable que pour celle des eaux usées dans les installations de traitement municipales. Il permet également d'analyser de manière sûre les eaux complexes, comportant des particules ou salées.

- Utilisation dans la surveillance de l'environnement

Les eaux superficielles comme l'eau de mer présentent souvent de faibles teneurs en TOC en plus de concentrations de TIC et de sel élevées. Ces échantillons difficiles peuvent être examinés grâce à un mode d'analyse spécial (NPOC plus).

- Utilisation dans les centrales et les laboratoires

Avec sa plage de mesure dynamique, l'analyseur permet la détermination TOC dans les centrales électriques et pour la production de vapeur industrielle.

- Analyse des déchets et échantillons de sol

La détermination du carbone (TC/TOC) dans les échantillons solides est possible par l'extension à l'aide d'un module pour solides. Les éluats peuvent également être analysés. Dans ces échantillons liquides et d'autres échantillons, TC et TN_b peuvent être déterminés simultanément.

- Utilisation dans la recherche et l'enseignement

En raison des nombreuses options de configuration, l'analyseur est adapté à la recherche et à l'enseignement. En liaison avec le module pour solides, le TC et TOC peut être déterminé dans les solides.

1.3 Utilisation conforme à l'usage prévu

L'appareil et ses composants ne doivent être utilisés que pour les analyses décrites dans les instructions d'utilisation. Seule cette utilisation est considérée comme étant conforme et garantit la sécurité de l'utilisateur et de l'appareil.

L'analyseur ne peut être utilisé que pour déterminer la teneur en carbone total ainsi que la teneur en carbone lié organiquement et inorganiquement dans des échantillons aqueux.

L'analyseur s'adapte particulièrement à la détermination des paramètres préalablement cités, dans l'eau potable, les eaux souterraines, les eaux superficielles, l'eau ultrapure et l'eau à des fins pharmaceutiques.

Lors de l'équipement avec un détecteur d'azote, la teneur de l'azote dans les échantillons aqueux peut être examinée avec l'analyseur.

En liaison avec un module pour solides en option, la teneur en carbone totale peut être déterminée dans les solides.

Il ne faut pas utiliser l'analyseur pour analyser des liquides ou substances inflammables susceptibles de former des mélanges inflammables. Ne pas analyser d'acides concentrés avec l'analyseur !

L'appareil ne doit être utilisé qu'avec les gaz porteurs suivants : Oxygène, air synthétique ou air comprimé purifié.

2 Sécurité

Pour votre propre sécurité, avant la mise en service et afin d'assurer le bon fonctionnement de l'appareil, veuillez lire ce chapitre.

Respecter les règles de sécurité présentées dans les instructions d'utilisation ainsi que les messages et les remarques affichés par le logiciel de commande et d'évaluation sur l'écran de l'appareil.

2.1 Marquage de sécurité sur l'appareil

L'appareil est doté de symboles d'obligation et d'avertissement dont la signification doit absolument être observée.

Si les symboles d'obligation et d'avertissement sont endommagés ou manquants, cela peut entraîner des erreurs avec risques de blessures et de dommages matériels. Les symboles ne doivent pas être enlevés. Les symboles d'obligation et d'avertissement endommagés doivent être immédiatement remplacés !

Les symboles d'obligation et les symboles d'avertissement suivants sont fixés sur l'appareil :

Symbole d'avertissement	Signification	Remarque
	Avertissement contre une surface chaude	<ul style="list-style-type: none"> Sur le four, sur le cache du four : Sur la paroi latérale gauche : Risque de brûlure sur le four chaud
	Avertissement Matières corrosives	<ul style="list-style-type: none"> Sur la partie avant, à côté du flacon d'acide phosphorique : Avertissement contre l'acide phosphorique
	Avertissement contre les matières corrosives et nocives	<ul style="list-style-type: none"> Sur la partie avant : Avertissement contre l'acide phosphorique
	Avertissement contre les risques d'écrasement	Sur le distributeur d'échantillons : La zone de déplacement du distributeur d'échantillons présente un risque de blessures.

Des substances dangereuses sont utilisées pendant le fonctionnement :

Marquage GHS	Signification	Remarque
	Avertissement contre l'effet corrosif	Sur le flacon d'acide phosphorique : L'acide phosphorique est corrosif

Symboles d'obligation / symboles d'avertissements	Signification	Remarque
	Débrancher la fiche de secteur avant d'ouvrir le capot de l'appareil	Sur les parois latérales et l'arrière de l'appareil : Avant d'ouvrir le capot de l'appareil, désactiver l'appareil et retirer la fiche secteur de la prise.

Symboles d'obligation / symboles d'avertissements	Signification	Remarque
	Observer le manuel d'utilisation	Sur les parois latérales et l'arrière de l'appareil : Lire les instructions d'utilisation avant de commencer les travaux.
	Uniquement pour la République populaire de Chine	L'appareil contient des substances réglementées. En cas d'utilisation de l'appareil conformément à l'usage prévu, la société Analytik Jena GmbH+Co. KG garantit que ces substances ne s'échapperont pas au cours des 25 prochaines années.

2.2 Exigences posées au personnel d'exploitation

L'appareil ne doit être utilisé que par un personnel qualifié et formé à sa manipulation. Cette formation doit comprendre la transmission des manuels d'utilisation des composants système raccordés. Nous recommandons une formation par des employés qualifiés d'Analytik Jena ou ses représentants.

Outre les consignes relatives à la sécurité indiquées dans le manuel d'utilisation, il faut respecter les consignes générales de sécurité et de prévention des accidents du pays d'utilisation. L'exploitant doit s'informer de l'état actuel de la réglementation.

Le manuel d'utilisation doit être accessible au personnel d'utilisation et de maintenance.

2.3 Consignes de sécurité pour le transport et la mise en service

Une installation incorrecte peut entraîner des dangers considérables. Un raccordement incorrect des gaz peut entraîner un choc électrique et une explosion.

- La mise en place et la mise en service de l'appareil et de ses composants système ne peuvent être réalisées que par le service après-vente d'Analytik Jena ou par un personnel spécialisé, autorisé et formé.
- Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation soi-même.

Il y a un risque de blessure si des pièces ne sont pas fixées correctement.

- Lors du transport, sécuriser les composants de l'appareil conformément aux consignes du manuel d'utilisation.
- Les pièces détachées doivent être retirées des composants système et emballées séparément.

Afin d'éviter tout risque pour la santé, il faut observer les points suivants lors de déplacements (soulever et porter) dans le laboratoire :

- Pour des raisons de sécurité, deux personnes sont nécessaires, de part et d'autre de l'appareil, pour transporter l'appareil.
- L'appareil n'est pas doté de poignées. C'est pourquoi l'appareil doit être saisi fermement avec les deux mains par le dessous.
- Risque pour la santé en cas de mauvaise décontamination ! Avant de retourner l'appareil à Analytik Jena, effectuez une décontamination dans les règles de l'art et documentez-la. Le protocole de décontamination est disponible auprès du ser-

vice après vente avec la déclaration du retour. Si le protocole de décontamination n'est pas rempli, l'appareil ne sera pas reçu. L'expéditeur peut être tenu responsable des dommages causés par une décontamination insuffisante de l'appareil.

2.4 Consignes de sécurité pour l'exploitation

2.4.1 Consignes de sécurité générales

Avant chaque mise en service, l'utilisateur de l'appareil est tenu de s'assurer du bon état de l'appareil, y compris de ses dispositifs de sécurité. Cela vaut notamment après chaque modification, extension ou réparation de l'appareil.

Respectez les consignes suivantes :

- L'appareil ne doit être utilisé que si tous les dispositifs de sécurité (par ex. caches en amont des composants électroniques) sont présents, correctement installés et parfaitement opérationnels.
- Contrôler régulièrement le bon état des dispositifs de protection et de sécurité. Remédier immédiatement à tout défaut.
- Les dispositifs de protection et de sécurité ne doivent jamais être retirés, modifiés ni mis hors service pendant l'exploitation.
- Toujours garantir un accès libre à l'interrupteur principal et aux dispositifs d'arrêt d'urgence et de verrouillage pendant le fonctionnement.
- Les dispositifs de ventilation de l'appareil doivent être en état de marche. Les grilles et les fentes de ventilation recouvertes ou autres peuvent perturber le bon fonctionnement de l'appareil ou l'endommager.
- Les modifications, transformations et extensions réalisées sur l'appareil ne peuvent être effectuées qu'après avoir consulté Analytik Jena. Toute modification non autorisée peut limiter la sécurité d'utilisation de l'appareil et entraîner des limitations de garantie et d'accès au service après-vente.
- Maintenir les substances inflammables à distance de l'appareil.
- Le four fonctionne à des températures de 700 ... 950 °C. Ne jamais toucher les pièces brûlantes (four, serpentin de condensation) pendant ou directement après le fonctionnement.
- Attention lors de la manipulation des objets en verre. Risque de bris de verre et de blessure !
- Veillez à ce qu'aucun liquide n'atteigne par exemple les câbles de raccordement à l'intérieur de l'appareil. Il existe un risque de choc électrique.
- La zone de déplacement du distributeur d'échantillons présente un risque de blessures. Il est par exemple possible de se coincer la main ou le doigt. Il faut pour cela maintenir durant le fonctionnement une distance de sécurité par rapport au distributeur d'échantillons.
- Le détecteur de chimiluminescence (DCL) en option contient un générateur d'ozone qui produit de l'ozone (O₃). Le destructeur d'ozone en aval détruit le gaz toxique lorsqu'il est utilisé de manière conforme. Différentes mesures de sécurité provoquent l'arrêt automatique du générateur d'ozone. Cependant, les points suivants s'appliquent : Si une odeur âcre d'ozone se dégage, éteignez immédiatement l'appareil et informez le service après-vente. Pour garantir un fonctionnement optimal, Analytik Jena recommande un contrôle et une maintenance annuels par le service après-vente.

2.4.2 Consignes de sécurité relatives à la protection contre l'explosion et contre l'incendie

Il est interdit d'utiliser l'appareil dans un environnement à fort risque d'explosion.

Il est interdit de manger, boire, fumer et de manipuler des flammes nues dans le local technique de l'appareil !

2.4.3 Marquage de sécurité électrique

La partie droite à l'intérieur de l'appareil est soumise à des tensions électriques mortelles ! Le contact avec des composants sous tension peut entraîner la mort, des blessures graves ou des chocs électriques douloureux.

- La fiche de secteur ne doit être raccordée qu'à une prise conforme à la classe de protection I (conducteur de protection) de l'appareil. L'appareil ne doit être raccordé qu'au niveau de sources d'alimentation présentant la même tension que celle qui est indiquée sur la plaque signalétique. Assurez-vous que le câble secteur amovible de l'appareil soit remplacé par un câble secteur de taille inadéquate (sans conducteur de protection). Il est interdit de rallonger le câble d'alimentation.
- Tous les travaux sur le système électronique doivent être effectués uniquement par le service après-vente d'Analytik Jena et par un personnel spécialisé, autorisé spécialement à cette fin.
- Les composants électriques doivent être régulièrement contrôlés par un électricien. Remédier immédiatement à tout défaut, comme des connexions desserrées, des câbles défectueux ou endommagés.
- Toujours éteindre l'appareil avec l'interrupteur secteur et débrancher la fiche de secteur de la prise avant d'ouvrir l'appareil !
- Toujours éteindre le module de base et les composants système avant de les raccorder au secteur.
- Toujours éteindre le module de base et les composants système avant de brancher ou débrancher les câbles de raccordement électrique entre le module de base et les composants système.
- En cas de défauts sur les composants électriques, l'analyseur doit être mis hors tension immédiatement au moyen de l'interrupteur principal sur la paroi arrière du boîtier. Débrancher la fiche secteur de la prise.

2.4.4 Consignes de sécurité relatives à l'exploitation des bouteilles et systèmes de gaz comprimé

- Les gaz de service proviennent des bouteilles de gaz comprimé ou des systèmes de gaz comprimé. Les gaz de service doivent avoir la pureté requise.
- Les bouteilles et systèmes de gaz comprimé doivent uniquement être manipulés par des personnes disposant des connaissances et d'une expérience spécifiques sur les systèmes de gaz comprimé.
- Les tuyaux de gaz comprimé et les détendeurs doivent être utilisés uniquement pour les gaz auxquels ils sont affectés.
- Les conduites de distribution, les tuyaux, les raccords à vis et les détendeurs pour oxygène ne doivent contenir aucune trace de graisse.
- Vérifier régulièrement l'absence de fuites et de dommages visibles sur toutes les conduites, tous les tuyaux et raccords à vis. Réparer immédiatement les fuites et les dommages.
- Avant de réaliser les travaux d'inspection, de maintenance et de réparation sur les bouteilles de gaz comprimé, fermer l'alimentation en gaz de l'appareil.

- Une fois la réparation et la maintenance effectuées sur les composants des bouteilles ou systèmes de gaz comprimé, contrôler le bon fonctionnement de l'appareil avant de le remettre en service.
- Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation soi-même !

2.4.5 Manipulation des matières auxiliaires et consommables

L'exploitant est responsable de la sélection des substances utilisées lors du processus et de les manipuler avec précaution. Cela concerne plus particulièrement les matériaux radioactifs, infectieux, toxiques, corrosifs, combustibles, explosibles ou qui sont dangereux pour une raison ou une autre.

Lors de la manipulation de substances dangereuses, il est impératif de respecter les consignes de sécurité locales en vigueur ainsi que les consignes figurant dans les fiches de données de sécurité des fabricants des matières auxiliaires et consommables.

- Une attention particulière est requise lors de la manipulation d'acides concentrés. Respecter impérativement les consignes et indications figurant dans les fiches de sécurité pour manipuler l'acide orthophosphorique (H_3PO_4) ou l'acide chlorhydrique (HCl).
- Manipuler le catalyseur fourni par le fabricant avec la prudence de rigueur pour les produits chimiques.

Lors de la manipulation de la laine de quartz, les points suivants doivent être respectés :

- Entreposer la laine de quartz uniquement dans des récipients fermés.
- Éviter toute formation de poussière lors de travaux effectués avec de la laine de quartz ! Risque d'irritation des voies respiratoires dû à l'inhalation de poussière.
- Porter une tenue de protection (blouse de laboratoire, gants de protection, lunettes de protection, masque respiratoire) lors du changement de la laine de quartz ou du nettoyage du tube de combustion.
- Récupérer la laine de quartz usagée dans des récipients fermés et appropriés et les mettre au rebut conformément aux réglementations officielles. Pour la mise au rebut des déchets, s'adresser à l'entreprise de collecte responsable.

Respectez les consignes suivantes :

- Il est de la responsabilité de l'exploitant qu'une décontamination raisonnable soit effectuée, dans le cas où l'appareil a été pollué à l'extérieur ou l'intérieur par des substances dangereuses.
- Retirer les éclaboussures, les gouttes ou de grandes quantités de liquides avec un matériel absorbant tel que le coton, des lingettes de laboratoire ou de la cellulose.
- En cas d'impuretés biologiques, essuyer les endroits concernés avec un désinfectant adéquat, comme par ex. solution Incidin-Plus. Puis, essuyer les endroits nettoyés.
- Le boîtier est uniquement destiné à la désinfection par essuyage. Si le désinfectant est équipé d'une tête de pulvérisation, appliquer le désinfectant sur des chiffons appropriés.

Travaillez avec du matériel infectieux de manière particulièrement minutieuse et propre, car l'appareil ne peut pas être décontaminé dans son ensemble.

- Avant d'employer un autre procédé de nettoyage ou de décontamination que celui prescrit par le fabricant, assurez-vous auprès de ce dernier que le procédé prévu n'endommage pas l'appareil. Les plaques de sécurité se trouvant sur l'appareil ne doivent pas être éclaboussées de méthanol.

2.4.6 Consignes de sécurité relatives à la maintenance et la réparation

En principe, la maintenance de l'appareil est réalisée par le service après-vente d'Analytik Jena ou par un personnel autorisé et formé.

Une maintenance effectuée de votre propre chef peut endommager l'appareil. C'est pourquoi l'utilisateur ne doit en principe effectuer que les actions décrites au chapitre « Maintenance et entretien » des instructions d'utilisation.

- Pour le nettoyage extérieur de l'appareil, n'utiliser qu'un chiffon légèrement humide qui ne goutte pas. Ce faisant, n'utiliser que de l'eau et, si nécessaire, des agents tensioactifs courants.
- Les travaux de maintenance et de réparation doivent être effectués sur l'appareil uniquement lorsqu'il est éteint (sauf indication contraire).
- Avant la maintenance et la réparation, l'alimentation en gaz doit être coupée (sauf prescription contraire).
- Laisser suffisamment refroidir l'appareil avant tous travaux de maintenance et le remplacement des composants du système.
- N'utilisez que des pièces détachées, des pièces d'usure ou des consommables originaux. Ceux-ci sont testés et garantissent un fonctionnement sûr. Les pièces en verre sont des pièces d'usure et ne sont pas couvertes par la garantie.
- Tous les dispositifs de sécurité doivent être remontés et leur bon fonctionnement vérifié une fois la maintenance et la réparation terminées.

Voir également

 Maintenance et entretien [► 90]

2.5 Marche à suivre en cas d'urgence

- S'il n'y a pas de risque de blessures immédiat, en cas de danger ou d'accidents, éteindre si possible immédiatement l'appareil et les composants système raccordés à l'interrupteur secteur et/ou retirer les fiches de secteur des prises.
- Après la désactivation des appareils, fermer le gaz aussi vite que possible.

3 Structure et fonction

3.1 Structure

L'analyseur est un appareil de paillasse compact dans lequel les composants principaux sont bien installés. La structure de mesure comprend d'autres accessoires et réactifs.

La commande de l'analyseur ainsi que l'évaluation des données de mesure s'effectuent au moyen du logiciel multiWin.

Tous les composants de l'analyseur devant être commandés ou maintenus par l'utilisateur sont accessibles via deux portes sur la face avant, la paroi gauche amovible ou le couvercle supérieur.

L'analyseur est constitué des composants principaux suivants :

- Système d'alimentation
- Boîte à gaz et tuyauterie
- Système de combustion
- Séchage et purification du gaz de mesure
- Détecteur
- Éléments d'affichage et de commande, raccords
- Système électronique
- Accessoires

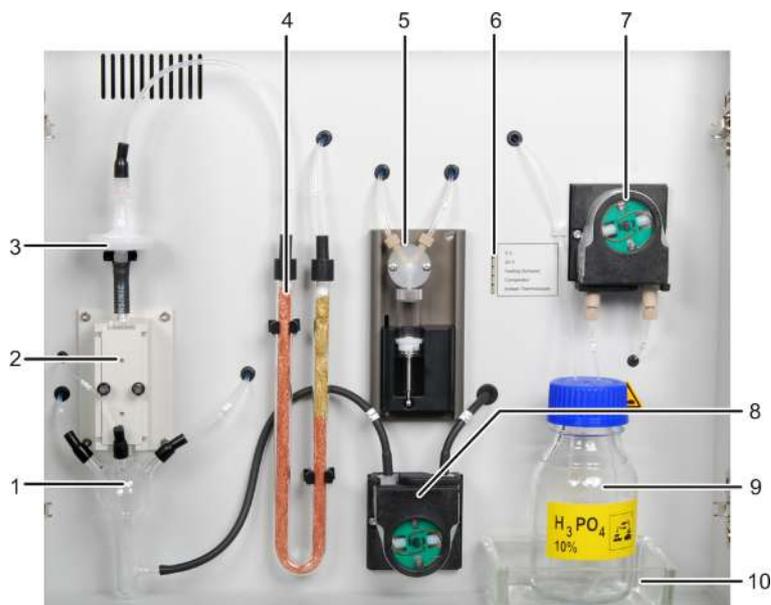


Fig. 1 Analyseur, portes avant ouvertes

- | | |
|--|---------------------------|
| 1 Réceptacle de condensat TIC | 2 Bloc de refroidissement |
| 3 Pièges à eau | 4 Piège à halogènes |
| 5 Pompe d'injection avec valve 2 ports | 6 Affichages LED |
| 7 Pompe d'acide phosphorique | 8 Pompe de condensat |
| 9 Flacon de réactifs pour acide phosphorique | 10 Bac collecteur |

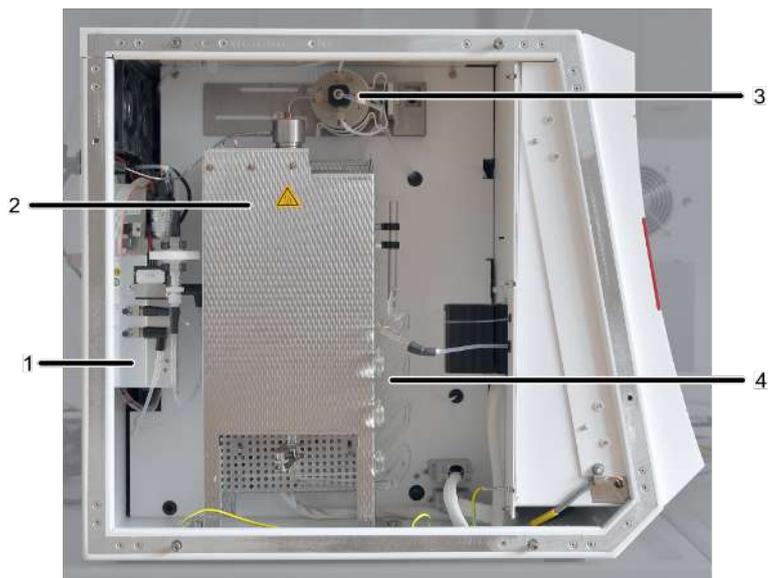


Fig. 2 Analyseur, paroi latérale gauche ouverte

- | | |
|--------------------|-----------------------------|
| 1 contrôle des gaz | 2 Système de combustion |
| 3 Valve 5 voies | 4 Serpentin de condensation |

3.1.1 Système d'alimentation

La distribution d'échantillons se fait par injection liquide au moyen d'une pompe d'injection avec valve à 2 ports. Le volume d'injection s'élève à 100 ... 1000 µl.

Les raccords de tuyau sont fixés sur la valve à 2 ports avec des raccords Fingertight. Le corps d'injection est en verre et interchangeable.

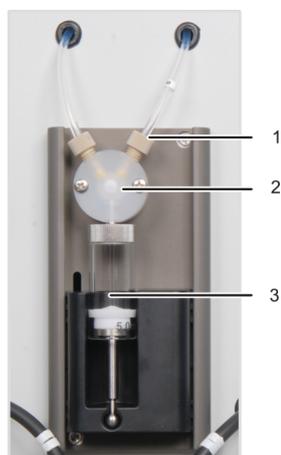


Fig. 3 Pompe d'injection

- | | |
|-----------------------|-----------------|
| 1 Raccord Fingertight | 2 Valve 2 ports |
| 3 Seringue de dosage | |

Les tuyaux de la valve à 2 ports sont reliés aux composants suivants :

- Tuyau 8 avec le flacon d'eau extra-pure
- Tuyau AB avec la valve de commutation

3.1.2 Tuyauterie

Plan de la tuyauterie

La liaison entre chaque composant se fait via les tuyaux identifiés. Les chiffres et les lettres entourés sur le plan de la tuyauterie correspondent aux marquages figurant sur les tuyaux dans l'analyseur.

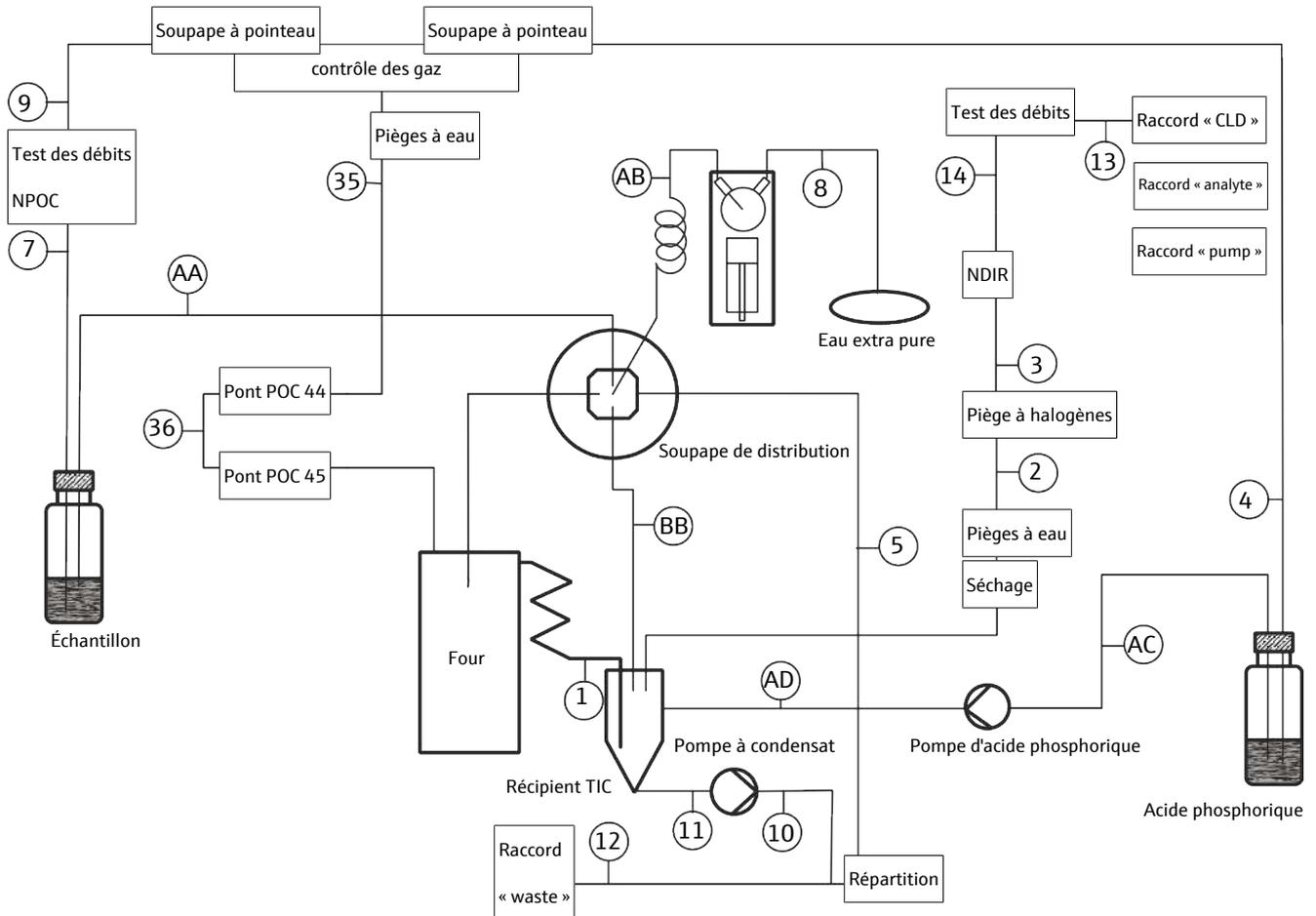


Fig. 4 Plan de la tuyauterie

Composants de réglage de débit

L'analyseur ajuste automatiquement le débit de gaz vecteur et régule le débit d'entrée via un MFC (mass flow controller). Un MFM (mass flow meter) mesure le débit de gaz vecteur sur la sortie de l'appareil. Un contrôle de l'étanchéité est automatiquement effectué. Le résultat est affiché dans le logiciel multiWin dans la fenêtre **System state**. Un piège à eau protège la boîte à gaz du retour des gaz de combustion humides.

Le débit d'évacuation NPOC peut être réglé via une soupape à pointeau sur la boîte à gaz. La soupape à pointeau est accessible uniquement après le retrait de la paroi latérale gauche. Le débit d'évacuation NPOC est mesuré avec un MFM et affiché dans la fenêtre **System state**.



Fig. 5 Réglage du débit d'évacuation NPOC

Pompe de condensat

La pompe de condensat pompe automatiquement le condensat ou la solution déchet de détermination TIC après chaque mesure. La pompe de condensat se trouve derrière les portes avant, à côté du piège à halogènes.



Fig. 6 Pompe de condensat

Pompe d'acide phosphorique

La pompe d'acide phosphorique refoule l'acide phosphorique (10 %) vers le réceptacle de condensat TIC.

L'acide phosphorique est ainsi en permanence dégazé.



Fig. 7 Pompe d'acide phosphorique

Technique de liaison

À l'intérieur de l'appareil, la plupart des raccords de gaz consistent en un connecteur FAST (FAST – Fast, Save, Tight). Ces connecteurs réalisent un passage étanche entre des tuyaux et des raccords de différents diamètres. Les manchons souples réduisent le risque de fissures par rapport à des raccords de tuyau. Les connexions existent en plusieurs variantes.



Fig. 8 Connecteur FAST

En outre, des raccords Fingertight sont également utilisés. Ces raccords sans bride sont composés d'un cône d'étanchéité olive et d'une vis creuse en plastique. Ces raccords de tuyau se ferment simplement en serrant à la main la vis creuse.

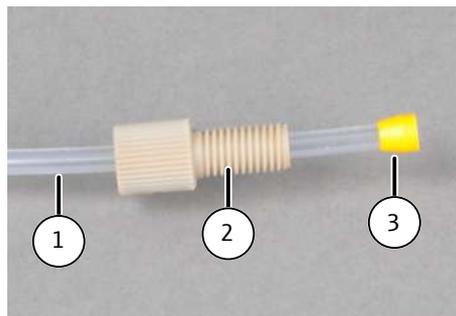


Fig. 9 Raccord Fingertight

1 Tuyau

2 Vis creuse

3 Cône d'étanchéité

3.1.3 Système de combustion

Le système de combustion se trouve derrière la paroi latérale gauche de l'analyseur.

Le four à combustion est un four vertical chauffé par résistance pour des températures d'attaques jusqu'à 950 °C.

Le tube de combustion (réacteur) est en verre de quartz. Il est rempli de catalyseur et de matières auxiliaires. Si l'efficacité du catalyseur diminue, le tube de combustion doit être à nouveau rempli.

Le haut du four est monté sur l'ouverture supérieure du tube de combustion. Le tube de combustion est relié au serpentin à son extrémité inférieure par une pince à fourche.

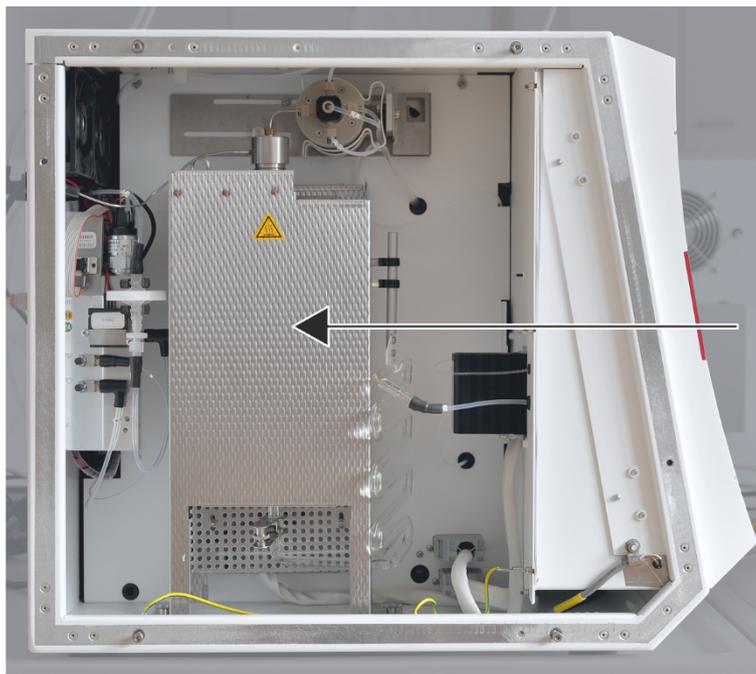


Fig. 10 four de combustion

3.1.4 Séchage et purification du gaz de mesure

Serpentin de condensation

Le serpentin en verre se trouve à droite du four et est fixé à la sortie du tube de combustion.

Le serpentin de condensation refroidit rapidement le gaz de mesure. La vapeur d'eau contenue dans le gaz de mesure se condense. Le mélange gaz de mesure / eau est conduit par un tuyau jusqu'au réceptacle de condensat TIC.



Fig. 11 Serpentin de condensation

1 Serpentin de condensation

2 Tuyau 1 vers le réceptacle de condensat

Module de condensat TIC

Le module de condensat TIC est constitué du réceptacle de condensat TIC et d'un bloc de refroidissement. Le réacteur TIC et le séparateur gaz / liquide sont combinés dans le réceptacle de condensat TIC. Simultanément, le bloc de refroidissement sèche le gaz de mesure.

Le module de condensation TIC se trouve sur la face avant à gauche. L'alimentation en mélange gaz de mesure / eau se fait par le raccordement avant gauche, par le tuyau 1.

Le raccord supérieur au milieu du récipient en verre est relié à la pompe d'acide phosphorique. La pompe d'acide phosphorique fournit de l'acide phosphorique (10 %) dans le réacteur TIC pour chaque détermination TIC.

Le bloc de refroidissement sèche le gaz de mesure par congélation de la vapeur d'eau. Le gaz de mesure sec est amené depuis le réceptacle de condensat TIC par le raccord supérieur. Le séchage du gaz de mesure ne demande pas de maintenance.

La pompe de condensat pompe le condensat ou la solution déchet de la détermination TIC après chaque mesure par la sortie inférieure sur la gauche du récipient en verre.

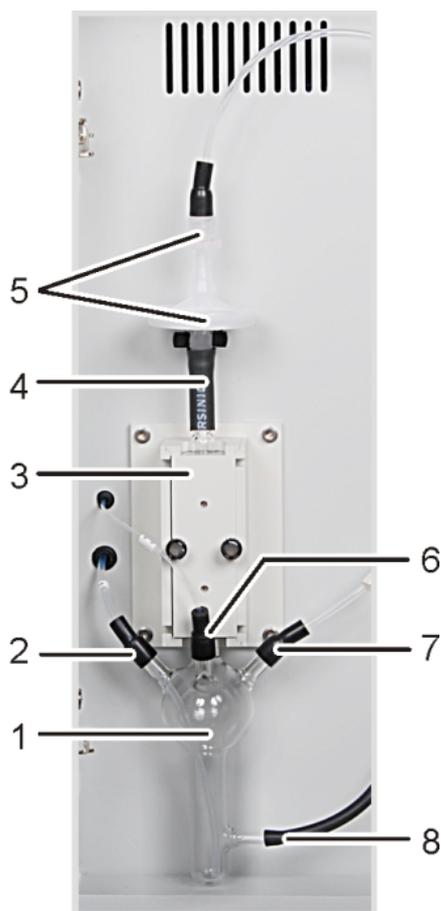


Fig. 12 Module de condensat TIC

- | | |
|---|--|
| 1 Réceptacle de condensat TIC | 2 Raccord tuyau 1/ alimentation en gaz de mesure depuis le serpentin |
| 3 Bloc de refroidissement | 4 Raccord aux pièges à eau |
| 5 Pièges à eau | 6 Raccord tuyau AD/ alimentation en acide phosphorique |
| 7 Raccord tuyau BB/ alimentation directe des échantillons pour la détermination TIC | 8 Raccord à la pompe de condensat (tuyau de déchet 11) |

Pièges à eau

Les pièges à eau éliminent les composants gênants du gaz de mesure et protègent le détecteur et la boîte à gaz. Les pièges à eau sont installés dans la voie de gaz en aval du bloc de refroidissement ou de la boîte à gaz. Les pièges à eau se composent chacun d'un piège à eau plus grand et d'un piège à eau plus petit. Le plus grand piège à eau (préfiltre TC) retient les aérosols dans le fonctionnement. Le plus petit piège à eau (filtre de retenue à une voie) collecte l'eau qui monte.

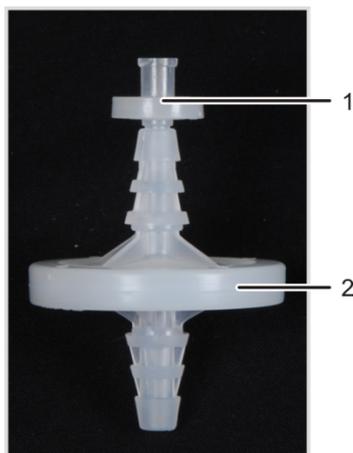


Fig. 13 Pièges à eau

1 Filtre de retenue une voie

2 Préfiltre TC

Piège à halogènes

Le piège à halogènes élimine les composants gênants (halogène, composés d'halogénure d'hydrogène) du gaz de mesure. Il protège ce faisant également les détecteurs et le débitmètre. Le piège à halogènes est monté dans la voie de gaz en aval du réceptacle de condensat TIC et des pièges à eau.

Le piège à halogène se compose d'un tube en U. Il est rempli d'une laine de cuivre spéciale et de laine de laiton. La garniture du piège à halogènes doit être renouvelée au plus tard quand la moitié de la laine de cuivre est noircie ou que la laine de laiton est décolorée.



Fig. 14 Piège à halogènes

3.1.5 Détection

Détecteur NDIR

Le détecteur NDIR (Détecteur d'absorption infrarouge non dispersif) se trouve derrière la paroi latérale droite de l'analyseur.

Les gaz dont les molécules sont composées d'atomes différents possèdent des bandes d'absorption spécifiques dans le spectre infrarouge. Si l'on applique un faisceau lumineux sur un dispositif de cuvettes contenant des gaz actifs dans l'IR, ces composants gazeux absorbent sur les longueurs d'onde qui leur sont propres une part du rayonnement total proportionnelle à leur concentration dans le mélange gazeux.

Le détecteur de rayonnement utilisé dans le détecteur NDIR est sélectif pour le CO₂.

Traitement des valeurs mesurées par le procédé VITA

Les molécules de CO₂ sont détectées par la technique de mesure aussi longtemps qu'elles restent dans la cuvette du détecteur NDIR. Le débit de gaz de mesure peut fluctuer pendant la mesure du CO₂, car les échantillons fluides par exemple s'évaporent ou se condensent pendant le dosage. Pour cette raison, les molécules de CO₂ sont enregistrées par spectrométrie pendant une période de temps plus longue (avec un débit de gaz plus faible) ou plus courte (avec un débit de gaz plus élevé).

Le procédé VITA est synonyme d'intégration couplée au temps de séjour pour les analyses TOC. Avec le procédé VITA, le débit de gaz de mesure est enregistré parallèlement au signal NDIR. Le signal NDIR est normalisé sous contrôle informatique. Les fluctuations de débit qui se produisent sont ainsi compensées par un débit de gaz constant. Ce n'est qu'alors que l'intégration a lieu.

Un débitmètre numérique de haute précision enregistre le débit de gaz de mesure à proximité immédiate du détecteur NDIR.

Détecteur de NO électrochimique (ChD, en option)

Le détecteur de NO électrochimique peut être utilisé pour la détermination TN_b. Le détecteur de NO se trouve sous la paroi latérale droite de l'analyseur. Il analyse la teneur en oxyde d'azote (NO) du gaz porteur.

Après l'oxydation thermique de l'échantillon, le gaz de mesure pénètre dans le détecteur. Dans le détecteur, les oxydes d'azote diffusent à travers une membrane hautement sélective dans la cellule de mesure électrochimique.

Les oxydes d'azote sont oxydés sur l'anode. En conséquence, le flux de courant entre les électrodes change proportionnellement à la concentration en oxyde d'azote. Le changement de débit est évalué comme signal et la teneur en azote de l'échantillon analysé est déterminée. L'électrolyte dans la cellule de mesure ne sert que comme catalyseur et n'est pas consommé.

Une alimentation électrique est nécessaire au fonctionnement du détecteur électrochimique de NO (ChD). Même lorsque l'analyseur est hors tension, une tension de maintien doit maintenir l'équilibre électrochimique dans le ChD. Pour cela, une batterie (U9VL) est montée dans la partie latérale droite de l'analyseur.

Le ChD en option n'est pas proposé pour le modèle multi N/C 3100 pharma.

Détecteur à luminescence chimique CLD (en option)

L'extension optionnelle de l'analyseur avec un détecteur à luminescence chimique permet la détermination TN_b. Le CLD doit être placé comme appareil externe à côté de l'analyseur.

Le gaz de mesure formé par oxydation thermique de l'échantillon est séché et aboutit alors dans la chambre de réaction du détecteur à luminescence chimique. Le monoxyde d'azote se trouve compris dans le gaz de mesure y est oxydé avec de l'ozone en dioxyde d'azote excité. L'émission de quater de lumière (luminescence) fait revenir les molécules du dioxyde d'azote à leur état d'origine. La luminescence est enregistrée. Le signal est proportionnel à la concentration de monoxyde d'azote. La teneur totale en azote de l'échantillon peut ainsi être déterminée.

Dans le cas de l'attaque de l'échantillon pour la détermination TN_b , on ne peut pas compter sur un rendement de NO de 100 %. Pendant le refroidissement et la condensation des gaz de combustion, des oxydes d'azote se forment également à des degrés élevés d'oxydation.

3.1.6 Éléments d'affichage et de commande, raccords

Affichages DEL

Sur la porte gauche de l'analyseur se trouve une DEL verte. La DEL s'allume après la mise sous tension de l'analyseur et indique la disponibilité opérationnelle.



Fig. 15 LED de statut

La rangée de DEL située derrière la porte droite indique les différents états de l'analyseur.

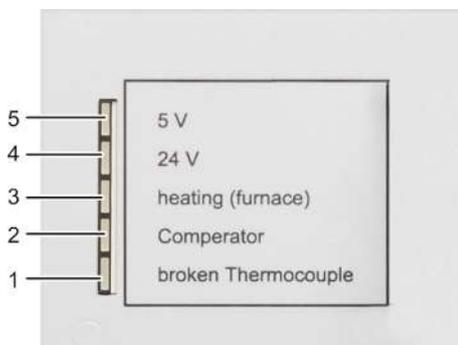


Fig. 16 Rangée de DEL (porte droite ouverte)

- | | |
|--|---|
| 1 Rupture du thermoélément (s'allume en cas de thermoélément défectueux) | 2 Compensateur du four (s'allume en cas de température excessive) |
| 3 Chauffage du four en marche / à l'arrêt | 4 Tension de l'appareil |
| 5 Tension du contrôleur interne à micro-programme | |

Interrupteur principal et raccords

À l'arrière de l'analyseur se trouvent l'interrupteur principal et les raccords suivants :

- Raccord secteur avec fusible de l'appareil
- Raccords de médias pour les gaz et les déchets
- Interfaces pour le raccord aux PC et accessoires

Un schéma figurant au milieu indique les différents raccords.

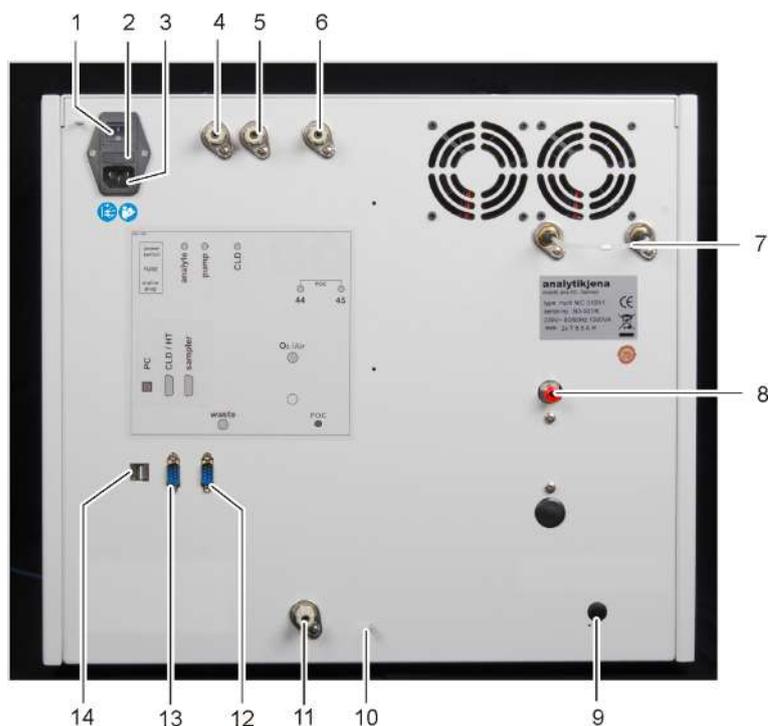


Fig. 17 Verso de l'appareil

- | | |
|---|--|
| 1 Interrupteur principal « power switch » | 2 Coffret du fusible « FUSE » |
| 3 Raccordement au réseau « main plug » | 4 Raccordement de gaz "analyte" |
| 5 Raccordement de gaz "pump" | 6 Raccordement de gaz "CLD" |
| 7 Pont pour le raccordement de gaz du module POC | 8 Raccordement pour gaz porteur "O ₂ /Air" |
| 9 Raccord du module POC (en option) | 10 Raccord du fil neutre sur le distributeur d'échantillons |
| 11 Déchets "waste" | 12 Interface RS 232 pour le distributeur d'échantillon "sampler" |
| 13 Interface RS 232 pour CLD et modules pour solides "CLD/HT" | 14 Interface USB 2.0 "PC" |

Plaque signalétique

La plaque signalétique est montée à l'arrière de l'appareil.

La plaque signalétique contient les informations suivantes :

- Adresse du constructeur, marque
- désignation de l'appareil, numéro de série
- Données de raccordement électrique
- Marquage de conformité
- Marquage d'appareil DEEE

3.1.7 Accessoires

Pour les mesures avec l'analyseur, les accessoires suivants sont nécessaires :

- Câbles de raccordement, tuyaux
- Récipient collecteur de déchets approprié et évacuation
- Flacon de réactifs avec bac collecteur pour l'acide phosphorique (250 ml)
- Flacon d'eau extra-pure (2,5 l)

Le flacon de réactif se trouve dans le bac collecteur derrière la porte droite. Le flacon de réactif comporte un symbole de sécurité ainsi que la désignation de son contenu et l'utilisateur doit le remplir d'acide phosphorique (10 %).

3.2 Possibilités d'extension de l'analyseur

Distributeur d'échantillons	<p>Pour l'analyseur, les distributeurs d'échantillon suivants sont disponibles :</p> <ul style="list-style-type: none">▪ AS vario avec différentes tailles de porte-échantillons▪ AS vario ER avec différentes tailles de porte-échantillons et avec rinçage de la canule▪ AS 10e pour 10 échantillons▪ AS 21hp pour 21 échantillons▪ POC Sampler pour les mesures POC▪ EPA Sampler avec fonction de perçage
Module POC	<p>L'extension de l'analyseur avec un module POC permet de déterminer directement le POC dans des échantillons aqueux.</p>
Module pour solides externe	<p>L'extension de l'analyseur avec le module pour solides externe HT 1300 permet l'attaque d'échantillons solides à des températures allant jusqu'à 1300 °C. Les nacelles en céramique permettent de peser de plus grandes quantités d'échantillons (jusqu'à 3000 mg). De cette manière, les inhomogénéités de l'échantillon peuvent être compensées.</p>
Module pour solides TIC manuel	<p>Le TIC des échantillons fixes peut être déterminé à l'aide du module pour solides TIC qui sera raccordé. De grandes quantités d'échantillons peuvent être pesées dans un flacon Erlenmeyer. De l'acide est ajouté à l'échantillon sous agitation magnétique sur une plaque chauffante afin de décomposer les carbonates et les hydrogénocarbonates en CO₂.</p> <p>Aucun module multi N/C 3100 pharma n'est proposé pour le modèle pour solides.</p>

3.3 Fonction et principe de mesure

L'analyseur est un appareil compact et puissant servant à déterminer la teneur en carbone organique lié et/ou la teneur en azote totale dans les échantillons aqueux.

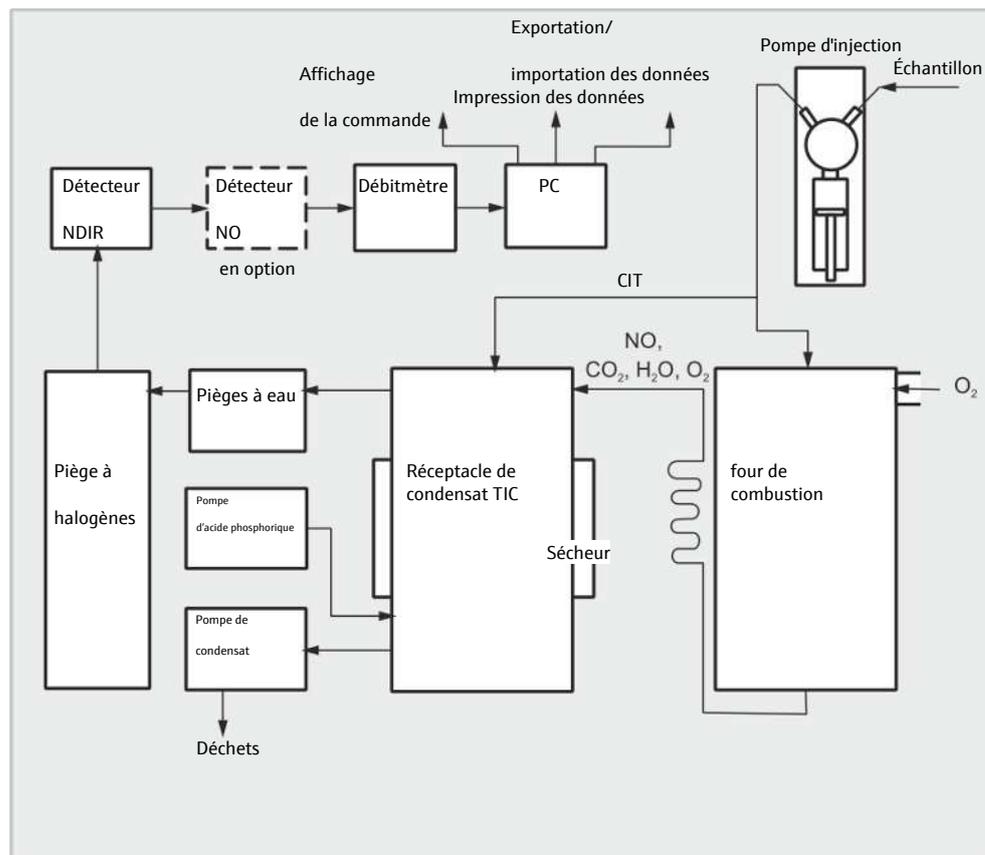
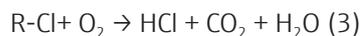
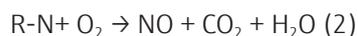


Fig. 18 Principe de fonctionnement

Les échantillons sont attaqués à haute température en présence de catalyseurs spéciaux. Cela signifie que des composés carbonés et azotés très stables et complexes peuvent également être convertis quantitativement.

La partie aliquote de l'échantillon est dosée directement dans la zone chaude du réacteur rempli (tube de combustion). La pyrolyse et l'oxydation de l'échantillon s'y produisent grâce au catalyseur dans le débit de gaz porteur. Le gaz porteur sert simultanément d'oxydant.



R - substance comportant du carbone

Le gaz de mesure est refroidi dans un serpentin et l'eau de condensation est séparée du gaz de mesure dans le réceptacle de condensat TIC suivant. Une fois les gaz corrosifs séchés et disparus, le gaz de mesure CO_2 est amené au détecteur NDIR ou le NO est amené au détecteur NO.

Le carbone inorganique est déterminé par injection d'une partie aliquote de l'échantillon dans le réacteur TIC acide et par éjection du CO_2 formé au moyen du détecteur NDIR.

La concentration de CO_2 et du NO est détectée plusieurs fois par seconde. Une intégrale est formée à partir de cette suite de signaux. L'intégrale est proportionnelle à la concentration du carbone ou de l'hydrogène dans la solution de mesure. Une fonction d'étalonnage prédéterminée permet alors le calcul du carbone ou de l'azote dans l'échantillon.

3.4 Procédé de mesure

Le logiciel de commande et d'évaluation multiWin permet de combiner la détermination de plusieurs paramètres.

3.4.1 Analyse TC

TC : Total Carbon (carbone total)

Durant l'analyse TC, la totalité du carbone contenu dans l'échantillon est saisie, à la fois le carbone organique et inorganique lié.

L'échantillon est automatiquement dosé dans le tube de combustion, il est attaqué et le dioxyde de carbone formé est détecté.

Parallèlement à la détection TC, la détection TN_b est possible.

3.4.2 Analyse de TOC

TOC : Total Organic Carbon (carbone organique total)

Lors de l'analyse TOC, le carbone organique lié total contenu dans l'échantillon est saisi.

La détermination TOC a lieu dans l'analyseur selon la méthode différentielle, que l'on peut décrire par l'équation suivante.

$$TOC = TC - TIC$$

TOC - Carbone organique total

TC - Carbone total

TIC - Carbone inorganique total

À partir du même échantillon sont déterminés le TIC et le TC l'un après l'autre en deux mesures distinctes. La différence arithmétique correspond au TOC. Le procédé différentiel permet de saisir aussi bien les composés organiques du carbone volatils que non volatils.

L'analyse de TOC peut être utilisée quand l'échantillon contient des substances organiques faciles à éjecter comme le benzène, le cyclohexane, le chloroforme, etc. Si la teneur en TIC de l'échantillon est nettement supérieure à sa teneur en TOC, ne pas utiliser l'analyse TOC.

Parallèlement à la détection TOC, la détection TN_b est possible.

3.4.3 Analyse TIC

TIC : Total Inorganic Carbon (carbone inorganique total)

Lors de l'analyse TIC, le carbone inorganique total des carbonates et des hydrogencarbonates ainsi que le CO_2 dissous sont déterminés.

Les cyanures, cyanates, isocyanates et particules de carbone ne sont pas détectés.

Pour déterminer le carbone inorganique (TIC), une partie aliquote de l'échantillon est dosée et attaquée avec l'acide phosphorique dans le réacteur TIC. Le CO_2 est éjecté et détecté.

3.4.4 Analyse NPOC

NPOC : Non-purgeable Organic Carbon (carbone organique non-évacuable total)

Lors de l'analyse NPOC, le carbone organique total non évacuable contenu dans l'échantillon est saisi.

L'échantillon est acidifié en dehors de l'analyseur à l'acide (HCl (2 mol/l)) d'un taux de pH de <2. Le CO₂ formé est évacué par voie externe, par exemple dans le distributeur d'échantillon. Enfin, l'analyseur détermine le carbone restant dans l'échantillon.

Avec le CO₂ sont également évacués les composés organiques très volatils. L'analyse NPOC ne doit donc pas être utilisée si l'échantillon contient des substances organiques très volatiles.

Analyse NPOC par la méthode NPOC plus

Cette méthode a été particulièrement développée pour la détermination de faibles teneurs en TOC dans des échantillons à teneur élevée en TIC ou contenant une grande quantité de CO₂ dissous. D'une manière générale, on recommande l'analyse NPOC pour ce type d'échantillons. En cas de teneur en TIC élevée ou, surtout, inconnue, une durée relativement longue (t > 10 min) est néanmoins nécessaire pour l'évacuation complète du CO₂. C'est pourquoi le carbone inorganique lié est évacué par voie externe dans le cadre de cette méthode.

En termes de processus, la méthode NPOC plus est une combinaison de la méthode NPOC et la méthode différentielle.

L'échantillon est acidifié comme dans l'analyse NPOC en dehors de l'analyseur (pH <2). Immédiatement avant l'analyse de l'échantillon, la plus grande partie du dioxyde de carbone formé est évacuée à l'extérieur. Ensuite, le carbone organique (TOC) est déterminé à partir de l'échantillon ainsi préparé selon la méthode différentielle.

La valeur TIC déterminée selon cette méthode n'est qu'une valeur arithmétique et n'a pas de pertinence analytique.

Les substances organiques très volatiles sont également évacuées durant la préparation des échantillons et ne sont pas déterminées avec les autres.

Parallèlement à la détection NPOC et NPOC plus, la détection TN_p est possible.

3.4.5 Analyse de DOC

DOC : Dissolved Organic Carbon (carbone organique dissous)

Lors de l'analyse de DOC, le carbone organique déterminé qui reste dans le filtrat après la filtration de l'échantillon. Le filtre présente une dimension de pores typique de 0,45 µm.

L'échantillon est filtré en dehors de l'analyseur, puis analysé comme un échantillon TOC.

3.4.6 Analyse POC

POC : Purgeable Organic Carbon (carbone organique éjectable)

Lors de l'analyse POC, la totalité du carbone organique évacuable est saisie. À des taux de pH faibles, des parties du carbone inorganique (carbonates, bicarbonates) sont également converties en CO₂. En plus des composants organiques volatils, le CO₂ est soufflé hors de l'échantillon.

Pour déterminer le carbone organique purgeable, une aliquote de l'échantillon est transférée vers le module POC en option. Dans le module POC, un gaz porteur souffle les composants volatils hors de l'échantillon.

Les composants soufflés sont passés à travers un tube adsorbeur. Le tube adsorbeur lie le CO₂ au mélange gazeux et sépare ainsi le carbone inorganiquement lié. Les composés organiques volatils passent par le tuyau. Ils sont acheminés vers l'analyseur et y sont oxydés. Le CO₂ est détecté.

3.4.7 Analyse

TN_b : Total Nitrogen bound (azote total lié)

La teneur des composés azotés dans les échantillons aqueux peut être déterminée dans l'analyseur. Dans les échantillons environnementaux, il peut s'agir de sels d'ammonium, de nitrites et de nitrates, dans les échantillons pharmaceutiques, il peut s'agir d'acides aminés et de protéines.

Lors de l'oxydation thermocatalytique, des oxydes d'azote peuvent se produire et peuvent être déterminés au choix par un détecteur à luminescence chimique (CLD) ou un détecteur électrochimique (ChD).

3.5 Catalyseurs

En tant que vecteur d'oxygène, le catalyseur soutient la combustion des échantillons. En tant que catalyseur, des solides, actifs catalytiquement dans la plage de température 700 ... 950 °C, peuvent être utilisés.

Le catalyseur au platine est utilisable de manière universelle sur toute la plage de travail pour la détermination du carbone et de l'azote. Il fonctionne de manière optimale avec une température de réaction de 800 °C. Grâce à sa faible valeur à blanc, le catalyseur permet une analyse fiable et précise de faibles teneurs en carbone et en azote. Le catalyseur fonctionne également efficacement pour l'analyse des eaux très chargées.

Afin de minimiser l'usure, il est conseillé de réduire la température du four à des températures inférieures au point de fusion des sels si la matrice de sel est élevée (par exemple eau de mer).

Autrement, un catalyseur de CeO₂ peut être utilisé avec une température de réaction de 850 °C.

3.6 Étalonage

3.6.1 Stratégies d'étalonnage

Étalonnage multipoints à volume d'échantillon constant

L'étalonnage multipoint avec un volume de dosage constant et plusieurs étalons de différentes concentrations convient à de nombreuses applications.

La plage d'étalonnage peut comprendre une grande plage de concentration et doit être déterminée en fonction des concentrations d'échantillon attendues. Plusieurs étalons seront mesurés au moyen de la méthode sélectionnée.

Étalonnage multipoints à concentration constante

Il est de plus possible d'effectuer un étalonnage multipoints avec des volumes de dosage variables et une concentration constante. Cette stratégie d'étalonnage est particulièrement intéressante pour les mesures en cas de très faibles concentrations (<1 mg/l) comme dans l'industrie pharmaceutique.

Préparer uniquement une solution étalon pour la plage d'étalonnage. L'analyseur mesure alors différents volumes de cet étalon. S'assurer que le volume d'échantillon le plus faible ne soit pas être inférieur à 2 ml.

Vérifier l'étalonnage à l'aide d'un deuxième étalon préparé indépendamment afin d'éliminer les erreurs dans la préparation de l'étalon.

Pour les mesures dans la plage des faibles concentrations (<10 mg/l), tenir compte de la valeur à blanc de l'eau de préparation.

Étalonnage monopoint

Pour les faibles concentrations TOC comme dans l'industrie pharmaceutique, l'étalonnage monopoint est une très bonne solution. Il est très avantageux que la valeur à blanc de l'appareil soit faible et que le détecteur NDIR mesure de manière linéaire sur une large plage de concentration.

Procéder comme suit pour minimiser les erreurs lors de la préparation manuelle de l'étalon :

- Préparer 3 étalons de même concentration.
- Mesurer ces étalons.
- Déterminer la courbe d'étalonnage à partir de la moyenne des résultats.

Tenir compte de la valeur à blanc de l'eau de préparation pour l'étalonnage monopoint.

3.6.2 Facteur journalier

Grâce au facteur journalier, il est possible de contrôler et de corriger l'étalonnage avec une solution étalon. Le logiciel multiplie tous les résultats de mesure suivants par ce facteur.

Le facteur journalier F est calculé au moyen de l'équation suivante :

$$F = c_{\text{consigne}} / c_{\text{réel}}$$

3.6.3 Procédé d'étalonnage

Vous pouvez étalonner chaque paramètre (TC, COT, TIC, etc.) d'une méthode dans le logiciel multiWin. Cependant, vous ne devez pas nécessairement étalonner tous les paramètres.

Vous pouvez enregistrer jusqu'à trois fonctions d'étalonnage pour différentes plages de concentration pour chaque paramètre d'une méthode. Le logiciel attribue automatiquement les résultats de mesure à la plage d'étalonnage correcte.

Le logiciel détermine la fonction d'étalonnage en fonction de la masse m par échantillon à injecter. Il détermine les fonctions d'étalonnage linéaires ou carré selon les équations suivantes par calcul de régression :

$$\text{Fonction d'étalonnage linéaire : } c = (k_1 \times I_{\text{Net}} + k_0) / V$$

$$\text{Fonction d'étalonnage carré : } c = (k_2 \times I_{\text{Net}}^2 + k_1 \times I_{\text{Net}} + k_0) / V$$

C : Concentration théorique de l'étalon

V : Volume d'échantillon

I_{Net} : Intégrale nette

k_0, k_1, k_2 : Coefficients d'étalonnage

L'intégrale nette est l'intégrale brute corrigée de la valeur à blanc de l'eau de préparation. Vous pouvez définir le type de régression (linéaire ou carré). Il est possible de sélectionner des points ou valeurs de mesure isolés pour le calcul de l'étalonnage actuel (sélection manuelle des défauts). Si nécessaire, vous pouvez déterminer une nouvelle fois des étalons isolés ou ajouter des points de mesure supplémentaires de l'étalonnage.

Jusqu'à 20 points d'étalonnage peuvent être utilisés, avec une détermination au décuple par point d'étalonnage. La détermination de la fonction d'étalonnage peut se faire soit à partir des valeurs moyennes des mesures répétées ou soit à partir de toutes les déterminations isolées.

TC/NPOC

Le canal TC est étalonné, directement pour le paramètre TC et après évacuation de l'échantillon pour le paramètre NPOC.

En ce sens, ce qui suit s'applique : la concentration c_{TC} est proportionnelle à l'intégrale I_{TC} : $c_{\text{TC}} = f(I_{\text{TC}})$.

CIT

Le canal TN est étalonné.

Ce qui suit s'applique : $c_{\text{TIC}} = f(I_{\text{TIC}})$

Les paramètres déterminés apparaissent dans la méthode dans le canal d'analyse TIC. Les résultats de la mesure sont calculés d'après la fonction d'étalonnage déterminée.

TOC

Le TOC est déterminé selon le procédé différentiel (TOC Diff). D'une manière générale, des fonctions d'étalonnage séparées sont utilisées par les canaux TC et TIC.

Le calcul des résultats de l'analyse a lieu selon les fonctions d'étalonnage déterminées pour TC et TIC. La teneur en TOC est alors obtenue avec l'équation suivante :

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

Les paramètres apparaissent dans la méthode dans les canaux d'analyse TIC et TC.

Les paramètres TC et TIC peuvent être étalonnés simultanément. L'utilisation de solutions étalons mixtes comme le carbonate/l'hydrogénocarbonate et le phtalate d'hydrogène de potassium ou saccharose est recommandée.

Les canaux TIC et TC peuvent également être étalonnés successivement avec des solutions étalons distinctes. Ceci n'est intéressant que pour étalonner différentes plages de concentration pour les canaux TC et TIC.

NPOC plus

La méthode NPOC plus est étalonnée comme la méthode TOC (diff.). Avant l'analyse, le TIC doit être éjecté jusqu'à ce que la méthode différentielle soit intéressante.

Déroulement de procédure :

- Étalonnage distinct des canaux TIC et TC
- Mesure d'échantillons et calcul des résultats de l'analyse via le logiciel
 - Évacuation de l'échantillon acidifié (3 ... 5 min)
 - Détermination du TIC restant avec la courbe d'étalonnage
 - Détermination du TC avec la courbe d'étalonnage
 - Détermination du TOC à partir de la différence de TC et TIC

L'étalonnage selon la matrice se rapproche le plus d'échantillons réels. Pour ce faire, ajouter suffisamment de carbonate aux solutions étalons jusqu'à ce qu'elles atteignent une teneur TIC similaire à celle des échantillons.

TNb

On étalonne le canal TN. Ce qui suit s'applique à la fonction d'étalonnage déterminée : $c_{\text{TN}} = f(I_{\text{TN}})$.

Les paramètres déterminés apparaissent dans la méthode dans le canal d'analyse TN.

3.6.4 Caractéristiques du procédé

Écart-type résiduel	L'écart-type résiduel (variance résiduelle) exprime la dispersion des valeurs intégrales autour de la fonction de régression (précision de la régression).
Écart par défaut du procédé	L'écart-type de procédé décrit de manière claire et générale la qualité de l'étalonnage. Pour évaluer la qualité d'un étalonnage de manière fiable, utiliser l'écart par défaut résiduel.
Coefficient de variation du procédé	Le coefficient de variation du procédé (écart-type de procédé relatif) sera utilisé pour comparer différents étalonnages avec différentes plages d'étalonnage.
Coefficient de corrélation	Le coefficient de corrélation compare la dispersion des points de mesure d'étalonnage de la fonction de régression avec la dispersion totale de l'étalonnage. Si tous les points de mesure d'étalonnage sont sur la fonction de régression calculée, alors le coefficient de corrélation est +1 ou -1. Avec des coefficients de corrélation positifs, la fonction de régression croît et avec des coefficients de corrélation négatifs, elle décroît.
Coefficient de détermination	Le carré du coefficient de corrélation est défini comme coefficient de détermination.
Limite de détection	La limite de détection de l'étalonnage donne la concentration minimum pouvant être distinguée qualitativement du point zéro avec une vraisemblance prédéfinie. La limite de détection doit dans tous les cas être inférieure au point de mesure d'étalonnage le plus bas.
Limite de saisie	La limite de saisie d'étalonnage indique la concentration minimale pour laquelle une détection est possible avec une vraisemblance prédéfinie.
Limite de quantification	La limite de détermination de l'étalonnage indique la concentration minimum pouvant être distinguée quantitativement du point zéro avec une vraisemblance prédéfinie.

3.6.5 Autres calculs

Pour toutes les mesures pour lesquelles sont effectuées des injections multiples, la valeur moyenne (MW), l'écart par défaut (SD) et le coefficient de variation (VK) sont calculés et affichés. On ne peut pas effectuer plus d'une détermination au décuple par échantillon.

Sélection des défauts	<p>Le logiciel de commande et d'évaluation peut sélectionner le défaut automatiquement. Pour ce faire, l'utilisateur peut saisir une limite maximale pour le coefficient de variation ou pour l'écart par défaut dans la méthode.</p> <p>L'analyseur effectue le nombre minimum de mesures convenu dans la méthode. Si la dispersion des valeurs mesurées est supérieure à la valeur maximale définie (SD ou VK), de nouvelles injections de cet échantillon ont lieu jusqu'à ce que le nombre maximum prédéfini de mesures soit atteint.</p> <p>Après chaque mesure, le logiciel détermine le coefficient de variation et l'écart par défaut pour toutes les combinaisons des valeurs mesurées. Quand le coefficient de variation ou l'écart par défaut d'au moins une combinaison est inférieur à la valeur maximale indiquée, aucune mesure n'a lieu.</p>
-----------------------	--

Le logiciel détermine le résultat de l'analyse à partir de la combinaison des valeurs mesurées avec le plus petit coefficient de variation ou le plus petit écart par défaut. Les mesures non utilisées sont considérées comme des défauts et supprimées.

Si l'on détermine le carbone et l'azote en parallèle, la sélection des défauts se fait séparément pour chaque paramètre.

Moyenne

La valeur moyenne du résultat final est calculée à partir des concentrations déterminées pour les déterminations individuelles, une fois le défaut éliminé.

3.7 Valeurs à blanc

3.7.1 Valeurs à blanc de l'eau

Valeur à blanc de l'eau de préparation

En particulier pour des mesures effectuées avec des concentrations TOC faibles (dans la plage $\mu\text{g/l}$), la teneur en TOC de l'eau destinée à préparer des solutions étalons doit être prise en compte. La concentration de la solution étalon et la valeur à blanc TOC de l'eau de préparation sont souvent du même ordre de grandeur. Cette valeur à blanc peut être prise en compte dans le cadre de l'étalonnage.

La teneur en TOC de l'eau de préparation est mesurée séparément avant l'étalonnage. Le logiciel soustrait ensuite l'intégrale moyenne déterminée pour l'eau de préparation pour chaque point de mesure de l'étalonnage de l'intégrale brute déterminée.

$$I_{\text{Net}} = I_{\text{Brut}} - I_{\text{Eau de préparation}}$$

Le logiciel détermine la fonction d'étalonnage à partir des intégrales nettes. Sur le plan mathématique, cela correspond à un déplacement parallèle des droites d'étalonnage.

Le logiciel prend en compte la valeur à blanc de l'eau de préparation également lors de la détermination du facteur journalier.

Valeur à blanc de dilution

Si l'échantillon doit être dilué, la valeur à blanc de l'eau de dilution est intéressante. Cette valeur peut être déterminée séparément ou saisie manuellement dans le logiciel. Le logiciel prend en compte la valeur à blanc de dilution lors du calcul de la concentration d'échantillons dilués.

Avec le temps, la valeur à blanc de dilution peut changer et doit de nouveau être déterminée avant de commencer une série de mesures. Autrement, le logiciel utilise la dernière valeur.

La valeur à blanc de dilution est toujours indiquée de manière normalisée dans le logiciel à partir d'un volume de 1 ml.

Utilisation de la valeur à blanc de dilution

Le logiciel calcule pour chaque mesure sur la base de la valeur à blanc de dilution, du volume d'échantillons utilisé et du rapport de dilution l'intégrale de l'eau de dilution réelle (I_{vdBW}). Le logiciel soustrait ensuite l'intégrale de l'eau de dilution (I_{vdBW}) de l'intégrale brute déterminée expérimentalement (I_{Roh}).

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

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

V_{dBW} : Valeur à blanc de dilution

$V_{\text{Échantillon}}$: Volume d'échantillon

I_{eff} : Intégrale effective

N_{p} : Nombre d'unités de l'échantillon primaire

N_{v} : Nombre d'unités de dilution

	I_{Roh} : Intégrale effective I_{VdBW} : Intégrale de l'eau de dilution
Indication de la dilution	<p>Proportion de l'échantillon primaire : dans les proportions totales (p. ex. 10 parts dans 100 parts).</p> <p>Cela signifie qu'à 10 ml d'échantillon primaire, on a ajouté de l'eau de dilution jusqu'à 100 ml de volume total.</p> <p>Pour un rapport de dilution de 1:1, on obtient $I_{VdBW} = 0$</p>
Calcul de la concentration d'échantillon	<p>Dans le calcul de la concentration d'échantillon c, on doit prendre en compte le volume d'échantillon utilisé et le rapport de dilution.</p> $c = m/V_{\text{échantillon}} \times N_V/N_P$ <p>Pour la fonction d'étalonnage linéaire, on obtient alors l'équation suivante :</p> $c = (k_1 \times I_{\text{eff}} + k_0)/V_{\text{échantillon}} \times N_V/N_P$ <p>Lorsque l'utilisateur dilue un échantillon et saisit le rapport de dilution dans le logiciel, le logiciel calcule automatiquement la concentration de l'échantillon primaire non dilué et l'indique dans le rapport d'analyse.</p>

3.7.2 Valeur à blanc d'éluat

La valeur à blanc d'éluat est une valeur à blanc spéciale pour les échantillons utilisés pour valider le degré de pureté ou pour la production d'éluat. Elle correspond à la teneur en TOC de l'eau extra-pure utilisée par exemple pour l'extraction / élution de tampons.

La valeur à blanc d'éluat est un paramètre de méthode fixe. L'utilisateur peut activer ou désactiver la valeur à blanc d'éluat dans la méthode. Il peut éventuellement déterminer la valeur à blanc d'éluat séparément et la saisir manuellement dans le logiciel.

Avec le temps, cette valeur à blanc peut changer et elle doit donc de nouveau être déterminée avant de commencer une série de mesures. Autrement, le logiciel utilise la dernière valeur.

La valeur à blanc d'éluat est toujours indiquée de manière normalisée dans 1 ml.

La valeur à blanc d'éluat n'est pas prise en compte lors de la réalisation de l'étalonnage. L'étalonnage a lieu avec les solutions étalons habituelles en prenant en compte uniquement la valeur à blanc de l'eau de préparation.

Si les échantillons sont mesurés avec une méthode dite d'éluat, le logiciel soustrait automatiquement l'intégrale de la valeur à blanc de l'intégrale de la mesure de l'échantillon.

$$I_{\text{eff}} = I_{\text{Brute}} - I_{\text{Valeur à blanc d'éluat}}$$

I_{eff} : Intégrale effective

I_{Roh} : Intégrale effective

$I_{\text{Valeur à blanc d'éluat}}$: Valeur à blanc d'éluat

3.7.3 Valeur à blanc de la nacelle

Pour les méthodes pour solides, l'utilisateur peut déterminer la valeur à blanc de la nacelle. Pour ce faire, il amène une nacelle vide ou une nacelle avec des échantillons d'additifs dans le four de combustion et l'analyse.

L'utilisateur peut éventuellement déterminer séparément la valeur à blanc de la nacelle et la saisir dans le logiciel de commande et d'évaluation.

Avec le temps, cette valeur à blanc de la nacelle peut changer et elle doit de nouveau être déterminée avant de commencer une série de mesures. Autrement, le logiciel utilise la dernière valeur.

3.8 Test d'adéquation du système

Dans l'industrie pharmaceutique, les tests d'adéquation du système servent à valider des méthodes d'analyse et des appareils afin de documenter l'adéquation du procédé choisi.

Pour l'analyse TOC dans la plage d'eau extra-pure à des fin pharmaceutiques, par exemple WFI (eau pour injections), le taux de récupération d'un composé difficile à oxyder est déterminé en comparaison avec un composé facile à oxyder.

Les étalons et leurs concentrations sont définis dans les pharmacopées, par exemple dans la pharmacopée européenne ou dans l'USP (United States Pharmacopeia). Le saccharose y est défini comme composé facile à oxyder et la p-benzoquinone comme composé difficile à oxyder. Le rapport entre le taux de récupération de la p-benzoquinone et le taux de récupération du saccharose doit se situer dans la plage du 85 ... 115 %. Seule la procédure sélectionnée est adaptée.

Procédure :

- ▶ Préparer une solution de référence à partir de saccharose et d'eau TOC avec une concentration de 500 µg/l. Cela correspond à une concentration de 1,19 mg/l de saccharose.
- ▶ Préparer une solution de p-benzoquinone et d'eau TOC pour l'examen de l'adéquation du système qui présente également une concentration de 500 µg/l. Cela correspond à une concentration de 0,75 mg/l de p-benzoquinone.
- ▶ Déterminer la concentration TOC de la solution de référence, de la solution de nettoyage du système et de l'eau TOC dans le mode choisi (méthode directe ou différentielle).

L'efficacité du système en pourcentage se calcule à partir de la formule suivante :

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

E : Efficacité du système en %

r_s : TOC de la solution de référence (saccharose)

r_{ss} : TOC de la solution de nettoyage du système (p-Benzoquinone)

r_w : TOC de l'eau TOC utilisée (valeur à blanc de l'eau de préparation)

4 Installation et mise en service

4.1 Conditions d'installation

4.1.1 Conditions ambiantes

- Cet appareil de laboratoire est prévu pour une utilisation à l'intérieur.
- Éviter d'exposer l'appareil au rayonnement direct du soleil et à la chaleur des radiateurs. Si nécessaire, prévoir une climatisation de pièces.
- Le lieu d'installation doit être exempt de courants d'air, de poussière et de vapeurs corrosives.
- L'air ambiant doit être aussi pauvre en TOC et NO_x que possible.
- Éviter les chocs mécaniques et les vibrations.
- Ne pas placer l'appareil à proximité de sources d'interférences électromagnétiques.
- Placer l'appareil sur une surface résistante à la chaleur et aux acides.
- Placer l'appareil de manière à ce qu'il soit accessible de tous les côtés.
- Gardez les fentes de ventilation libres et ne les bloquez pas avec d'autres appareils.

Les conditions climatiques dans la pièce d'utilisation doivent satisfaire aux exigences suivantes :

Température de fonctionnement	+10 ... 35 °C (air conditionné recommandé)
Humidité maximale	90 % avec 30 °C
Pression atmosphérique	0,7 ... 1,06 bar
Température de stockage	5 ... 55 °C
Humidité ambiante de stockage	10 ... 30 % (Utiliser un dessiccant)
Altitude (maximale)	2000 m

4.1.2 Disposition des appareils et encombrement

L'appareil de base et ses modules ont été conçus comme des appareils de table. L'encombrement résulte de tous les composants du poste de mesure.

Autres éléments du poste de mesure :

- Le PC, l'écran et l'imprimante peuvent être posés sur une petite table.
- Un conteneur de déchets résistant aux acides est placé sur ou sous la table.
- Les distributeurs d'échantillons AS 10e et AS 21hp sont montés sur la paroi latérale droite de l'appareil de base. Les distributeurs d'échantillons peuvent autrement être placés à côté de l'appareil.
- Les distributeurs d'échantillons AS vario, AS vario ER et EPA Sampler doivent être placés à gauche de l'appareil.
Sur le modèle multi N/C pharma HT, ces distributeurs d'échantillons doivent être placés à droite de l'appareil.
- Le détecteur d'azote CLD est installé à droite de l'appareil de base.
Sur le modèle multi N/C pharma HT, le détecteur d'azote doit être placé à gauche de l'appareil.
- Le détecteur d'azote ChD (env. 0,5 kg) est installé dans l'appareil de base.
- Le module pour solides intégré Swab-Test Module est monté sur la paroi latérale gauche de l'appareil de base.
- Le HT 1300 et le module pour solides TIC manuel sont placés à droite de l'appareil de base. Le module pour solides HT 1300 peut être installé avec la face avant ou avec le côté gauche tourné vers l'avant.

- Le distributeur d'échantillons solides FPG 48 est placé devant le module pour solides HT 1300.

Composants	Dimensions (largeur x hauteur x profondeur)	Poids
Appareil de base	513 x 464 x 550 mm	30 kg
Système de mesure modulaire multi N/C 3100 duo (appareil de base + distributeur d'échantillons AS vario ER + module pour solides HT 1300 distributeur d'échantillons FPG 48)	2215 x 550 x 650 mm (au moins)	85 kg
Distributeur d'échantillons AS 10e	260 x 390 x 320 mm	4,5 kg
Distributeur d'échantillons AS 21hp	260 x 390 x 320 mm	4,5 kg
distributeur d'échantillons AS vario, AS vario ER	350 x 470 x 400 mm	15 kg
EPA Sampler	500 x 560 x 400 mm	15 kg
Détecteur d'azote CLD	300 x 470 x 550 mm	12,5 kg
Swab-Test Module	300 x 80 x 80 mm	3 kg
Module pour solides HT 1300	510 x 470 x 550 mm	22 kg
Distributeur d'échantillons FPG 48	500 x 460 x 650 mm	20 kg
Module pour solides CIT manuel	300 x 470 x 550 mm	10 kg

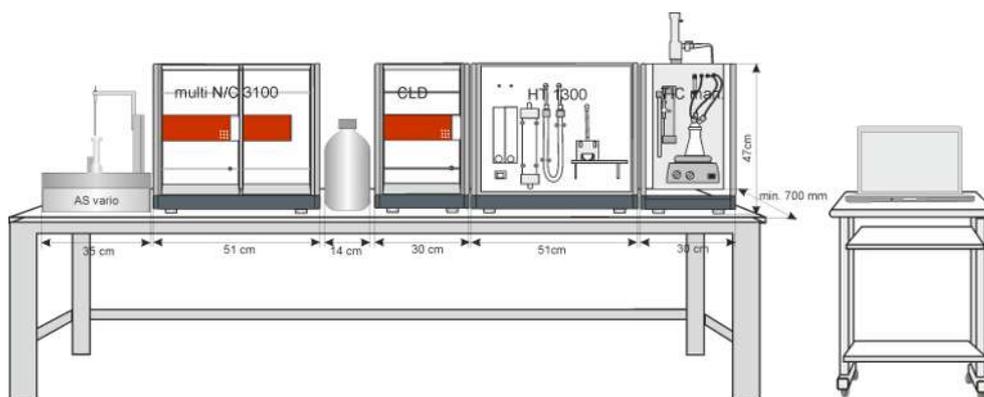


Fig. 19 Espace requis pour le multi N/C 3100 avec les modules

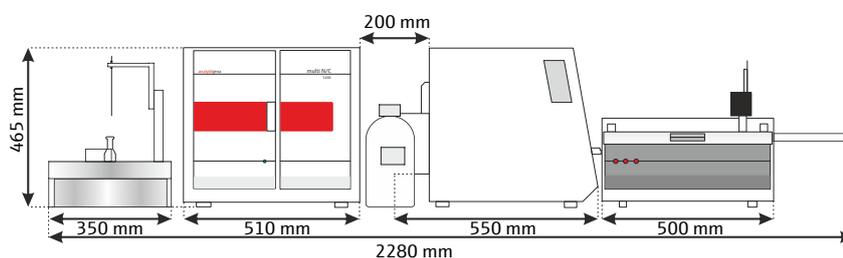


Fig. 20 Encombrement du système de mesure modulaire multi N/C 3100 duo

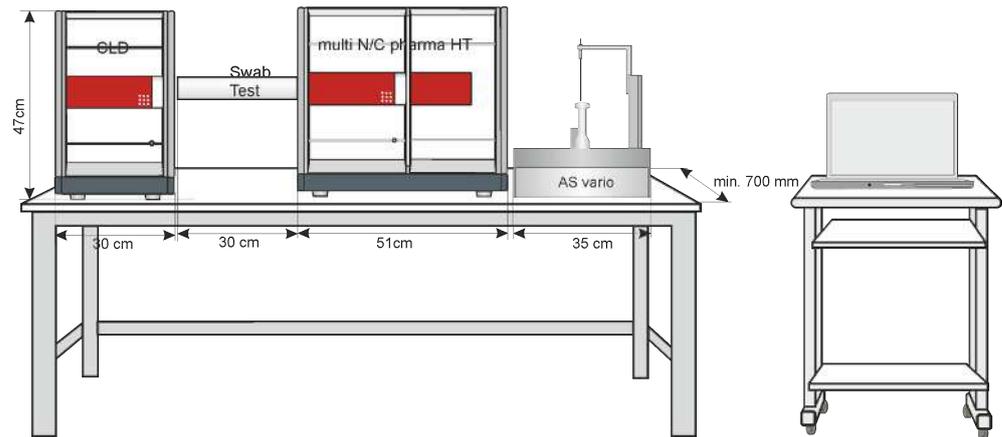


Fig. 21 Espace requis pour le multi N/C pharma HT avec les modules

4.1.3 Alimentation en énergie



AVERTISSEMENT

Tension électrique dangereuse

- L'appareil peut uniquement être raccordé à une prise électrique correctement mise à la terre, conformément à l'indication de tension sur la plaque signalétique.
- Ne pas utiliser d'adaptateur dans la ligne d'alimentation.

L'appareil est raccordé au courant alternatif monophasé.

L'installation du système électrique du laboratoire doit être conforme à la norme DIN VDE 0100. Le point de raccordement doit fournir un courant électrique conforme à la norme IEC 60038.

4.1.4 Alimentation en gaz

L'exploitant est responsable de l'alimentation en gaz avec les raccords et les détendeurs correspondants.

Le tuyau de raccordement est livré :

- Diamètre extérieur 6 mm
- Diamètre intérieur 4 mm

4.2 Déballage et mise en place de l'appareil

L'appareil est livré par le transporteur directement sur son site d'installation définitif. À la livraison par le transporteur, veiller à ce que soit présente une personne responsable de l'installation de l'appareil.

Il est indispensable que toutes les personnes prévues pour utiliser l'appareil soient présentes pour recevoir les consignes du technicien de maintenance.

Cet appareil ne peut être mis en place, installé et réparé par le service après-vente d'Analytik Jena ou par les personnes autorisées par Analytik Jena.

Lors de l'installation et de la mise en service de votre appareil, observez les remarques indiquées dans la section « Consignes de sécurité ». Le respect de ces consignes de sécurité est la condition préalable requise pour assurer l'installation correcte et le bon fonctionnement de votre poste de mesure. Observez tous les avertissements et toutes les remarques apposés directement sur l'appareil ou affichés par le logiciel de commande et d'évaluation.

Pour un fonctionnement sans problème, veuillez vous assurer que les conditions de mise en place sont respectées.

4.2.1 Mise en place de l'analyseur et mise en service

Après la première mise en service, vous aurez peut-être besoin d'à nouveau transporter ou de stocker l'appareil. Vous pouvez remettre l'analyseur sous tension comme suit. Analytik Jena recommande toujours une installation par le service client.

- ▶ Retirer avec précaution l'appareil de base, les accessoires et les appareils supplémentaires de l'emballage de transport. Conserver l'emballage de transport pour un transport ultérieur !
- ▶ Placer l'analyseur à l'endroit prévu à cet effet.
- ▶ Retirer les bandes adhésives des portes et parois latérales.
- ▶ Retirer les restes de ruban adhésif du couvercle supérieur. Retirer le cache supérieur.
- ▶ Ouvrir la paroi latérale de gauche :
 - Dévisser les quatre vis de fixation. les vis ne pouvant être perdues et restant dans la paroi.
 - Débrancher le conducteur de protection. Déposer la paroi latérale de manière sûre.
- ▶ Retirer tous les restes de ruban adhésif et les sacs de protection.
- ▶ Monter le four à combustion.
- ▶ Monter le serpentin de condensation à l'intérieur de l'appareil.
- ▶ Remplir le tube de combustion. Insérer le tube de combustion dans le four de combustion.
- ▶ Rouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur :
 - Enficher le conducteur de protection sur la paroi latérale.
 - Visser d'abord les vis sur la face inférieure et ensuite sur la face supérieure. Serrer les vis.
- ▶ Ouvrir les portes avant.
- ▶ Monter le piège à halogènes et les pièges à eau.
- ▶ Monter le réceptacle de condensat TIC sur la face avant.

- ▶ Connecter les canules aux tuyaux AA et 7. Serrer à la main les connexions Finger-tight.
- ▶ Replacer le recouvrement supérieur du four.
- ▶ Placer le flacon de réactifs avec le bac collecteur dans l'analyseur.
- ▶ Fermer les portes de l'analyseur.
 - ✓ L'appareil est installé.

Voir également

- 📄 Maintenance et entretien [▶ 90]

4.2.1.1 Raccordement de l'analyseur

Les raccords secteur et les raccords de matériaux se trouvent sur la face arrière de l'analyseur.

Un schéma figurant au milieu indique les différents raccords.



Fig. 22 Verso de l'appareil

- | | |
|---|--|
| 1 Interrupteur principal « power switch » | 2 Coffret du fusible « FUSE » |
| 3 Raccordement au réseau « main plug » | 4 Raccordement de gaz "analyte" |
| 5 Raccordement de gaz "pump" | 6 Raccordement de gaz "CLD" |
| 7 Pont pour le raccordement de gaz du module POC | 8 Raccordement pour gaz porteur "O ₂ /Air" |
| 9 Raccord du module POC (en option) | 10 Raccord du fil neutre sur le distributeur d'échantillons |
| 11 Déchets "waste" | 12 Interface RS 232 pour le distributeur d'échantillon "sampler" |
| 13 Interface RS 232 pour CLD et modules pour solides "CLD/HT" | 14 Interface USB 2.0 "PC" |

Effectuer le branchement sur le secteur



REMARQUE

Risque d'endommagement du système électronique sensible

- Toujours éteindre l'appareil et les composants avant de les raccorder au secteur.
- Toujours éteindre l'appareil avant de brancher ou débrancher les câbles de raccordement électrique entre l'appareil et les composants système.



REMARQUE

Dommages causés à l'électronique par la condensation

Des différences de température plus importantes peuvent entraîner la formation de condensation, ce qui peut endommager l'électronique de l'appareil.

- Après un stockage ou un transport dans un environnement plus froid, laisser l'appareil s'acclimater à la température ambiante pendant au moins une heure avant de l'allumer.

- ▶ Connecter le câble de raccordement au raccord secteur au dos de l'analyseur.
- ▶ Brancher la fiche secteur dans une prise de courant mise à la terre.
- ▶ Ne pas encore mettre l'appareil sous tension.

Raccordement des gaz

Ils sont responsables pour la mise à disposition du raccordement du gaz dans le laboratoire. S'assurer que la pression d'admission au réducteur de pression est comprise entre 400 ... 600 kPa.

- ▶ Raccorder le gaz porteur. Raccorder pour cela le tuyau de raccordement sur le détendeur de l'alimentation ren gaz.
- ▶ Raccorder le tuyau de gaz porteur sur le raccord du gaz "O₂/Air" à l'arrière de l'appareil.
 - Insérer pour cela le tuyau dans le raccord rapide.
 - Pour détacher ultérieurement le tuyau, pousser vers l'arrière la bague rouge et tirer le tuyau hors du raccord.

Raccordement des accessoires



AVERTISSEMENT

Risque de brûlure par les acides concentrés

Les acides concentrés sont fortement corrosifs et ont un effet partiellement oxydant.

- Lors de la manipulation des acides concentrés, porter des lunettes de protection et des vêtements de protection. Il faut toujours travailler sous une hotte aspirante.
- Respecter toutes les remarques et spécifications des fiches de données de sécurité.

Raccorder le flacon de réactif et les accessoires comme suit :

- ▶ Raccorder le tuyau de déchet au port "waste" au dos de l'analyseur. Faire passer l'extrémité libre du tuyau dans un collecteur de déchets approprié.

- ▶ Ouvrir les portes avant sur l'analyseur.
- ▶ Remplir le flacon de réactifs pour acide phosphorique (10 %). Placer le flacon avec bac collecteur dans l'analyseur.
- ▶ Raccorder les tuyaux 4 et AC sur le flacon de réactifs pour acide phosphorique.
 - ✓ L'analyseur est mis en service.

4.3 Raccordement des accessoires



REMARQUE

Risque d'endommagement du système électronique sensible

- Toujours éteindre l'appareil et les composants avant de les raccorder au secteur.
- Toujours éteindre l'appareil avant de brancher ou débrancher les câbles de raccordement électrique entre l'appareil et les composants système.

4.3.1 Distributeurs d'échantillons AS 10e et AS 21hp

Distributeur d'échantillons AS 10e

Le distributeur d'échantillons est équipé d'un panier à échantillons rotatif pour 10 coupelles d'échantillons avec un volume de 50 ml. En option, des coupelles d'échantillons avec un volume de 40 ml peuvent également être utilisées.



Fig. 23 Distributeur d'échantillons AS 10e

Le distributeur d'échantillons peut recevoir deux canules. Cela permet au distributeur d'échantillons d'évacuer automatiquement les échantillons pour l'analyse NPOC.

L'échantillon est acidifié lors de l'**analyse NPOC** en dehors de l'analyseur avec un acide dilué à un taux de pH de <2. Le distributeur d'échantillons évacue de l'échantillon les composés organiques volatils ainsi que le CO₂ obtenus à l'aide du gaz porteur. Enfin, l'analyseur détermine le carbone organique restant.

Le distributeur d'échantillons travaille, lors de l'analyse NPOC, de manière **séquentielle** :

- Le distributeur d'échantillons évacue tout d'abord les composés organiques volatils et le CO₂ contenu dans un échantillon.
- Dans un deuxième temps, le distributeur d'échantillons prélève l'échantillon préparé et le transfère à l'analyseur via le tuyau d'aspiration.

Distributeur d'échantillons
AS 21hp

Le distributeur d'échantillons est équipé d'un panier à échantillons rotatif pour 21 coupelles d'échantillons avec un volume de 50 ml. En option, des coupelles d'échantillons avec un volume de 40 ml peuvent également être utilisées.

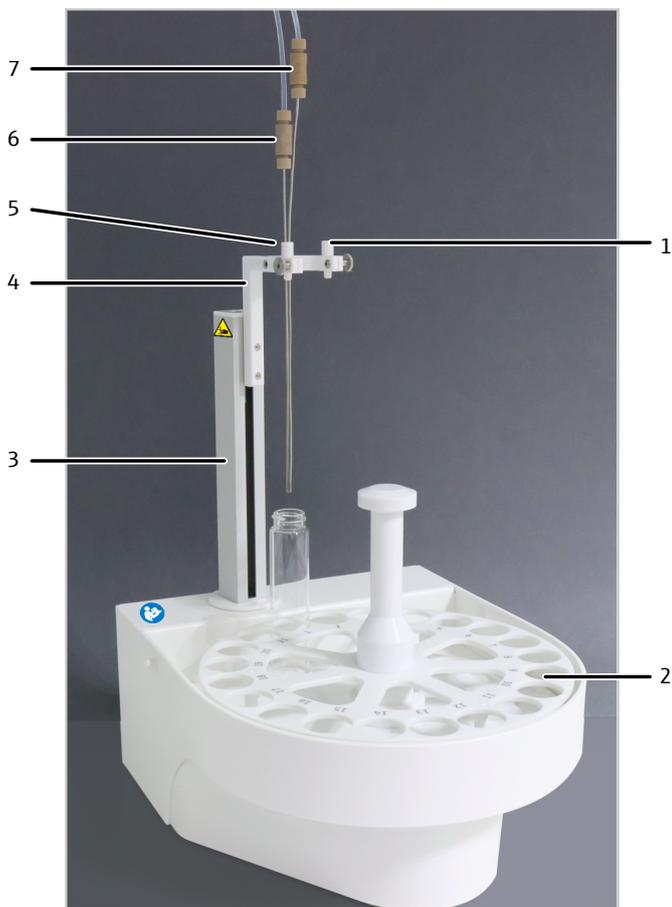


Fig. 24 Distributeur d'échantillons AS 21hp

- | | |
|--|---|
| 1 Douille (avec un trou) pour le support de la canule d'évacuation | 2 Panier à échantillons (rotatif, 21 échantillons) |
| 3 Bras du distributeur d'échantillons avec entraînement Z | 4 Support de canule |
| 5 Douille (avec 2 trous) | 6 Canule d'aspiration d'échantillons avec raccord à vis |
| 7 Canule d'évacuation avec raccord à vis | |

Le distributeur d'échantillons peut recevoir deux canules. Cela permet au distributeur d'échantillons d'évacuer automatiquement les échantillons pour l'analyse NPOC.

Le distributeur d'échantillons est livré avec un support de canule pour deux canules. Les deux canules sont maintenues à distance à l'aide du support. Le distributeur d'échantillons peut ainsi aspirer un échantillon et parallèlement évacuer un deuxième échantillon (**évacuation parallèle**). Le distributeur d'échantillons peut, lors de l'analyse NPOC, travailler en option également de manière séquentielle.

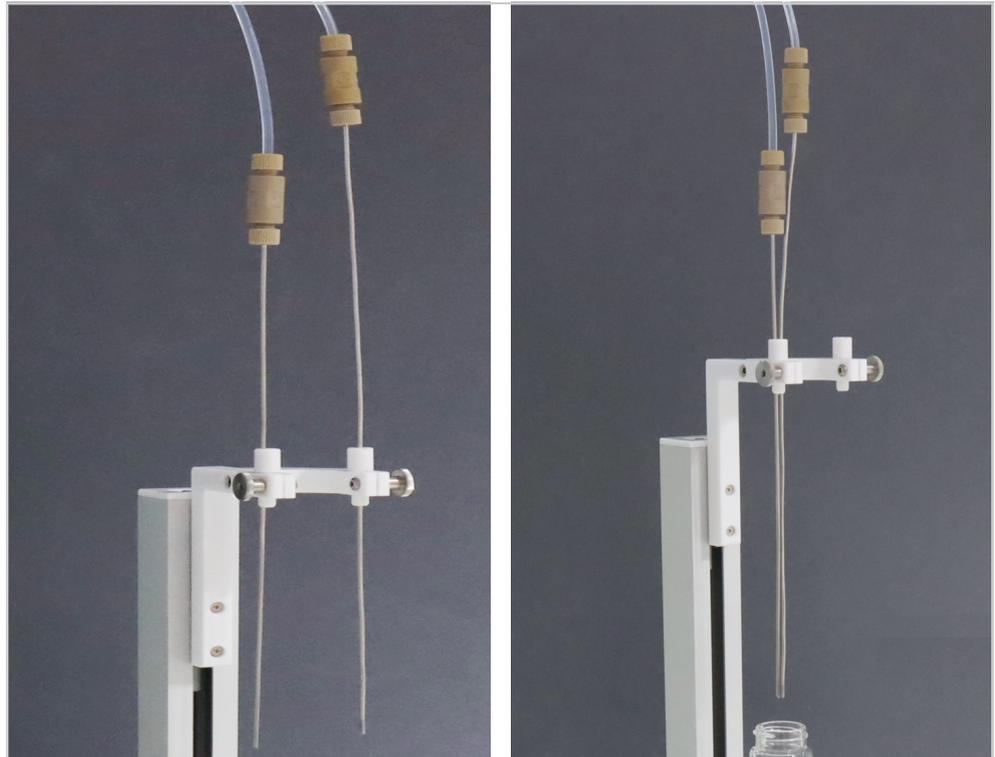


Fig. 25 Évacuation parallèle (à gauche) et évacuation séquentielle (à droite)

Le distributeur d'échantillons dispose d'un agitateur magnétique intégré. L'agitateur magnétique homogénéise automatiquement les échantillons contenant des particules avant le prélèvement des échantillons. Vous pouvez définir la vitesse d'agitation dans le logiciel multiWin dans la méthode sous les paramètres de processus.

Distributeurs d'échantillons en fonctionnement

Les deux distributeurs d'échantillons peuvent être fixés à l'aide du support livré sur le côté droit de l'analyseur. Les distributeurs d'échantillons peuvent autrement être installés à côté de l'analyseur.



Fig. 26 Distributeurs d'échantillons fixés sur l'analyseur à l'aide du support

Le bloc d'alimentation externe alimente les distributeurs d'échantillon avec la tension d'exploitation (24 V DC). Les distributeurs d'échantillons ne disposent d'aucun interrupteur d'alimentation. Le raccord à l'analyseur s'effectue via l'interface RS 232 sur le dessous du distributeur d'échantillons.

Cache (en option)

Un cache est proposé en tant qu'accessoire en option pour les deux distributeur d'échantillons. Le cache protège le compartiment d'échantillons des influences environnementales de l'atmosphère du laboratoire.

4.3.1.1 Mise en place du distributeur d'échantillons et mise en service



ATTENTION

Risque de blessure au niveau des pièces mobiles

La zone de déplacement du bras de prélèvement présente un risque de blessures. Il est par exemple possible de se coincer la main ou le doigt.

- Il faut pour cela maintenir durant le fonctionnement une distance de sécurité par rapport au distributeur d'échantillons.



REMARQUE

Risque de détérioration de l'appareil

Lorsque le fonctionnement du bras de prélèvement est entravé, les entraînements peuvent se détruire.

- Ne pas toucher le bras de prélèvement pendant le fonctionnement.
 - Ne réaliser l'ajustage manuel qu'à l'état hors tension.
-
- ▶ Mettre l'analyseur hors tension avant l'installation du distributeur d'échantillons.
 - ▶ Brancher le conducteur de protection sur le raccord situé au dos de l'analyseur. Connecter le conducteur de protection au raccord sur le dessus du distributeur d'échantillons.
 - ▶ Brancher le câble côté basse tension du bloc d'alimentation sur le raccord sur le dessous du distributeur d'échantillons. Ne pas encore raccorder le bloc d'alimentation au secteur.
 - ▶ Raccorder le distributeur d'échantillons à l'analyseur à l'aide du câble d'interface (interface sur le dessous du distributeur d'échantillons et interface "sampler" à l'arrière de l'analyseur).



Fig. 27 Raccords sur le dessus du distributeur d'échantillons :

- 1 Raccord du câble pour la compensation de potentiel (conducteur de protection)
- 2 Raccord du câble d'alimentation
- 3 Interface vers l'analyseur

- ▶ Fixer le distributeur d'échantillons avec le support sur le côté de l'analyseur.
 - Visser le support à l'aide de deux vis moletées sur le côté droit de l'analyseur.
 - Accrocher le distributeur d'échantillon dans le support. Guider pour cela les deux vis moletées à l'arrière du distributeur d'échantillons dans la fente du support.

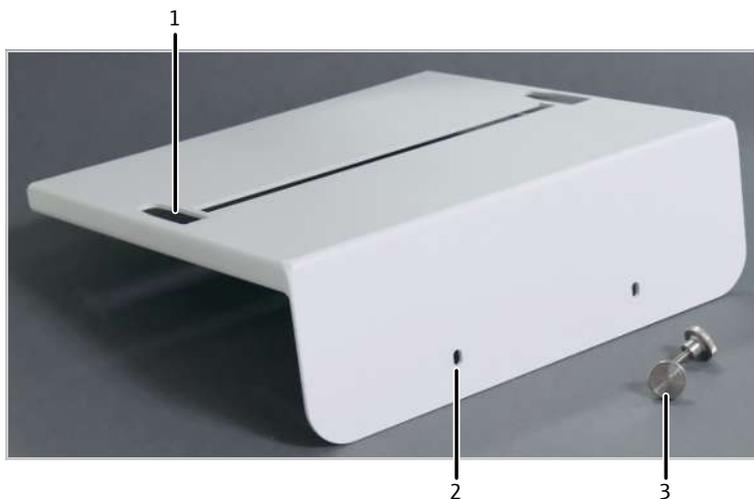


Fig. 28 Support

- 1 Fente pour accrocher le distributeur d'échantillons
- 2 Trou pour la fixation sur l'analyseur
- 3 Vis moletée

- ▶ **Ou bien :** Monter le distributeur d'échantillons à gauche de l'analyseur.

- ▶ Placer le porte-échantillon sur le distributeur d'échantillons. Veiller à bien l'encliqueter.
- ▶ Placer une coupelle d'échantillons en position 1 du panier à échantillons. Uniquement pour le distributeur d'échantillons AS 21hp : Placer un agitateur magnétique dans la coupelle d'échantillons.
- ▶ Insérer les canules dans le porte-canule. Guider pour cela les deux canules à travers la douille avec deux trous (pour l'évacuation séquentielle).
- ▶ Ajuster manuellement les canules en hauteur de manière à ce que leurs extrémités se trouvent dans la position la plus haute du bras du distributeur d'échantillons, à 1 à 2 m au-dessus du bord de la coupelle, et qu'elles ne puissent pas effleurer les récipients lors de la rotation du bras du distributeur d'échantillons.
- ▶ Fixer les canules en serrant légèrement l'écrou moleté.
- ▶ Raccorder les tuyaux de l'analyseur aux canules via les connexions Fingertight :
 - Tuyau AA – Tuyau d'aspiration des échantillons
 - Tuyau 7 – Tuyau d'évacuation pour les mesures NPOC
 - Guider pour cela le tuyau par la vis creuse (voir la figure).
 - Enfiler le cône d'étanchéité sur le tuyau avec la partie conique tournée vers la vis creuse. Le cône d'étanchéité et le tuyau doivent être bien alignés.
 - Revisser la connexion Fingertight.

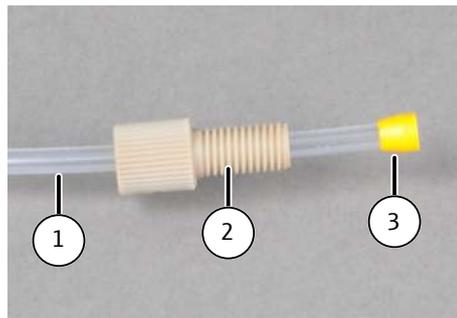


Fig. 29 Raccord Fingertight

- | | |
|---------------------|--------------|
| 1 Tuyau | 2 Vis creuse |
| 3 Cône d'étanchéité | |

Contrôle et modification de la configuration

- ▶ Raccorder le bloc d'alimentation au secteur.
- ▶ Mettre l'analyseur en marche. Démarrer le programme multiWin et initialiser le système d'analyse.
- ▶ Contrôler la configuration de l'appareil avec l'ordre de menu **Instrument | System-Information** dans la fenêtre **multiWin set-up info**.
- ▶ Si nécessaire, modifier la configuration :
 - Quitter le programme multiWin.
 - Démarrer sur l'interface Windows l'outil de configuration via **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - Dans la liste **Sampler**, sélectionner le type de distributeur d'échantillons.
 - Quitter la fenêtre **multiWin set-up tool** avec **[Create]**.
 - Démarrer le programme multiWin et initialiser le système d'analyse.
 - Avec la commande de menu **Configuration | Edit options**, ouvrir la fenêtre **Options**. Accéder à l'onglet **Analyzer components**.

Ajustage du distributeur d'échantillons

- Sélectionner dans le groupe **Sampler** la taille du porte-échantillon et de la coupelle appropriés.
- ▶ Quitter la fenêtre avec **[OK]**.

Lors de l'ajustage, les canules sont ajustées par rapport au panier à échantillons de façon à ce qu'elles soient immergées de manière optimale dans les coupelles d'échantillon. Un ajustage doit être réalisé lors de la mise en service ainsi qu'après les travaux de transformation, le transport ou le stockage.

- ▶ Ajuster de manière contrôlée par logiciel la profondeur d'immersion des canules dans la coupelle (axe z) :
 - Accéder à l'ordre de menu **Instrument | Sampler Alignment** la fenêtre du même nom.

multiWin Demo-Version - Alignment - sampler

Fig. 30 Fenêtre Alignment - sampler

- Dans le groupe **Please select position needing adjustment** sélectionner l'entrée **Position 1**.
- Cliquer sur **[Position 1 adjust]**. Le bras du distributeur d'échantillons abaisse les canules dans la coupelle en position 1.
- Si nécessaire, augmenter ou réduire les valeurs z. Après toute modification, cliquer sur **[Position 1 adjust]** pour contrôler la modification.
- Maintenir le distributeur d'échantillons AS 21hp à une distance d'environ 0,5 cm par rapport à l'agitateur magnétique afin que ce dernier puisse se déplacer librement et n'endommage pas les canules.
- Une fois l'ajustage terminé, fermer la fenêtre avec **[Save]**.
- ✓ Le distributeur d'échantillons est prêt à fonctionner.

4.3.1.2 Préparation pour l'évacuation parallèle (AS 21hp)

Le distributeur d'échantillons AS 21hp est équipé d'un support pour canule, pouvant loger deux canules et les maintenir à distance. Le distributeur d'échantillons peut être facilement commuté sur la fonction « Évacuation parallèle » en déplaçant les canules.

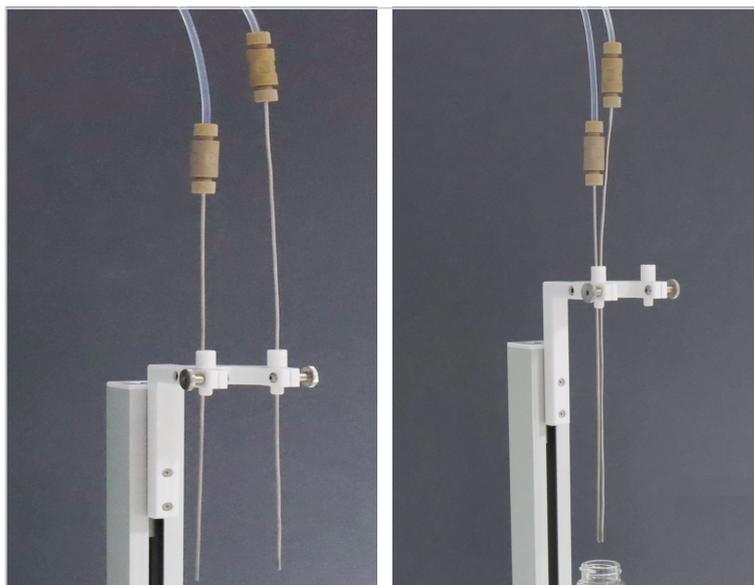


Fig. 31 Évacuation parallèle (à gauche) et évacuation séquentielle (à droite)

- ▶ Placer les canules conformément à la figure (de gauche) dans les deux positions du support de canule. Fixer les canules sans serrer avec les vis moletées.
- ▶ Mettre deux coupelles d'échantillons dans les positions 1 et 2 du disque d'échantillons, sous les deux canules.
- ▶ Placer les agitateurs magnétiques dans les récipients.
- ▶ Ajuster manuellement les canules en hauteur de manière à ce que leurs extrémités se trouvent dans la position la plus haute du bras du distributeur d'échantillons, à 1 à 2 m au-dessus du bord de la coupelle, et qu'elles ne puissent pas effleurer les récipients lors de la rotation du bras du distributeur d'échantillons.
- ▶ Fixer les canules en serrant légèrement les écrous moletés.
- ▶ Raccorder les tuyaux aux canules via les connexions Fingertight :
Tuyau d'aspiration des échantillons AA – Raccord aux canules via la position 1
Tuyau d'évacuation pour les mesures NPOC 7 – Raccord aux canules via la position 2
- ▶ Vérifier la configuration et ajuster le distributeur d'échantillons. Mise en place du distributeur d'échantillons et mise en service

Voir également

- 📖 Mise en place du distributeur d'échantillons et mise en service [▶ 47]

4.3.2 distributeur d'échantillons AS vario



ATTENTION

Risque de blessure au niveau des pièces mobiles

La zone de déplacement du bras de prélèvement présente un risque de blessures. Il est par exemple possible de se coincer la main ou le doigt.

- Il faut pour cela maintenir durant le fonctionnement une distance de sécurité par rapport au distributeur d'échantillons.



REMARQUE

Dommages à l'appareil dus à la mise en service avec sécurité de transport

Si vous démarrez l'appareil avec la sécurité de transport en place, les entraînements peuvent être endommagés.

- Retirer la sécurité de transport avant la mise en service.



REMARQUE

Risque de détérioration de l'appareil

Lorsque le fonctionnement du bras de prélèvement est entravé, les entraînements peuvent se détruire.

- Ne pas toucher le bras de prélèvement pendant le fonctionnement.
- Ne réaliser l'ajustage manuel qu'à l'état hors tension.

Pour le distributeur d'échantillon, 6 porte-échantillons différents sont disponibles. À chaque panier à échantillons correspond un support de canule approprié. La ou les canules peuvent être rincées de l'intérieur en aspirant l'échantillon ou l'eau extra-pure avant le prélèvement des échantillons.

Pour le modèle AS vario ER, 4 portes-échantillons sont disponibles.

Panier à échantillons

Nombre d'échantillons max.	Coupelle d'échantillon	AS vario	AS vario ER
20	100 ml	Oui	non
47	12 ml + 50 ml	Oui	Oui
52	100 ml	Oui	non
72	40 ml + 50 ml	Oui	Oui
100	20 ml	Oui	Oui
146	12 ml	Oui	Oui

Caractéristiques techniques

Tension d'emploi	24 V DC par la prise externe
Puissance absorbée	50 VA
Tension secteur, bloc d'alimentation externe	100 ... 240 V, 50/60 Hz (auto-détection)
Dimensions (l x H x P)	350 x 470 x 400 mm

Le distributeur d'échantillon est installé à côté de l'analyseur. Il peut être équipé de 2 canules.

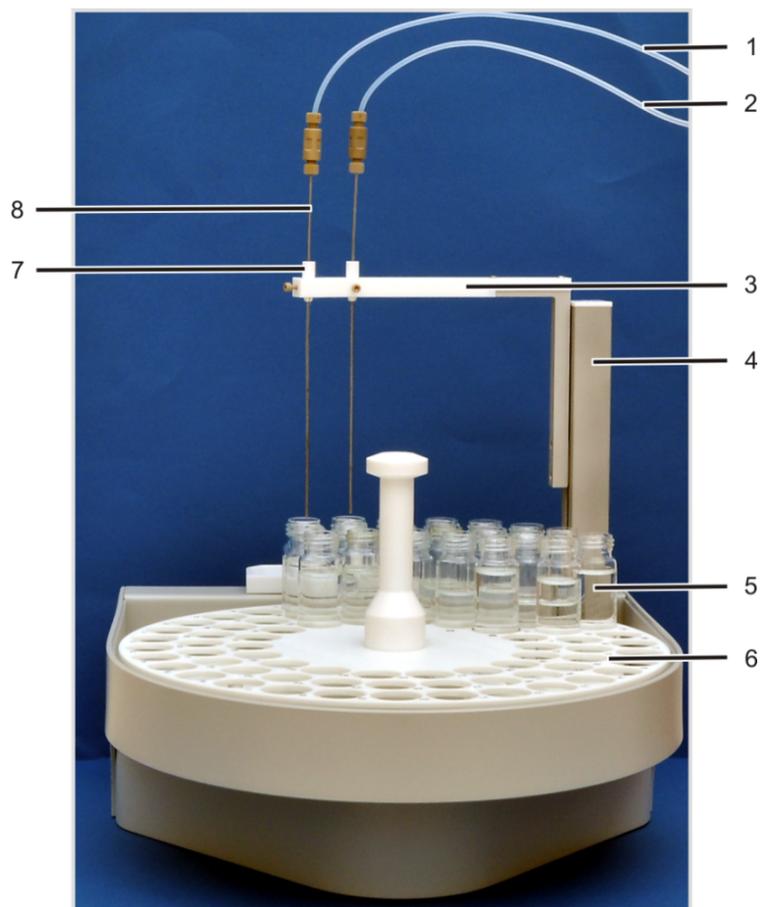


Fig. 32 Conception du distributeur d'échantillon AS vario

- | | |
|--|---|
| 1 Tuyau de raccordement à l'analyseur
(tuyau d'évacuation pour mesures
NPOC) | 2 Tuyau de raccordement à l'analyseur
(tuyau d'aspiration d'échantillon) |
| 3 Porte-canule | 4 Bras du distributeur d'échantillons |
| 5 Coupelle d'échantillon | 6 Panier à échantillons |
| 7 Douille | 8 Canule |

Le modèle AS vario ER est particulièrement adapté lorsque des échantillons liquides à haute teneur en particules solides doivent être examinés. Le modèle est équipé d'un rinçage de canule supplémentaire avec lequel la ou les canules sont rincées de l'extérieur à l'eau extra-pure. Lors de la mise en service du distributeur d'échantillon, l'alimentation en eau pure doit être installée pour le rinçage des canules. Elle peut être utilisée pour toutes les procédures de mesure et en particulier pour l'analyse NPOC avec soufflage parallèle. Lors de l'utilisation d'autres porte-échantillons, le bloc avec les récipients de rinçage est simplement retiré du distributeur d'échantillon et remplacé.



Fig. 33 Conception du distributeur d'échantillon AS vario ER

- | | |
|---|--|
| 1 Câble pour le raccordement avec le tuyau d'aspiration d'échantillon | 2 Porte-canule (ici avec n° 72) |
| 3 Porte-échantillons pour 72 | 4 Flacon d'eau extra-pure |
| 5 Rinçage des canules | 6 Canule à raccorder au tuyau d'évacuation pour les mesures NPOC |

Retrait de la sécurité de transport

Le distributeur d'échantillons est sécurisé pour le transport au moyen de la vis de sécurité sur le dessous du distributeur d'échantillons. Conserver la sécurité de transport pour un transport ultérieur.

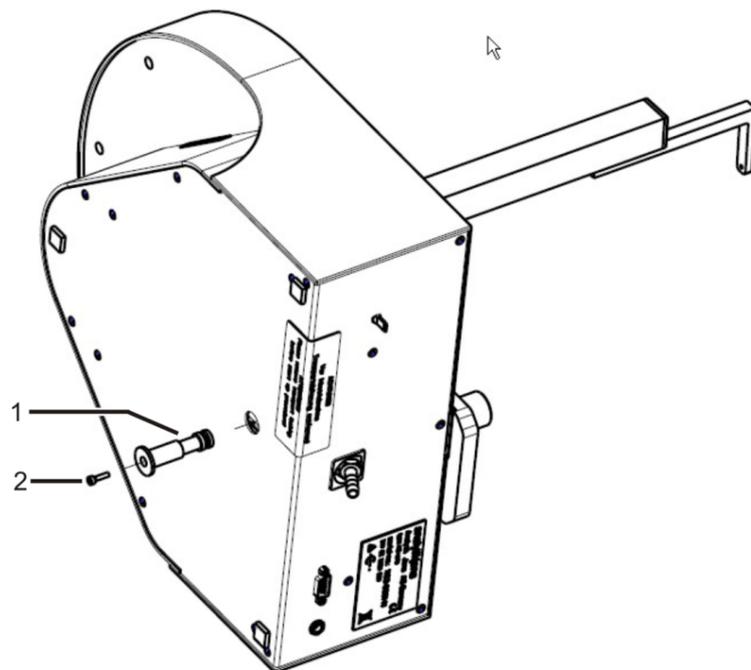


Fig. 34 Dispositif de sécurité du transport

- | | |
|---------------------------------------|-------------|
| 1 Dispositif de sécurité du transport | 2 Vis M3x12 |
|---------------------------------------|-------------|
- Retourner le distributeur d'échantillons sur le côté et le déposer délicatement.

Mise en service du distributeur d'échantillon

- ▶ Dévisser la vis avec la clé Allen fournie. Retirer la sécurité de transport (partie en plastique rouge).
- ▶ Replacer le distributeur d'échantillons sur la plaque de base.
- ▶ Mettre l'analyseur hors tension avant l'installation du distributeur d'échantillons.
- ▶ Brancher le conducteur de protection sur le raccord situé au dos de l'analyseur. Connecter le conducteur de protection au raccord à l'arrière du distributeur d'échantillons.
- ▶ Brancher le câble côté basse tension du bloc d'alimentation sur le raccord à l'arrière du distributeur d'échantillons. Ne pas encore raccorder le bloc d'alimentation au secteur.
- ▶ Raccorder le distributeur d'échantillons à l'analyseur à l'aide du câble d'interface (interface à l'arrière du distributeur d'échantillons et interface "sampler" à l'arrière de l'analyseur).
- ▶ Brancher le tuyau d'évacuation sur le manchon d'évacuation à l'arrière du distributeur d'échantillon. Insérer l'autre extrémité du tuyau dans l'orifice du couvercle du flacon de déchets.
 - i** REMARQUE ! Poser le tuyau d'évacuation en pente continue. Le cas échéant, raccourcir le tuyau. Celui-ci ne doit pas être immergé dans la solution.
- ▶ Placer le porte-échantillon sur le distributeur d'échantillons. Veiller à bien l'encliquer.
- ▶ Vérifier que le support de canule approprié est installé sur le bras du distributeur d'échantillons. Pour cela, le numéro gravé sur le dessous doit correspondre au nombre maximum de coupelles d'échantillons sur le porte-échantillon.
- ▶ Insérer les canules dans le porte-canule avec la douille appropriée :
- ▶ Pour les mesures NPOC avec évacuation parallèle : Insérer chacune des canules dans une douille dans les deux emplacements du porte-canule (Fig. 32 ☞ 53).
- ▶ Pour les mesures NPOC avec évacuation non parallèle : insérer les deux canules dans une douille à deux trous dans l'emplacement de droite (voir ci-dessous, non adapté pour AS vario ER).



Fig. 35 Douille avec deux canules pour un soufflage non parallèle

- ▶ Ajuster manuellement les canules en hauteur de manière à ce que leurs extrémités se trouvent dans la position la plus haute du bras du distributeur d'échantillons, à 1 à 2 m au-dessus du bord de la coupelle, et qu'elles ne puissent pas effleurer les récipients lors de la rotation du bras du distributeur d'échantillons.
- ▶ Fixer les canules en serrant légèrement l'écrou moleté.
- ▶ Raccorder les tuyaux de l'analyseur aux canules via les connexions Fingertight :
 - Tuyau AA – Tuyau d'aspiration des échantillons
 - Tuyau 7 – Tuyau d'évacuation pour les mesures NPOC
 - Guider pour cela le tuyau par la vis creuse (voir la figure).
 - Enfiler le cône d'étanchéité sur le tuyau avec la partie conique tournée vers la vis creuse. Le cône d'étanchéité et le tuyau doivent être bien alignés.
 - Revisser la connexion Fingertight.

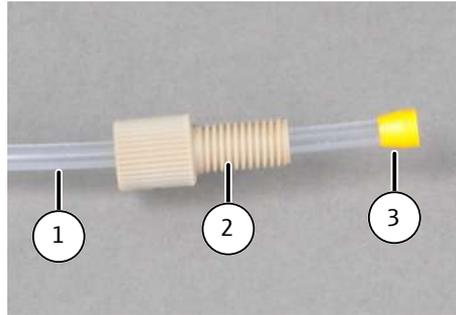


Fig. 36 Raccord Fingertight

- | | |
|---------------------|--------------|
| 1 Tuyau | 2 Vis creuse |
| 3 Cône d'étanchéité | |

Contrôle et modification de la configuration

- ▶ Raccorder le bloc d'alimentation au secteur.
- ▶ Mettre l'analyseur en marche. Démarrer le programme multiWin et initialiser le système d'analyse.
- ▶ Contrôler la configuration de l'appareil avec l'ordre de menu **Instrument | System-Information** dans la fenêtre **multiWin set-up info**.
- ▶ Si nécessaire, modifier la configuration :
 - Quitter le programme multiWin.
 - Démarrer sur l'interface Windows l'outil de configuration via **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - Dans la liste **Sampler**, sélectionner le type de distributeur d'échantillons.
 - Quitter la fenêtre **multiWin set-up tool** avec **[Create]**.
 - Démarrer le programme multiWin et initialiser le système d'analyse.
 - Avec la commande de menu **Configuration | Edit options**, ouvrir la fenêtre **Options**. Accéder à l'onglet **Analyzer components**.
 - Sélectionner dans le groupe **Sampler** la taille du porte-échantillon et de la coupelle appropriés.
- ▶ Quitter la fenêtre avec **[OK]**.

Installation du rinçage de la canule

Un support de canule adapté et un bloc avec récipient de rinçage sont disponibles pour chaque porte-échantillons. Le porte-échantillons, le support de canule et le bloc sont dotés du numéro correspondant au nombre d'échantillons maximal 72.

Activation du rinçage de la canule pour les mesures

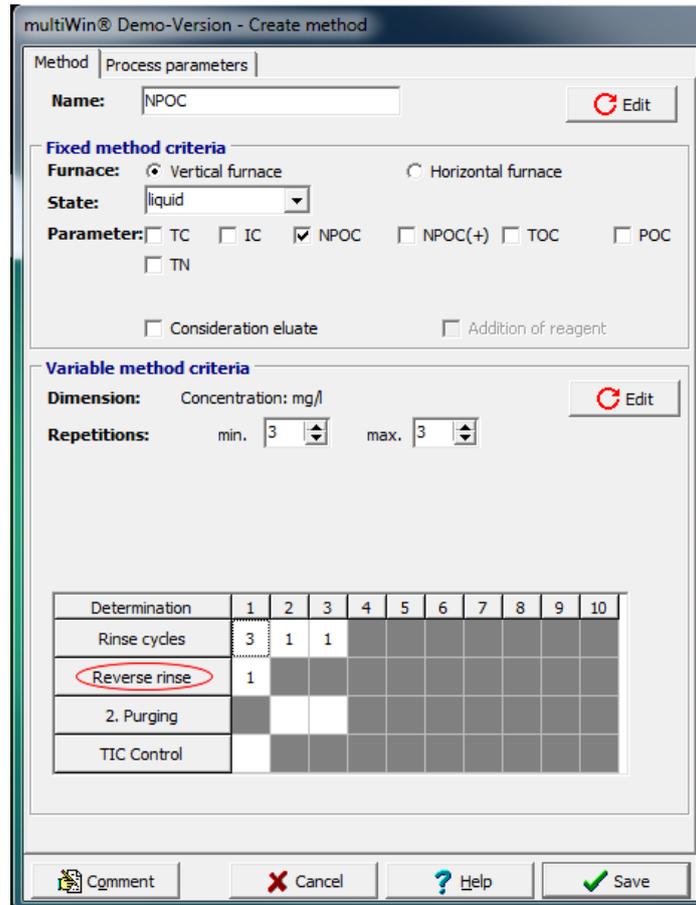


Fig. 38 Activer le rinçage de la canule dans la méthode

- ▶ Créer nouvelle méthode.
- ▶ Activer l’option **Reverse rinse** sous **Variable method criteria**.
- ▶ Spécifier le nombre de cycles de rinçage dans le tableau en saisissant un nombre ≥ 1 . La plupart du temps, un cycle de rinçage est suffisant.

Voir également

📄 Ajustage du distributeur d’échantillons AS vario [▶ 92]

4.3.3 EPA Sampler



ATTENTION

Risque de blessure au niveau des pièces mobiles

La zone de déplacement du bras de prélèvement présente un risque de blessures. Il est par exemple possible de se coincer la main ou le doigt.

- Il faut pour cela maintenir durant le fonctionnement une distance de sécurité par rapport au distributeur d’échantillons.



REMARQUE

Risque de détérioration de l'appareil

Lorsque le fonctionnement du bras de prélèvement est entravé, les entraînements peuvent se détruire.

- Ne pas toucher le bras de prélèvement pendant le fonctionnement.
- Ne réaliser l'ajustage manuel qu'à l'état hors tension.

Le distributeur d'échantillon est doté d'une fonction de perçage pour les vials échantillons avec couvercle de septum. Le distributeur d'échantillons peut recevoir 1 ... 2 canules.

Le modèle spécial POC Sampler sert pour les mesures POC. Le modèle est utilisé en conjonction avec le module POC pour le fonctionnement automatique (POC-Modul "automatic"). Pour cela, le distributeur d'échantillon est équipé de 1 canules spéciales.

Caractéristiques techniques

Nombre maximum d'échantillons	64
Nombre maximum d'échantillons (POC Sampler)	61
Flacons échant.	40 ml
Tension d'emploi	24 V DC, par la prise externe
Puissance absorbée	30 VA
Tension secteur, bloc d'alimentation externe	100 ... 240 V, 50/60 Hz (auto-détection)
Dimensions (l x H x P)	500 x 560 x 400 mm

Structure



Fig. 39 Distributeur d'échantillons EPA Sampler

- | | |
|--|---|
| 1 Tuyaux de raccordement à l'analyseur | 2 Tablette porte-échantillons |
| 3 Coupelle de rinçage | 4 Serre-flan |
| 5 Canule spéciale | 6 Bras du distributeur d'échantillons avec support de canules |

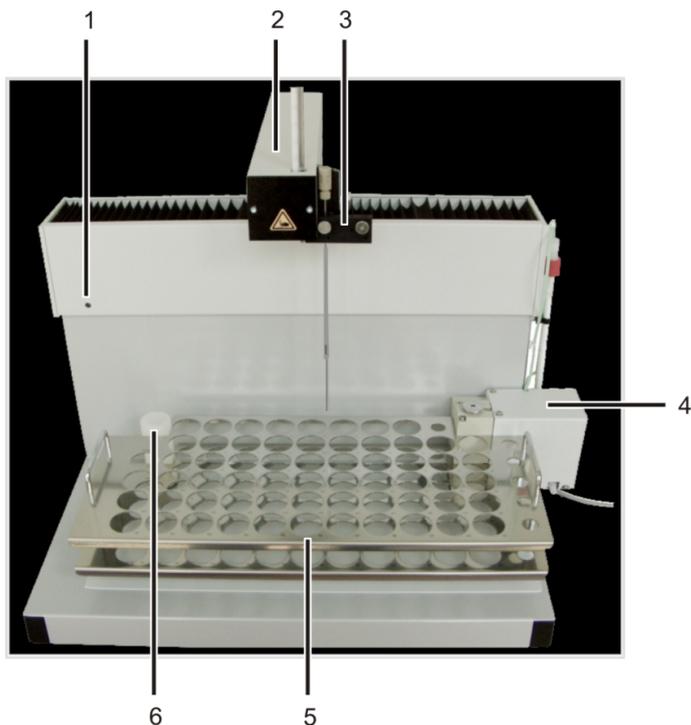


Fig. 40 Distributeur d'échantillons POC Sampler

- | | |
|-------------------------------|---------------------------------------|
| 1 LED de statut | 2 Bras du distributeur d'échantillons |
| 3 Porte-canule avec canule | 4 Module POC |
| 5 Tablette porte-échantillons | 6 Coupelle de rinçage |

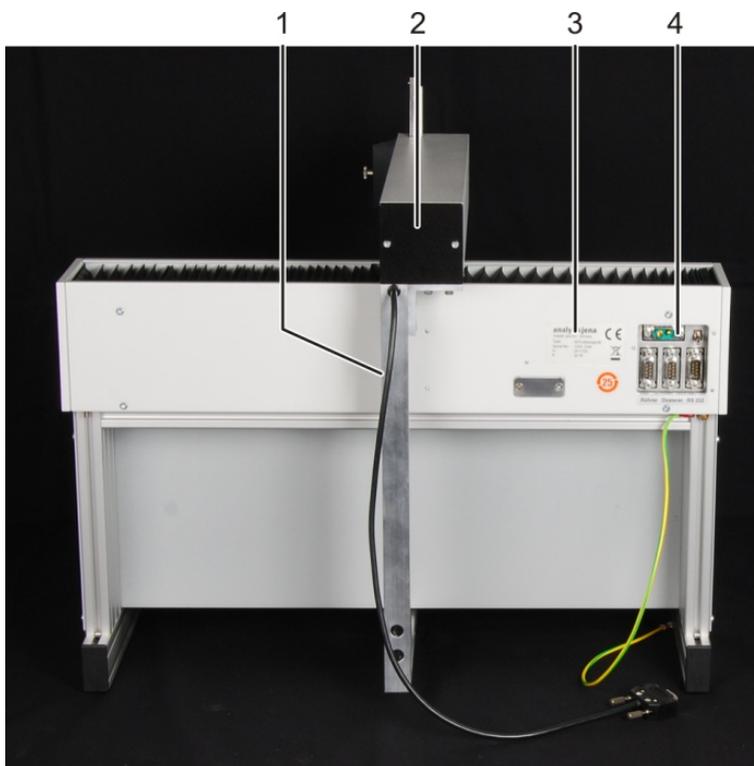


Fig. 41 Arrière du distributeur d'échantillon

- | | |
|-----------------------|---------------------------------------|
| 1 Étrier d'agitation | 2 Bras du distributeur d'échantillons |
| 3 Plaque signalétique | 4 Branchements électriques |

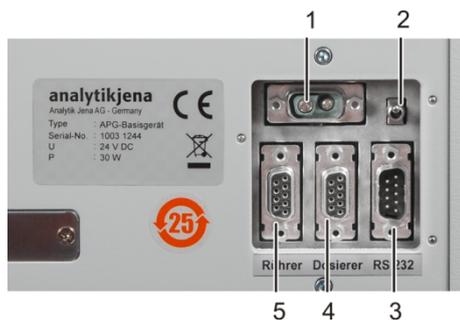


Fig. 42 Branchements électriques

- 1 Raccordement au bloc d'alimentation
- 2 Interrupteur de l'appareil
- 3 Raccordement à l'analyseur
- 4 Pas utilisé
- 5 Raccordement Agitateur

Mise en service du distributeur d'échantillon

- ▶ Retirer les sécurités de transport :
 - Retirer les deux vis à tête conique à l'aide de la clé Allen SW3 fournie.
 - Retirer l'étrier de sécurité de transport complet et le mettre de côté pour un transport ultérieur.



Fig. 43 Dispositif de sécurité du transport

- 1 Bras du distributeur d'échantillons
- 2 Étrier de sécurité de transport
- 3 Vis

- ▶ Monter l'étrier d'agitation :
 - Monter l'étrier d'agitation sur l'équerre à l'arrière du bras du distributeur d'échantillons.
- ▶ Visser l'étrier avec les vis à tête conique fournies (M4x10) avec la clé Allen (SW2.5).
 - Serrer uniformément les vis pour permettre à l'étrier de s'aligner.
 - Raccorder le câble d'agitation à l'interface « Agitateur » située à l'arrière du distributeur d'échantillon.



Fig. 44 Monter l'étrier d'agitation

- | | |
|--|----------------------|
| 1 Équerre sur le bras du distributeur d'échantillons | 2 Vis à tête conique |
| 3 Étrier d'agitation | |

- ▶ Placer le distributeur d'échantillons de l'analyseur. Configurer le distributeur d'échantillons de sorte qu'il y ait suffisamment d'espace derrière l'appareil pour la zone de déplacement du bras du distributeur d'échantillon.
- ▶ Brancher le câble côté basse tension du bloc d'alimentation de table à l'arrière du distributeur d'échantillon. Ne pas encore raccorder le bloc d'alimentation au secteur.
- ▶ Brancher le câble de données série fourni sur l'interface "sampler" au dos de l'analyseur. Raccorder l'autre extrémité du câble de données à l'interface du distributeur d'échantillon.
- ▶ Brancher le conducteur de protection sur le raccord situé au dos de l'analyseur.
- ▶ Raccorder le tuyau de déchets au récipient de rinçage du distributeur d'échantillon et à un récipient à déchets approprié ou à une évacuation.
 - i** REMARQUE ! Poser le tuyau d'évacuation en pente continue. Le cas échéant, raccourcir le tuyau. Celui-ci ne doit pas être immergé dans la solution.
- ▶ Monter le récipient de rinçage sur le distributeur d'échantillons.
- ▶ Placer le porte-échantillons à l'emplacement prévu.
- ▶ Noter le positionnement du porte-échantillons : L'inscription est lisible en étant face à l'appareil. Les deux goupilles de centrage situées sur la surface d'appui du distributeur d'échantillon passent dans les alésages au fond du panier.
- ▶ Insérer les canules de perçage et le serre-flan dans le bras du distributeur d'échantillons.
- ▶ Placer les canules suffisamment haut dans leur support de manière à ce que leurs extrémités ne soient pas immergées dans les vials (position de base).

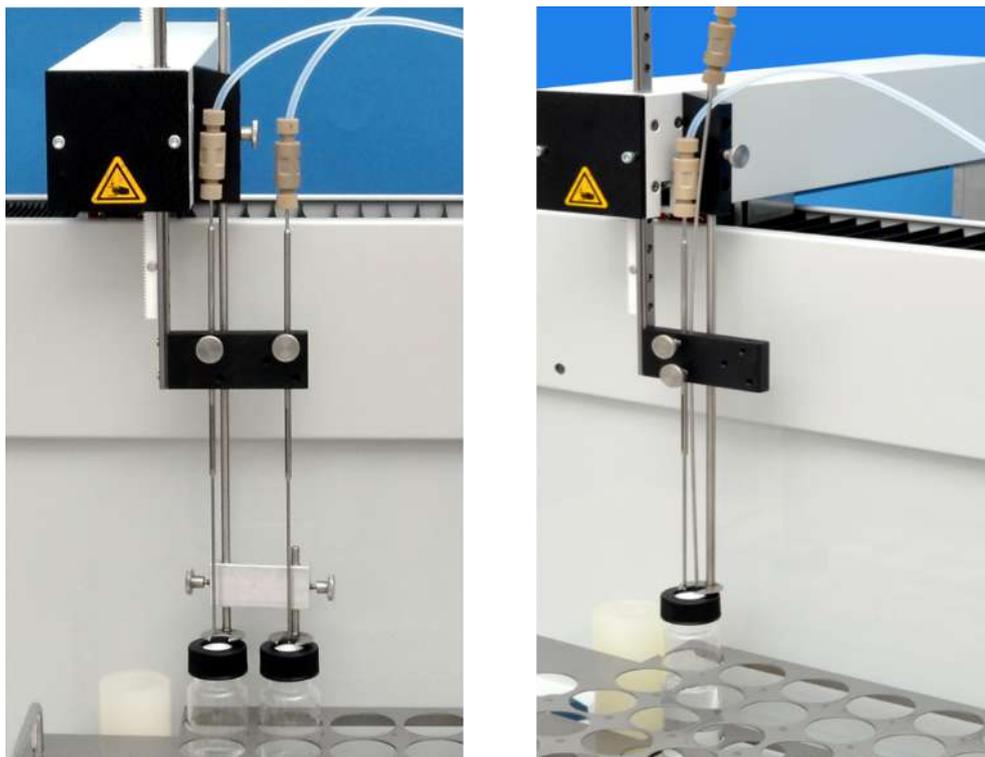


Fig. 45 Position de la canule pour les mesures NPOC avec soufflage parallèle (gauche) et non parallèle (droite)

- ▶ Fixer les canules en serrant légèrement l'écrou moleté.
- ▶ Raccorder les tuyaux de l'analyseur aux canules via les connexions Fingertight :
 - Tuyau AA – Tuyau d'aspiration des échantillons
 - Tuyau 7 – Tuyau d'évacuation pour les mesures NPOC
 - Guider pour cela le tuyau par la vis creuse (voir la figure).
 - Enfiler le cône d'étanchéité sur le tuyau avec la partie conique tournée vers la vis creuse. Le cône d'étanchéité et le tuyau doivent être bien alignés.
 - Revisser la connexion Fingertight.

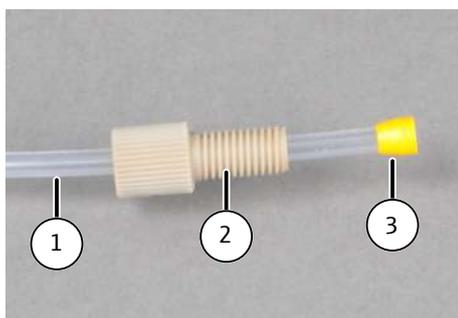


Fig. 46 Raccord Fingertight

- 1 Tuyau
- 2 Vis creuse
- 3 Cône d'étanchéité

- ▶ Alternative pour POC Sampler: Monter le module POC avec canule spéciale.
- ▶ Raccorder le bloc d'alimentation au secteur. Mettre le distributeur d'échantillons sous tension.
- ▶ Mettre l'analyseur en marche. Démarrer le programme multiWin et initialiser le système d'analyse.

Contrôle et modification de la configuration

- ▶ Contrôler la configuration de l'appareil avec l'ordre de menu **Instrument | System-Information** dans la fenêtre **multiWin set-up info**.
- ▶ Si nécessaire, modifier la configuration :
 - Quitter le programme multiWin.
 - Démarrer sur l'interface Windows l'outil de configuration via **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - Dans la liste **Sampler**, sélectionner le type de distributeur d'échantillons.
 - Quitter la fenêtre **multiWin set-up tool** avec **[Create]**.
 - Démarrer le programme multiWin et initialiser le système d'analyse.
 - Avec la commande de menu **Configuration | Edit options**, ouvrir la fenêtre **Options**. Accéder à l'onglet **Analyze components**.
 - Sélectionner dans le groupe **Sampler** la taille du porte-échantillon et de la coupelle appropriés.
- ▶ Quitter la fenêtre avec **[OK]**.
- ▶ Ajuster du distributeur d'échantillons avant le premier démarrage.

Voir également

- 📖 Ajuster EPA Sampler [▶ 94]
- 📖 Installation du module POC [▶ 66]

4.3.4 Module POC

Le module POC est disponible en deux versions :

- POC-Modul "basic" pour le mode manuel
- POC-Modul "automatic" pour le mode de fonctionnement automatique avec POC Sampler

Caractéristiques techniques

Paramètres	POC
Principe d'attaque	Évacuation puis oxydation thermocatalytique
Volume d'échantillon	1 ml
Distribution d'échantillon	Injection liquide, manuelle ou automatique

Structure

Les modules POC comportent les composants suivants :

- Réacteur POC avec septum
- Unité de valve pour utilisation avec le distributeur d'échantillons
- Canule d'aspiration spécifique pour ampoules de septum
- Absorbant CO₂ avec LiOH
- Porte-échantillons avec 61 positions (compris dans la livraison du distributeur d'échantillons)

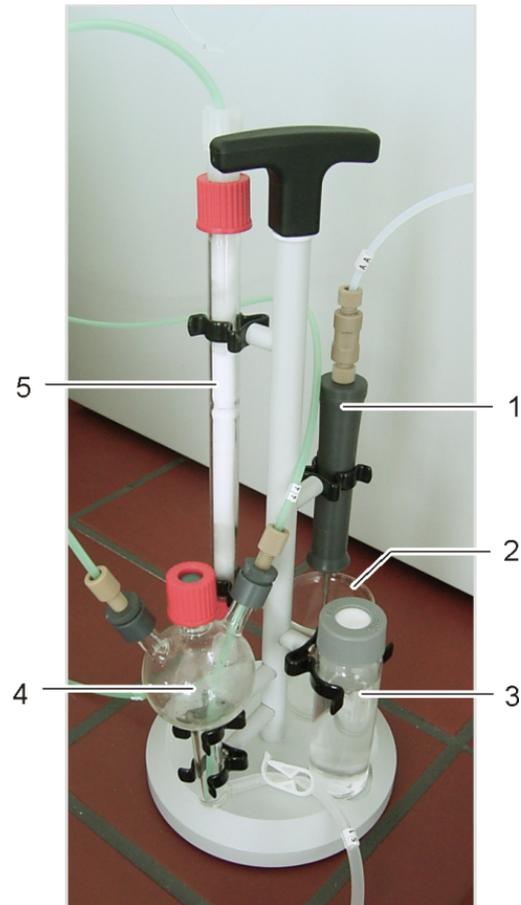


Fig. 47 Module POC pour le mode manuel

- | | |
|---|-------------------------|
| 1 Canule avec poignée | 2 Collecteur de déchets |
| 3 Réceptacle d'échantillons avec septum | 4 Réacteur POC |
| 5 Tuyau d'absorption avec LiOH | |

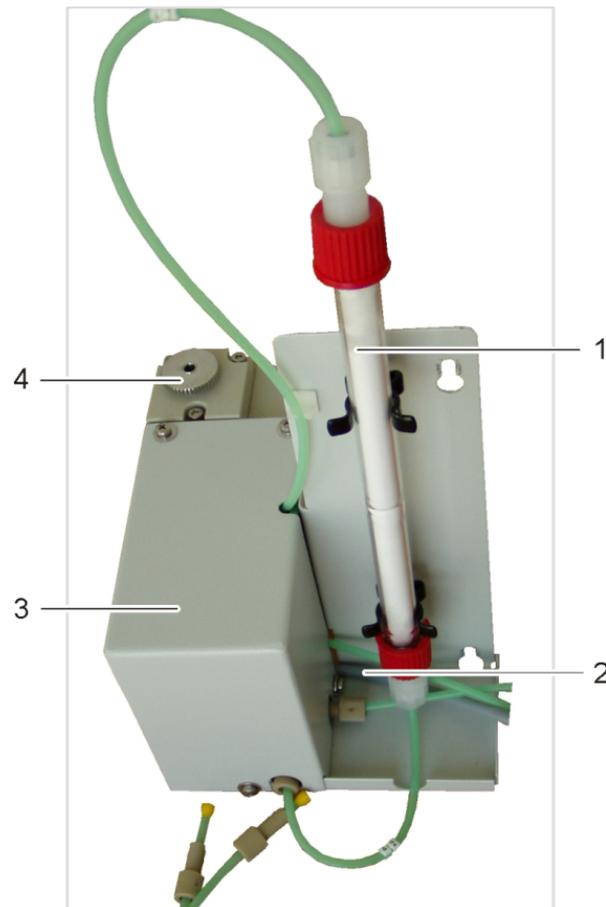


Fig. 48 Module POC pour utilisation automatique

- | | |
|--------------------------------|---|
| 1 Tuyau d'absorption avec LiOH | 2 Raccordement électrique à l'analyseur |
| 3 Unité de valve | 4 Réacteur POC |

4.3.4.1 Installation du module POC

Une installation incorrecte peut entraîner des dangers considérables. Un raccordement incorrect des gaz peut entraîner un choc électrique et une explosion.

- La mise en place et la mise en service de l'appareil et de ses composants système ne peuvent être réalisées que par le service après-vente d'Analytik Jena ou par un personnel spécialisé, autorisé et formé.
- Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation soi-même.

Il y a un risque de blessure si des pièces ne sont pas fixées correctement.

- Lors du transport, sécuriser les composants de l'appareil conformément aux consignes du manuel d'utilisation.
- Les pièces détachées doivent être retirées des composants système et emballées séparément.

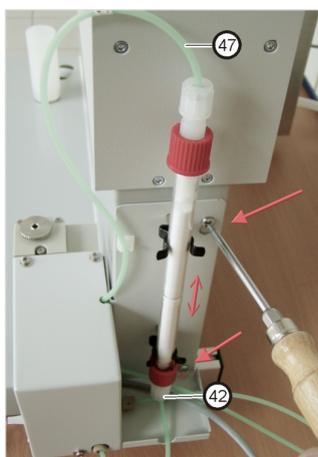
Installation POC-Modul "automatic"

Une fois le module POC connecté pour le mode automatique, le gaz porteur passe seulement à travers le réacteur POC quand on effectue une mesure en mode POC.

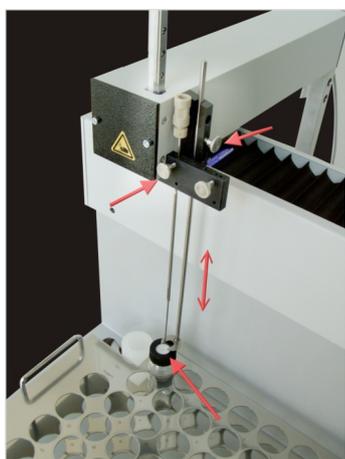
Dans tous les autres modes (TC, NPOC, ...), le gaz porteur est dirigé directement vers le tube de combustion dans le l'analyseur.



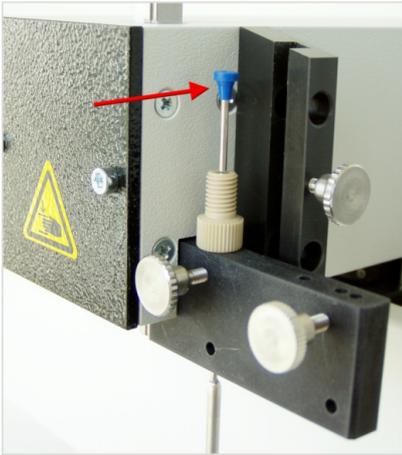
- ▶ Mettre l'analyseur hors tension à l'aide de l'interrupteur principal à l'arrière de l'appareil. Débrancher la fiche secteur de l'alimentation électrique. Mettre le distributeur d'échantillons hors tension.
- ▶ Desserrer les vis du boîtier sur le côté droit du distributeur d'échantillons.



- ▶ Monter le tuyau d'adsorbant de CO₂ rempli entre le tuyau 47 et 42 .
- ▶ Presser le tuyau d'adsorbant dans les attaches du module POC.
- ▶ Accrocher le module POC sur les vis du boîtier. Resserrer les vis.



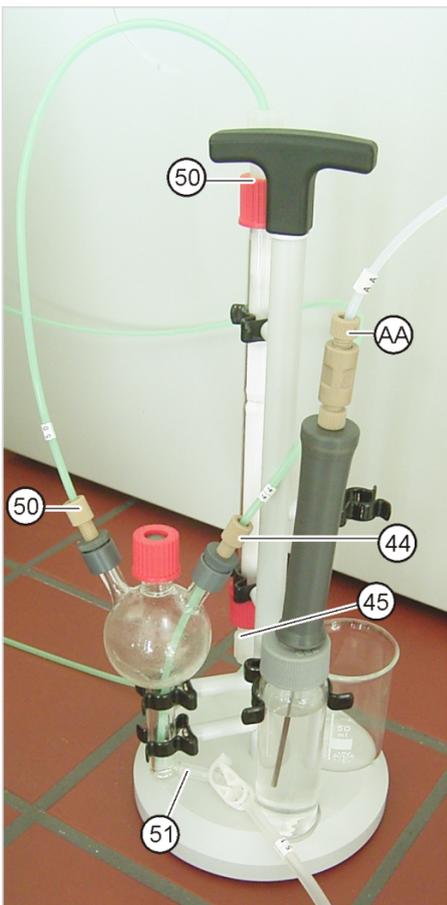
- ▶ Pousser le porte-canule du distributeur vers le haut.
- ▶ Attacher la canule spéciale avec la fente d'aération dans le porte-canule du distributeur d'échantillons.
- ▶ Installer le support. Le serre-flan et les canules doivent être à environ 3 mm au-dessus de la coupelle d'échantillon quand le porte-canule est en position haute.



- ▶ Remplacer la canule d'aspiration standard par la canule spéciale sur le tuyau AA. Positionner le raccord à vis Fingertight et les Ferrules comme indiqué sur la figure ci-contre.
- ▶ Relier le module POC à l'analyseur. Retirer le pont à tuyaux sur les raccords de gaz du module POC sur la face arrière de l'analyseur.
- ▶ Relier le tuyau 44 du module POC au raccord 44 de l'analyseur.
- ▶ Relier le tuyau 45 du module POC au raccord 45 de l'analyseur.
⚠ AVERTISSEMENT ! Ne pas intervertir les raccordements du gaz !
- ▶ Relier le raccord électrique du module POC au raccord "POC" sur la face arrière de l'analyseur.



- ▶ Raccorder le tuyau de déchets sur la tubulure de déchets du module POC. Connecter le tuyau avec un collecteur de déchets adapté ou une évacuation.
i REMARQUE ! Poser le tuyau de déchets avec une pente continue ! Si nécessaire, raccourcir le tuyau. Le tuyau ne doit pas plonger dans le liquide
- ▶ Ajuster le distributeur d'échantillons.
- ▶ Contrôler l'étanchéité du système.



Installation POC-Modul "basic"

Une fois le module POC pour le mode manuel connecté, le gaz porteur passe en continu à travers le réacteur POC dans le tube de combustion dans l'analyseur.

Il est préférable de retirer le réacteur lors de mesures dans d'autres modes de fonctionnement (TC, NPOC, ...).

- ▶ Placer le module à gauche de l'analyseur.
- ▶ Installer le tube d'adsorbant de CO₂ entre les tuyaux 50 (extrémité supérieure du tube d'adsorbant) et 45 (extrémité inférieure).
- ▶ Raccorder le tuyau 50 sur le réacteur POC.
- ▶ Relier le module POC à l'analyseur. Retirer le pont à tuyaux sur les raccords de gaz du module POC sur la face arrière de l'analyseur.
- ▶ Relier le tuyau 44 au réacteur POC et au raccord 44 de l'analyseur. Le tuyau dépasse alors presque jusqu'au sol et au réacteur POC.
- ▶ Relier le tuyau 45 du module POC au raccord 45 de l'analyseur.
⚠ AVERTISSEMENT ! Ne pas intervertir les raccordements du gaz.
- ▶ Relier le tuyau de déchets 51 à l'extrémité inférieure du réacteur TIC. Le tuyau de déchets est fixé par un collier de serrage.
- ▶ Remplacer la canule d'aspiration standard sur le tuyau AA par la canule spéciale avec fente d'aspiration.

Voir également

- ▣ Contrôle de l'étanchéité du système [▶ 105]
- ▣ Ajustage du distributeur d'échantillons [▶ 96]

4.3.4.2 Étalonnage POC

Recommandation : Effectuer l'étalonnage avec le saccharose.

Procédure

- ▶ Créer une méthode POC.
- ▶ Accéder à une méthode NPOC. Étalonner méthode NPOC avec l'étalon saccharose.
- ▶ Relier l'étalonnage mesuré avec la méthode POC :
- ▶ Répondre non à la question suivante après l'étalonnage : « Relier avec la méthode étalonnée ? »
- ▶ La liste de méthodes s'ouvre. Sélectionner la méthode POC dans la liste des méthodes.
- ▶ Reprendre avec le bouton **[Accept values]** les données d'étalonnage dans la méthode POC.

Il est également possible d'effectuer un étalonnage avec des standards de dichlorométhane. La forte volatilité du dichlorométhane peut cependant conduire à des résultats inexacts. Recommandation : Étalonner la méthode POC directement en pipetant des étalons de dichlorométhane dans le module POC.

4.3.5 Détecteur de chimiluminescence (DCL)

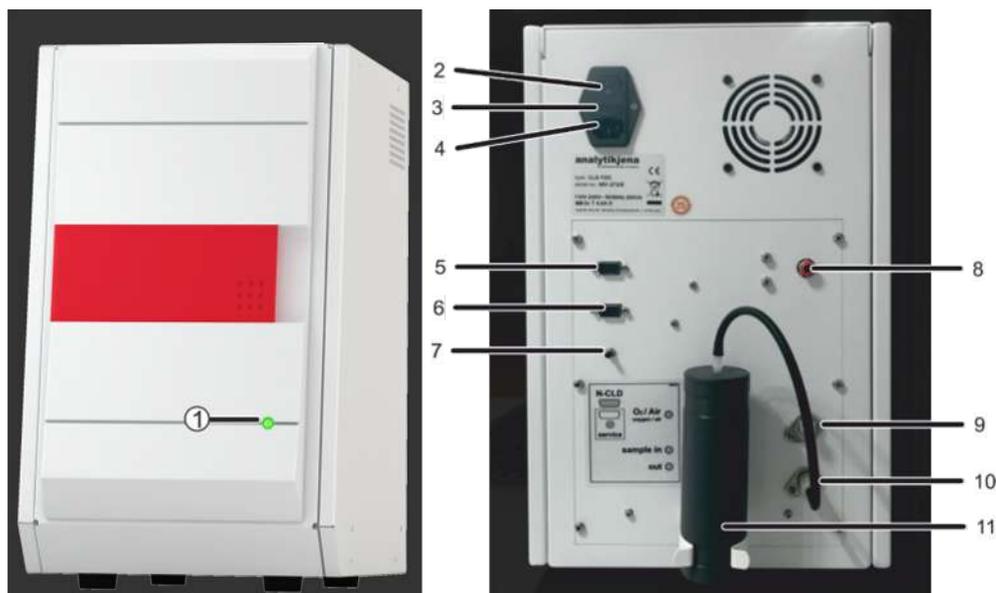


Fig. 49 Détecteur de chimiluminescence (DCL)

- | | |
|---|---|
| 1 LED de statut | 2 Interrupteur d'alimentation |
| 3 Boîtier de fusible | 4 Port d'alimentation |
| 5 Raccordement RS 232 à l'analyseur | 6 Raccord service |
| 7 Commutateur de programmation (uniquement pour le service) | 8 Raccord de gaz porteur (O ₂ ; air synthétique/purifié) |
| 9 Raccord de gaz analyseur "sample in" | 10 Sortie d'échantillon (gaz) "out" |
| 11 Cartouche adsorbante (élimination du NO _x de l'air sortant) | |

Caractéristiques techniques

Principe de détection	Détecteur à luminescence chimique
Paramètres	TN _b (azote total lié)
Plage de mesure	0 ... 20000 mg/l TN _b

Limite de détection	0,05 mg/l TN _b
Durée d'analyse	3 ... 5 min
Gaz pour génération d'ozone	Alimentation en gaz et appareil de base 60 ml/min, 400 ... 600 kPa
Dimensions (l x H x P), poids	300 x 470 x 550 mm , 12,5 kg
Raccordement électrique	110 ... 240 V, 50/60 Hz
Protection	2 T4,0 A H
Puissance absorbée moyenne type	200 VA
Interface vers l'analyseur	RS 232



ATTENTION

Risque d'intoxication par l'ozone

Le générateur d'ozone contenu dans l'appareil produit de l'ozone (O₃). Lorsqu'il est utilisé conformément à l'usage prévu, le destructeur d'ozone monté en aval détruit le gaz toxique. Différentes mesures de sécurité provoquent l'arrêt automatique du générateur d'ozone. Néanmoins, ce qui suit s'applique :

- Si vous ressentez une odeur âcre d'ozone, éteindre immédiatement l'appareil et prévenir le service client.
- Pour garantir un fonctionnement optimal, la société Analytik Jena recommande un contrôle et une maintenance annuels par le service après-vente.

Installation sur l'analyseur

- ▶ Monter le détecteur à côté de l'analyseur.
- ▶ Raccorder le gaz porteur sur le raccord de gaz avec le raccord rapide.
- ▶ Établir le raccordement de gaz entre le détecteur et l'analyseur :
 - Raccordement "sample in" au détecteur
 - Raccordement "CLD" à l'analyseur
- ▶ Connectez l'interface "CLD/HT" à l'arrière de l'analyseur à l'interface RS 232 sur le détecteur à l'aide du câble de données série fourni.
- ▶ Mettre en marche le détecteur. La LED de statut indique la disponibilité opérationnelle.

Contrôle et modification de la configuration

- ▶ Mettre en charge l'analyseur et le détecteur. Démarrer le programme multiWin et initialiser le système d'analyse.
- ▶ Contrôler la configuration de l'appareil avec l'ordre de menu **Instrument | System-Information** dans la fenêtre **multiWin set-up info**.
- ▶ Si nécessaire, modifier la configuration :
 - Quitter le programme multiWin.
 - Démarrer sur l'interface Windows l'outil de configuration via **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - Dans la liste **N-measurement**, sélectionner le détecteur (**CLD-TOC**).
 - Quitter la fenêtre **multiWin set-up tool** avec **[Create]**.
 - Démarrer le programme multiWin et initialiser le système d'analyse.
 - Avec la commande de menu **Configuration | Edit options**, ouvrir la fenêtre **Options**. Accéder à l'onglet **Analyze components**.

- ▶ Dans le groupe **Sensors**, activer la mesure de l'azote avec l'option **N-measurement aktive**.
- ▶ Quitter la fenêtre avec **[OK]**.

4.3.6 Module pour solides externe



REMARQUE

Respecter la notice d'utilisation de l'accessoire

Une notice séparée pour les accessoires, qui donne des informations importantes et des mesures pour éviter tout danger, est disponible.

- Lors de l'installation, respecter la notice d'utilisation de l'accessoire.

L'installation du système de mesure modulaire multi N/C 3100 duo pour l'analyse automatisée des solides est décrite dans la notice d'utilisation séparée du module pour solides HT 1300.

Raccordement à l'analyseur

- ▶ Placer le module pour solides à côté de l'analyseur.
- ▶ Connecter le raccord "analyte" sur le module pour solides avec le raccord "analyte" sur la paroi arrière de l'analyseur.
- ▶ Connecter le raccord "pump" sur le module pour solides avec le raccord "pump" sur la paroi arrière de l'analyseur.
- ▶ Raccorder le tuyau de raccordement fourni pour l'oxygène au détendeur de l'alimentation en gaz et au raccord de gaz "oxygen" qui se trouve au dos du module pour solides. Ajuster une pression d'admission de 200 ... 400 kPa sur le détendeur.
- ▶ Brancher le câble de données série fourni sur l'interface "CLD/HT" au dos de l'analyseur. Raccorder l'autre extrémité du câble de données au module pour solides.
- ▶ Démarrer le programme multiWin. Mettre en marche les composants du système d'analyse. Initialiser le système d'analyse.
- ▶ Avec la commande de menu **Configuration | Edit options**, ouvrir la fenêtre **Options**. Accéder à l'onglet **Analyzer components**.
- ▶ Activer l'option **External solids module**.
- ▶ Quitter la fenêtre avec **[OK]**.



Fig. 50 Raccords à l'arrière du module pour solides

- | | | | |
|---|---------------------------------|---|---|
| 1 | Interface vers l'analyseur | 2 | Port d'alimentation |
| 3 | Sortie de gaz de mesure « OUT » | 4 | Entrée d'oxygène « O ₂ » |
| 5 | Raccord de pompe « pump » | 6 | Raccordement du gaz de mesure « analyte » |

5 Utilisation

5.1 Remarques générales



AVERTISSEMENT

Risque de brûlure par les acides concentrés

Les acides concentrés sont fortement corrosifs et ont un effet partiellement oxydant.

- Lors de la manipulation des acides concentrés, porter des lunettes de protection et des vêtements de protection. Il faut toujours travailler sous une hotte aspirante.
 - Respecter toutes les remarques et spécifications des fiches de données de sécurité.
-
- Lors de l'analyse d'échantillons très acides, des aérosols peuvent se former dans le réceptacle de condensat TIC. La capacité du piège à halogènes s'épuise vite. De plus, le piège à eau s'obstrue. Ces deux composants doivent donc être fréquemment remplacés. Autant que possible, diluer de tels échantillons avant la mesure, par ex. 1:10.
 - En cas de très forte formation d'aérosols, l'analyseur est immédiatement protégé par le piège à aérosols intégré (piège à eau) ; l'alimentation en gaz porteur est automatiquement interrompue. Desserrer le tuyau du piège à eau à l'avant pour protéger également l'analyseur.
 - Pour l'acidification des échantillons, utiliser de l'acide analytiquement pur (HCl (2 mol/l)) et le préparer à base d'acide concentré et d'eau TOC.
 - Pour la détermination TIC, utiliser exclusivement de l'acide orthophosphorique (H₃PO₄, 10 %), produit à partir d'acide concentré (pour analyse) et de l'eau TOC.
 - Les solutions des substances suivantes conviennent comme étalons : phthalate d'hydrogène de potassium, carbonate de sodium/bicarbonate de sodium, saccharose.
 - Pour l'application et la conservation des solutions, n'utiliser que des récipients en verre sans particules (fioles jaugées, coupelles d'échantillons).
 - Pour la préparation et le stockage de solutions avec de très faibles concentrations (<1 mg/l), s'assurer que les substances contenues dans l'air du laboratoire (CO₂, vapeurs organiques) modifient la concentration des solutions. Les mesures suivantes peuvent aider :
 - Garder le volume libre au-dessus des liquides, ce que l'on appelle l'espace libre, aussi petit que possible.
 - Pendant le fonctionnement du distributeur d'échantillons, recouvrir les coupelles sur le porte-échantillon avec un film. Cela est particulièrement important en mode différentiel, car les échantillons restent longtemps sur le porte-échantillons.
 - Supprimer les sources de vapeurs organiques.
 - En option : Remplir l'espace supérieur des échantillons de gaz inerte.

5.2 Mettre en marche l'analyseur



REMARQUE

Risque de dommages matériels avec de la laine de cuivre usagée

Dommages causés aux composants optiques et électroniques de l'analyseur par des produits de combustion agressifs en cas d'utilisation de laine de cuivre dans le piège à halogènes !

- Ne faire fonctionner l'appareil qu'avec un piège à halogènes en état de marche !
- Remplacer la totalité de la garniture du piège à halogènes lorsque la moitié de la laine de cuivre ou lorsque la laine de laiton est décolorée !

Avant la mise sous tension de l'analyseur, vérifier :

- Le tuyau de déchets est connecté à un collecteur de déchets approprié ou à une évacuation. Une évacuation libre est garantie. La capacité du collecteur à déchets est suffisante.
- L'alimentation en gaz est correctement raccordée et la pression d'admission est exactement 400 ... 600 kPa.
- Il y a suffisamment d'acide phosphorique dans le flacon de réactifs. Par détermination TIC, un volume de 0,5 ml d'acide est nécessaire.
- Le piège à halogènes est raccordé, rempli de laine de cuivre et de laiton. La laine de cuivre et de laiton n'est pas usée.
- Tous les tuyaux sont correctement raccordés et en bon état.
- Tous les accessoires en option (distributeur d'échantillons, module pour solides, et.) sont raccordés.

Préparer les échantillons et mettre l'analyseur sous tension comme suit :

- ▶ Ouvrir la valve du détendeur de l'alimentation en gaz.
- ▶ Mettre l'ordinateur en marche.
- ▶ Mettre les autres composants en option sous tension.
- ▶ Mettre l'analyseur sous tension à l'aide de l'interrupteur principal. La DEL d'état sur la porte avant gauche s'allume en vert.
- ▶ Démarrer le logiciel de commande et d'évaluation sur le PC. Se connecter avec le nom d'utilisateur et le mot de passe.
- ▶ Répondre la question **Initialize analyzer?** avec **[Yes]**.
 - ✓ Une fois l'utilisateur identifié, le logiciel initialise le système d'analyse et interroge les composants raccordés. Le débit de gaz de mesure atteint sa valeur de consigne (160 ml/min) après une durée d'env. 1 ... 2 min.
- ▶ Lorsque l'analyseur n'est pas prêt pour la mesure après 30 min et qu'un ou plusieurs composants sont encore représentés en rouge dans la fenêtre **System state** :
 - Contrôler que les raccords pour tuyaux sont bien fixés et effectuer une recherche d'erreur.
- ▶ Pour les mesures NPOC : Régler le débit d'évacuation NPOC. Le débit d'évacuation NPOC est préréglé sur 50 ... 160 ml/min. Suivant les mesures, le débit d'évacuation peut être augmenté ou diminué.
 - ✓ L'analyseur est prêt pour la mesure.

Voir également

📖 Élimination des pannes [▶ 123]

📖 Réglage du débit d'évacuation NPOC [▶ 99]

5.3 Arrêter l'analyseur

Passer en mode Veille

Recommandation : Mettre l'analyseur en mode veille en cas de pauses de mesure de plus de 30 minutes.

- ▶ Cliquer sur le bouton **[Exit]** sur l'interface logicielle.
 - ✓ La fenêtre **Program End** s'ouvre.
- ▶ Rincer l'appareil d'analyse lors de la mesure sans distributeur d'échantillons :
 - Cocher la case de contrôle **Reverse Rinse Analyzer**. Avant de procéder au rinçage par inversion, placer la canule d'aspiration d'échantillons dans le conteneur de déchets.
- ▶ Rincer l'appareil d'analyse lors de la mesure avec distributeur d'échantillon AS vario, EPA Sampler:
 - Cocher la case de contrôle **Reverse Rinse Analyzer**. Le contenu du tuyau d'aspiration d'échantillons est automatiquement rincé par inversion dans le récipient de rinçage.
- ▶ Rincer l'appareil d'analyse lors de la mesure avec distributeur d'échantillon AS 10e, AS 21hp:
 - Mesurer au terme de la séquence un échantillon d'eau extra-pure. (Les distributeurs d'échantillons ne disposent pas d'un récipient de rinçage, celui-ci étant requis pour le rinçage par inversion.)
 - Cocher la case de contrôle **Reverse Rinse Analyzer**.
- ▶ Activer l'option **Stand-by Analyzer** confirmer avec **[OK]**.
 - ✓ L'analyseur reste en mode Veille.

Quand le lavage par inversion est activé, le tuyau d'aspiration d'échantillons est lavé avec de l'eau extra-pure. Le débit de gaz est mis à l'arrêt et la température de veille est réglée.

Mise à l'arrêt avant un arrêt prolongé

Recommandation : Mettre l'analyseur hors tension avant un arrêt prolongé (week-end, vacances).

- ▶ Cliquer sur le bouton **[Exit]** sur l'interface logicielle.
 - ✓ La fenêtre **Program End** s'ouvre.
- ▶ Rincer l'appareil d'analyse lors de la mesure sans distributeur d'échantillons :
 - Cocher la case de contrôle **Reverse Rinse Analyzer**. Avant de procéder au rinçage par inversion, placer la canule d'aspiration d'échantillons dans le conteneur de déchets.
- ▶ Rincer l'appareil d'analyse lors de la mesure avec distributeur d'échantillon AS vario, EPA Sampler:
 - Cocher la case de contrôle **Reverse Rinse Analyzer**. Le contenu du tuyau d'aspiration d'échantillons est automatiquement rincé par inversion dans le récipient de rinçage.
- ▶ Rincer l'appareil d'analyse lors de la mesure avec distributeur d'échantillon AS 10e, AS 21hp:
 - Mesurer au terme de la séquence un échantillon d'eau extra-pure. (Les distributeurs d'échantillons ne disposent pas d'un récipient de rinçage, celui-ci étant requis pour le rinçage par inversion.)

- Cocher la case de contrôle **Reverse Rinse Analyzer**.
- ▶ Activer l'option **Switch off Analyzer** confirmer avec **[OK]**.
 - ✓ L'analyseur est mis à l'arrêt.

Lorsque le lavage par inversion est activé, le tuyau d'aspiration des échantillons est rincé à l'eau extra-pure. Le réceptacle de condensat TIC est pompé. L'analyseur s'arrête. Le débit de gaz est mis à l'arrêt et le four refroidit.

5.4 Réalisation du calibrage

5.4.1 Préparer et démarrer l'étalonnage

Le logiciel de commande et d'évaluation permet d'adapter l'analyse aux mesures à effectuer de manière personnalisée grâce au choix de la méthode. Une mesure optimale avec la mesure correspondante nécessite son propre étalonnage pour chaque paramètre d'analyse et chaque canal de mesure. Il n'est pas absolument nécessaire d'étalonner tous les paramètres dans une méthode.

Pour chaque paramètre, il est possible d'étalonner dans une méthode jusqu'à trois fonctions d'étalonnage.

Effectuer l'étalonnage comme suit :

- ▶ Sélectionner le type d'alimentation des échantillons dans la fenêtre **System state** : **[manual]** ou **[Sampler]**.
 - ✓ L'initialisation de l'analyseur est initialisée.
- ▶ Accéder à l'ordre de menu **Measurement | Calibration**.
- ▶ Dans la demande suivante, choisir la méthode à étalonner ou charger un tableau d'étalonnage déjà présent
- ▶ Suivre les autres instructions du logiciel.
 - ✓ La fenêtre **Calibration - Data of new calibration** s'ouvre.

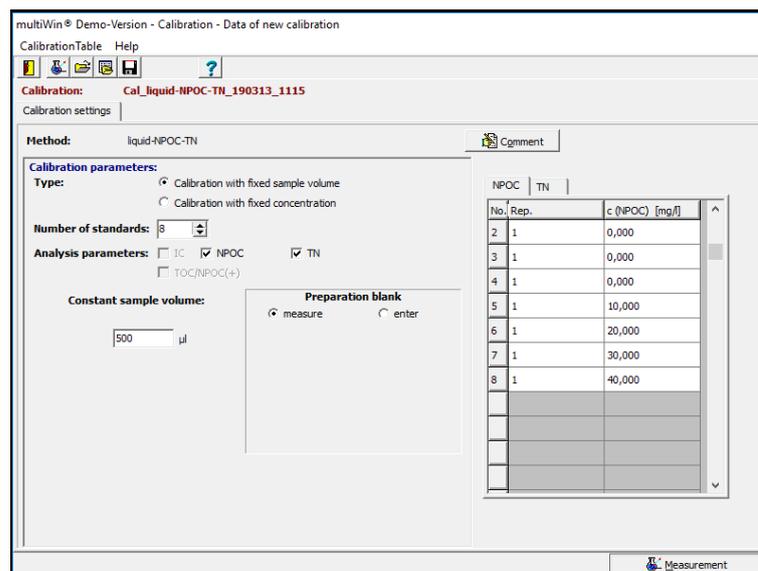


Fig. 51 Données sur le nouvel étalonnage

- ▶ Sélectionner le type d'étalonnage dans le groupe **Calibration Parameters** :

- Effectuer de préférence des étalonnages plusieurs points avec des **volumes d'échantillon constants** et des concentrations variables. Dans le champ d'entrée **constant sample volume**, le volume défini dans la méthode est automatiquement entré. Ne modifier le pré réglage que si le volume d'injection des étalons s'écarte du volume défini dans la méthode.
- ▶ Pour les étalonnages avec une **concentration constante**, saisir la concentration de l'étalon dans le champ de saisie.
- ▶ Dans le champ de saisie **Number of standards**, saisir le nombre de points d'étalonnage.
- ▶ Dans la zone **Analysis parameters**, sélectionner les paramètres d'analyse de la méthode chargée.
 - Pour l'étalonnage du paramètre NPOC plus et les concentrations supérieures à $c > 0,5$ mg/l, les paramètres IC et TC doivent être activés séparément.
- ▶ Utiliser l'étalonnage pour les paramètres TOC/NPOC plus pour la plage de concentration inférieure. Un étalonnage monopoint suffit dans la plage de concentration inférieure.
- ▶ Le logiciel affiche le type d'alimentation des échantillons sous **Sample introduction**. Cette indication est purement informative et n'est pas modifiable ici.
- ▶ Sélectionner dans le groupe **Preparation blank** la manière dont la valeur à blanc de l'eau de préparation de l'étalon doit être prise en compte.
 - Champ de sélection **Measure** :
la teneur de l'eau de préparation est mesurée séparément immédiatement avant l'étalonnage. Pour cela, préparer un récipient d'eau de préparation sur le distributeur d'échantillons en première position.
Dans le cas d'une distribution manuelle de l'échantillon, le logiciel vous invite à préparer l'eau de préparation.
 - Champ de sélection **Enter** :
saisir la teneur de l'eau de préparation en tant que valeur.
Indiquer la valeur à blanc de l'eau de préparation **1 ml** de manière normalisée. Si la valeur du blanc de l'eau de préparation n'est pas prise en compte, saisir « **0** » dans le champ de saisie.
- ▶ Remplir le tableau d'étalonnage pour chaque paramètre selon les solutions étalons fournies.
- ▶ Dans la colonne **Rep.**, le logiciel reprend automatiquement le nombre de mesures répétées définies dans la méthode. Si la sélection de défauts est activée dans la méthode, le nombre maximum de mesures répétées est entré.
Si nécessaire, modifier manuellement le nombre de mesures répétées pour chaque étalon.
- ▶ Lorsque le tableau d'étalonnage doit être réutilisé ultérieurement : Enregistrer le tableau d'étalonnage avec le ordre de menu **CalibrationTable | Save CalibrationTable** et **Save CalibrationTable as**.
Les tableaux d'étalonnage comprennent automatiquement l'extension *.kaltab et sont enregistrés sous ...\\Calibration\\Tables.
- ▶ Cliquer sur le bouton **Start measurement**. Observer les autres consignes du logiciel.
 - ✓ Selon la méthode sélectionnée et le type de distribution d'échantillons, d'autres questions s'affichent. En cas de distribution d'échantillons avec le distributeur d'échantillons, la fenêtre **Current sample data** s'ouvre.

Pos.	Activation	State sample	Sample ID	Method	Dimension	Sample type	Salt
1			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz00	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Preparation blank	15C
2			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz01	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
3			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz02	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
4			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz03	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
5			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz04	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
6			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz05	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
7			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz06	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
8			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz07	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
9			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz08	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
10			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz09	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
11			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz10	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
12			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz11	NPOC_reag_Ka	c: mg/l	Calibration	15C
13							
14							
15							
16							
17							

Fig. 52 Données d'échantillons actuelles

- ▶ Valider les étalons dans la fenêtre **Current sample data**. Quitter la fenêtre avec le bouton [✓].
- ▶ La fenêtre **Measurement** s'ouvre. Cliquer sur le bouton [Start F2].
 - ✓ L'étalonnage commence.

5.4.2 Affichage des résultats de l'étalonnage

Après le traitement de toutes les mesures d'étalonnage, le logiciel ouvre automatiquement le rapport d'étalonnage dans la fenêtre **Calibration - Calibration Settings**. Le rapport d'étalonnage peut être modifié. Le rapport d'étalonnage peut également être ouvert ultérieurement via l'ordre de menu **Data Evaluation | CalibrationReport | Selection CalibrationReport**.

La fenêtre **Calibration - Calibration Settings** dispose de l'onglet **Calibration data** et de l'onglet **Calibration results**.

L'onglet **Calibration data** affiche les paramètres d'étalonnage. Le bouton [Comment] permet de saisir une note. Utiliser [Signature] pour signer l'étalonnage. Dans le logiciel pharmaceutique multiWin, seule une méthode ayant le statut de signature « authorized » peut être utilisée pour l'étalonnage.

L'onglet **Calibration results** résume les résultats pour chaque paramètre étalonné.

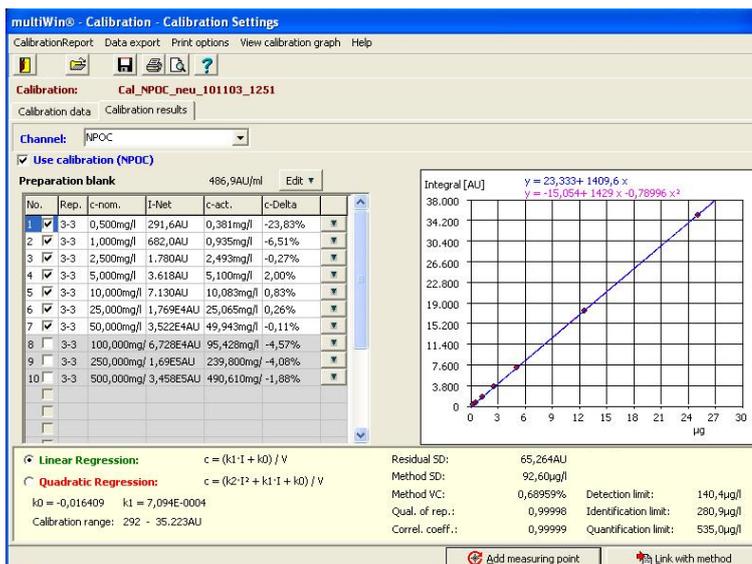


Fig. 53 Données sur l'étalonnage effectué

Onglet Calibration results:

Tableau de résultats	<p>Affichage de :</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ Nombre de déterminations ■ Concentration théorique définie (à volume d'échantillon constant) ou ■ volume d'échantillon utilisé (à concentration constante) ■ Moyennes de l'intégrale de mesure ■ Moyennes des concentrations calculées ■ Écart en pourcentage entre la concentration calculée et la concentration théorique
Linear Regression / Quadratic Regression	<p>Selon la méthode choisie, le logiciel calcule l'équation de régression et les caractéristiques de procédé à partir de valeurs individuelles ou à partir des valeurs moyennes des intégrales nettes. Le logiciel affiche les coefficients d'étalonnage pour le type de régression sélectionné.</p>
Diagramme d'étalonnage	<p>Le menu View calibration graph permet de basculer sur la représentation du diagramme d'étalonnage.</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ Axe x – masse, axe y– Intégrale (détermination des coefficients d'étalonnage) ■ Axe x – Intégrale, axe y– Masse (détermination des caractéristiques de procédé)
Caractéristiques du procédé	<p>Limite de détermination et de détection :</p> <p>Le logiciel calcule les caractéristiques de procédé sur la base de DIN 32645 (fonction d'étalonnage) avec un niveau de signification de P = 95 %.</p> <p>Le logiciel détermine la limite de détermination pour une insécurité de résultat relative de 33,3 % (avec facteur k = 3).</p>

5.4.3 Modifier un étalonnage

Vous pouvez modifier un étalonnage :

- Sélectionner le type de régression

Vous pouvez choisir entre la régression linéaire et quadratique. Le logiciel indique les coefficients d'étalonnage et les caractéristiques de procédé pour le type de régression sélectionné.

- Désactiver des points de mesure individuels

Tous les points de mesure activés par dans la colonne **No.** dans le tableau de résultats sont entrés dans le calcul de régression. Vous pouvez désactiver un point de mesure en décochant la case. Cliquer pour cela dans la colonne **No.**

Lorsque vous désactivez tous les points de mesure, le logiciel décoche la case pour tout le canal d'étalonnage.

- Désactiver des valeurs de mesure individuelles

Vous pouvez afficher les valeurs de mesure individuelles en cliquant sur le bouton à la fin de chaque ligne. Vous pouvez désactiver ensuite les valeurs de mesure individuelles en décochant la case dans la colonne **use**.

- Activer / désactiver les valeurs de mesure pour l'eau de préparation

Vous pouvez consulter les valeurs de mesure individuelles, qui ont été déterminées pour l'eau de préparation, en cliquant sur le bouton **[Edit]**. Vous pouvez activer ou désactiver les valeurs de mesure individuelles.

- Ajouter des points de mesure

Vous pouvez élargir un étalonnage existant de points de mesure supplémentaires. Effectuer une mesure d'étalonnage avec la même méthode. Sélectionner le rapport d'étalonnage à la fin de la mesure via le bouton **[Add measuring point]**. Ajouter de nouveaux points de mesure pour l'étalonnage.

Le logiciel calcule les coefficients d'étalonnage, les caractéristiques de procédé et la courbe de régression après chaque modification.

5.4.4 Relier l'étalonnage à la méthode

Relier les paramètres d'étalonnage comme suit à une méthode :

- ▶ Sélectionner la plage d'étalonnage pour les paramètres correspondants (p. ex. NPOC).
Il est possible de relier jusqu'à **trois plages d'étalonnage linéaires** par paramètre avec une méthode. Les plages doivent se chevaucher et ne doivent présenter aucune lacune.
Pour les **fonctions d'étalonnage quadratique**, seule une plage d'étalonnage peut être reliée à la méthode.
 - ▶ Pour chaque plage d'étalonnage et paramètre d'analyse devant être reliés à une méthode, activer le champ **Use calibration** en cochant la case.
Il n'est pas nécessaire d'adopter tous les paramètres dans la méthode.
 - ▶ Cliquer sur le bouton **[Link with method]**.
 - ▶ Répondre à la question suivante : **Link with the calibration method?**
 - **[Yes]** (en règle générale). Le logiciel relie l'étalonnage à la méthode étalonnée.
 - **[No]**. Le logiciel relie l'étalonnage avec une méthode de votre choix. Le logiciel ne vérifie pas si les paramètres de méthode de l'étalonnage correspondent avec la méthode sélectionnée.
- ✓ La fenêtre **Link with method: (...)** s'ouvre.

La fenêtre indique les coefficients d'étalonnage actuels (colonne de droite) et les nouveaux coefficients d'étalonnage (colonne de gauche). L'affichage des paramètres (p. ex. IC/NPOC) peut être changé.

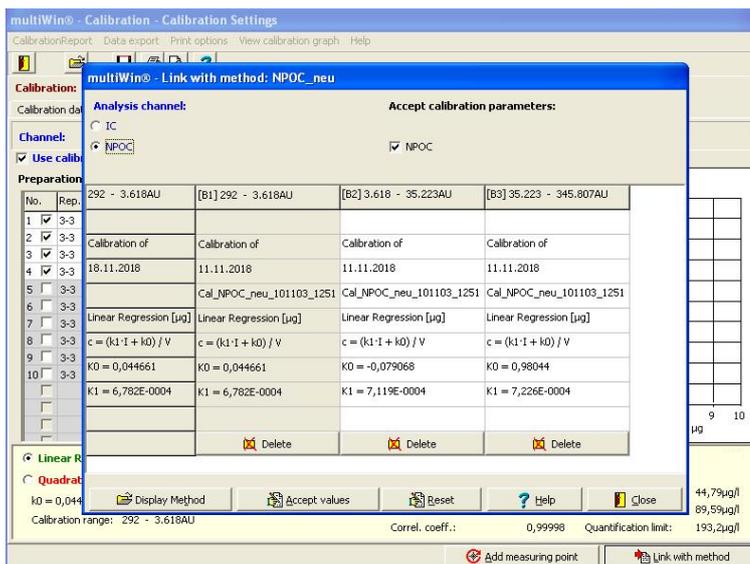


Fig. 54 Liaison d'un étalonnage avec une méthode (3 plages d'étalonnage)

La reprise des plages d'étalonnage dépend des plages d'étalonnage déjà enregistrées dans la méthode et de la nouvelle plage d'étalonnage :

<p>Pas de plage d'étalonnage</p>	<p>Reprendre avec le bouton [Accept values] les données d'étalonnage actuelles.</p> <p>Les mêmes coefficients d'étalonnage apparaissent dans les colonnes de droite et de gauche.</p>
<p>Une ou deux plages d'étalonnage présentes</p>	<p>Étendre les plages d'étalonnage existantes :</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ Reprendre avec le bouton [Accept values] les nouvelles données d'étalonnage. Le logiciel attribue la nouvelle plage aux plages existantes. ■ Vérifier si les plages sont reliées de manière consécutive. <p>Remplacer les plages d'étalonnage existantes :</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ Supprimer la plage d'étalonnage. ■ Reprendre les données d'étalonnage actuelles avec [Accept values].
<p>Trois plages d'étalonnage présentes</p>	<p>Jusqu'à trois plages d'étalonnage par paramètre sont possibles dans une méthode.</p> <p>Lorsque trois plages d'étalonnage sont déjà disponibles, les plages peuvent uniquement être remplacées :</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ Supprimer la plage souhaitée de la colonne droite avec le bouton [Delete]. ■ Reprendre avec [Accept values] les données d'étalonnage actuelles. ■ Vérifier si les plages sont reliées de manière consécutive.

D'une manière générale :

- Après avoir cliqué sur **[Accept values]**, le logiciel attribue automatiquement les plages d'étalonnage.
- Cliquer sur **[Delete]** vous permet de présélectionner la plage devant être remplacée.
- Une liaison sans lacune signifie que : la grande surface d'une plage d'étalonnage correspond à la petite surface de la plage d'étalonnage suivante.
- Le logiciel reprend les paramètres d'étalonnage pour toutes les analyses suivantes que vous effectuez avec la méthode.

5.4.5 Gestion des données d'étalonnage

- Imprimer les données d'étalonnage
- ▶ Dans la fenêtre **Calibration - Calibration Settings**, activer l'option **Use calibration**.
 - ▶ Définir l'étendue à imprimer dans le menu **Print options** :
 - Imprimer le diagramme d'étalonnage et/ou
 - Imprimer chaque intégrale de chaque canal étalonné
 - ▶ Démarrer l'impression avec l'ordre de menu **CalibrationReport | Print**.
- Exporter des données d'étalonnage
- Les données d'étalonnage sont exportées via le menu **Data export** dans la fenêtre **Calibration - Calibration Settings**. Vous disposez des possibilités suivantes pour exporter les données d'étalonnage :
- Rapport d'étalonnage dans un fichier d'exportation
Le rapport d'étalonnage (avec l'extension *.ajc) est enregistré dans le dossier d'exportation ...Étalonnage.
 - Exportation dans un fichier CSV (avec l'extension *.csv)
Le fichier CSV est enregistré dans le dossier pré-régulé (pré-régulé ...multiWin\CSV).
La sélection du répertoire se fait dans la fenêtre **Options**, onglet **Files and Directories**. Ouvrir la fenêtre via l'ordre de menu **Configuration | Edit options**.
 - Exportation dans le bloc-note
- Rouvrir le rapport d'étalonnage
- ▶ Dans la fenêtre principale, accéder à l'ordre de menu **Data Evaluation | Calibration-Report**.
 - ▶ Sélectionner dans la fenêtre **Selection CalibrationReport** le rapport d'étalonnage.
En cas de besoin : Remplacer le filtre dans la fenêtre **Selection CalibrationReport**.
Ou trier les enregistrements en cliquant dans une ligne d'en-tête.
 - ▶ Marquer le rapport d'étalonnage et cliquer sur le bouton **[OK]**.
✓ Le rapport d'étalonnage s'affiche.

5.5 Effectuer une mesure

Remarque : Dans le logiciel pharmaceutique multiWin, seules les méthodes ayant le statut **authorized** peuvent être utilisées pour la mesure.

5.5.1 Mesure avec injection manuelle

- ▶ Insérer la canule d'aspiration des échantillons et la canule d'évacuation pour les mesures dans l'échantillon.
- ▶ Avec la commande de menu **Method | New**, créer une nouvelle méthode.
- ▶ Ou bien : Charger une méthode disponible. Avec la commande de menu **Method | Load**, ouvrir la fenêtre **Method selection**. Sélectionner la méthode souhaitée. Confirmer la sélection en cliquant sur **[OK]**.
- ▶ Dans la fenêtre **System state**, sélectionner la distribution d'échantillons manuelle en cliquant sur **[manual]**.
✓ Le logiciel initialise l'analyseur.
- ▶ Contrôler les affichages suivants dans la fenêtre **System state**.
 - Banc optique

- Détecteur d'azote
- Débit de gaz
- Température
- ▶ Lorsqu'un affichage est rouge : Effectuer une recherche d'erreur.
- ▶ Démarrer la mesure : Cliquer sur **Start measurement**. Ou bien : Accéder à l'ordre de menu **Measurement | Measurement start**.
 - ✓ La fenêtre **Measurement start** s'ouvre.
- ▶ Saisir l'ID d'échantillons et, si souhaité, un nom pour le tableau d'analyses. Si nécessaire, saisir la dilution, le type d'échantillons, l'unité et un commentaire.
- ▶ Avec **[Start]**, ouvrir la fenêtre **Measurement**.
- ▶ Lancer la mesure avec un clic sur **[Start F2]**. Observer les consignes du logiciel.
- ▶ À la fin de la mesure, les résultats apparaissent dans le rapport d'analyse ou dans le tableau d'analyse choisi.

Vous pouvez définir d'autres champs dans la fenêtre **Options**, dans l'onglet **FreeStrings** pour la saisie d'informations relatives aux échantillons lors de mesures manuelles, telles que les informations relatives au prélèvement des échantillons.

Les nouveaux champs s'affichent dans la fenêtre **Measurement start**, onglet **FreeStrings**. Vous pouvez remplir les champs avec les informations relatives aux échantillons.

Voir également

- 📖 Élimination des pannes [▶ 123]

5.5.2 Mesure avec distributeur d'échantillon



REMARQUE

Risque de détérioration de l'appareil

Si le distributeur d'échantillons n'est pas ajusté ou l'est de manière incorrecte, l'outil de distribution d'échantillons en service peut entrer en collision avec une surface dure. Ce faisant, l'outil de distribution d'échantillons tout comme l'entraînement peuvent s'en trouver endommagés.

- Ajuster le distributeur d'échantillons avant la première utilisation ainsi qu'après les travaux de transformation, le transport et le stockage.

- ▶ Avec la commande de menu **Method | New**, créer une nouvelle méthode.
- ▶ Ou bien : Charger une méthode disponible. Avec la commande de menu **Method | Load**, ouvrir la fenêtre **Method selection**. Sélectionner la méthode souhaitée. Confirmer la sélection en cliquant sur **[OK]**.
- ▶ Dans la fenêtre **System state**, sélectionner la distribution d'échantillons automatique en cliquant sur **[Sampler]**.
 - ✓ Le logiciel initialise l'analyseur.
- ▶ Contrôler les affichages suivants dans la fenêtre **System state**.
 - Banc optique
 - Détecteur d'azote
 - Débit de gaz
 - Température

- ▶ Lorsqu'un affichage est rouge : Effectuer une recherche d'erreur.
- ▶ Remplir les verres à échantillons avec l'échantillon liquide. Placer les verres à échantillons sur le porte-échantillon.
- ▶ Pour les mesures NPOC avec AS vario : Le distributeur d'échantillons peut acidifier automatiquement les échantillons. Remplir pour cela le réservoir d'acide avec HCl (2 mol/l). Placer le réservoir d'acide dans l'emplacement réservé aux acides sur le porte-échantillon :
 - Position 28 sur le porte-échantillons 47
 - Position 42 sur le porte-échantillons 52
 - Position 55 sur le porte-échantillons 72
 - Position 85 sur le porte-échantillons 100
 - Position 131 sur le porte-échantillons 146
 - Le distributeur d'échantillons ne peut pas simultanément acidifier et diluer les échantillons. Pour l'acidification automatique : Sous **Options | Process control**, désactiver l'élément de menu **Use dilution algorithm**.
Lorsque l'algorithme de dilution est activé, acidifier les échantillons à la main.
- ▶ Pour les mesures NPOC avec le distributeur EPA : Placer le réservoir d'acide sur la position 54 sur le porte-échantillons.
- ▶ Pour les mesures NPOC avec le distributeur POC : Placer le réservoir d'acide sur la position 51 sur le porte-échantillons.
- ▶ Démarrer la mesure : Cliquer sur **Start measurement**. Ou bien : Accéder à l'ordre de menu **Measurement | Measurement start**.
 - ✓ La fenêtre **Measurement start** s'ouvre.
- ▶ Dans la fenêtre **Measurement start**, saisir un nom pour un nouveau tableau d'analyse. Ou bien : Avec **[Edit]**, sélectionner un tableau d'analyse disponible.
- ▶ Avec **[Start]**, ouvrir la fenêtre **Current sample data**.
- ▶ Ouvrir et agrandir un tableau de rack disponible.
Ou bien : Dans le nouveau tableau de rack saisir l'ID d'échantillons dans la colonne **Sample ID**. Ce faisant, vérifier l'affectation du porte-échantillon. Si nécessaire, saisir la dilution, le type d'échantillons, l'unité et le commentaire.
- ▶ Valider tous les échantillons ou chaque échantillon séparément avec **[>]**.
- ▶ Confirmer les entrées avec **[✓]**.
 - ✓ Le tableau de rack est fermé. Il est alors demandé si le tableau de rack doit être enregistré.
- ▶ Lorsque le tableau de rack doit être réutilisé ultérieurement : Répondre avec **[Yes]**. Dans la fenêtre standard d'enregistrement des fichiers, enregistrer le tableau de rack.
- ▶ Dans la fenêtre **Measurement**, démarrer la mesure avec **[Start F2]**. Observer les consignes du logiciel.
 - ✓ À la fin de la mesure, le tableau d'analyse affiche les résultats de la mesure.

Voir également

- 📄 Élimination des pannes [▶ 123]

5.6 Dilution

L'analyseur peut diluer automatiquement les échantillons sur le distributeur d'échantillons. Pour cela, un distributeur d'échantillons spécial avec un porte-échantillons spécial est nécessaire : Distributeur d'échantillons AS vario, porte-échantillons 47.

Lors d'un montage ultérieur, vous recevrez à la livraison de l'unité de dilution un Key-Code. Après la modification ou l'extension du système d'analyse, une nouvelle validation par KeyCode est nécessaire.

- ▶ Se connecter en tant qu'administrateur dans le logiciel.
- ▶ Accéder à l'ordre de menu **Configuration | KeyCode**.
 - ✓ Le logiciel est automatiquement fermé.
- ▶ Lors du redémarrage du programme : Saisir le KeyCode dans la question.
 - ✓ L'analyseur est validé pour la dilution automatiquement.

5.6.1 Dilution automatique TC

Utiliser la dilution automatique quand vous devez examiner des échantillons à teneur très élevée en TC ou dans une matrice d'échantillons inconnue très chargée.

La dilution automatique présente les avantages suivants :

- Vous chargez le réacteur inutilement avec un taux élevé de sels et d'acides inorganiques. vous augmentez ainsi sa durée de vie.
- L'automatisation vous permet d'économiser un temps de travail précieux.
- Vous ne pouvez réaliser aucun étalonnage supplémentaire pour la grande plage de concentration.

Utiliser la dilution automatique comme suit :

- ▶ Placer le porte-échantillons de dilution spécial (47) et installer le support de canule adapté sur le distributeur d'échantillons.
- ▶ Avec la commande de menu **Configuration | Edit options**, accéder à la fenêtre **Options**, à l'onglet **Analyzer components**.
- ▶ Dans le groupe **Sampler**, sélectionner la taille de tablette 47.
- ▶ Valider la dilution dans l'onglet **Process control**. Cocher la case pour activer le champ **Use dilution algorithm**.
- ▶ Activer l'option **Automatic dilution**.
- ▶ Placer les verres à échantillons sur le porte-échantillons (50 ml).
- ▶ Remplir les verres à échantillons d'échantillons devant être dilués (12 ml). Remplir le porte-échantillons avec les échantillons.
- ▶ Remplir les verres à échantillons ne devant pas être dilués (50 ml).
- ▶ Remplir d'eau extra-pure le flacon d'eau pure.
- ▶ Accéder à l'ordre de menu **Instrument | Sampler Alignment** la fenêtre du même nom.
- ▶ Ajuster la canule d'aspiration par rapport au porte-échantillon.
- ▶ Activer le champ **Dluent position**. Ajuster la position 1 dans un grand verre à échantillons (50 ml).
- ▶ Vérifier la position 1 dans un petit verre à échantillons (12 ml).

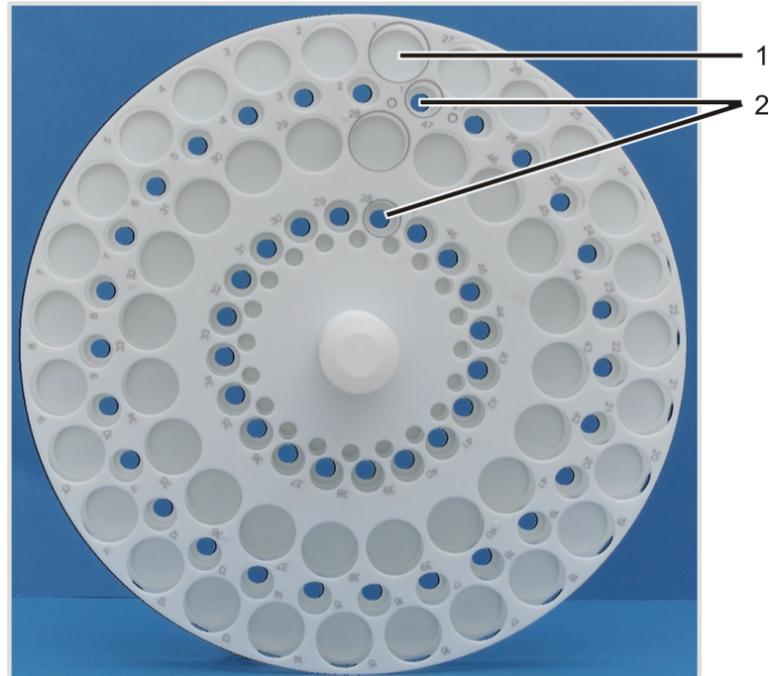


Fig. 55 Panier de dilution

1 Position 1 ... 47 pour les récipients (50 ml)

2 Position 1 ... 47 pour les récipients (12 ml)

- ▶ Si nécessaire, accéder à l'ordre de menu **Measurement | Preparation blank**. Déterminer la valeur à blanc de l'eau de dilution.
 - ✓ Le processus est défini en interne. L'eau pour la détermination de la valeur à blanc est prélevée dans le flacon d'eau extra-pure.
- ▶ Créer un nouveau tableau de rack. Ou bien : Charger un tableau de rack existant.
- ▶ Dans le champ **Dilution**, sélectionner le rapport de dilution souhaité. Les dilutions suivantes sont possibles : **1 in 5, 1 in 10, 1 in 25, 1 in 50, 1 in 100**.
- ▶ Démarrer la mesure.

Lors de la dilution automatique, observer les points suivants :

- Le distributeur d'échantillons dilue les échantillons originaux selon le rapport de dilution sélectionné dans les verres à échantillons préparés (50 ml).
- Lors du travail en mode NPOC, les échantillons d'une série complète sont dilués puis analysés par le distributeur d'échantillons. Le distributeur d'échantillons évacue les échantillons dilués.
- Lorsque l'algorithme de dilution est activé, l'option pour l'acidification automatique d'un échantillon est désactivée dans le logiciel. Pour les méthodes NPOC, les échantillons originaux doivent donc être acidifiés manuellement. Alternativement, vous pouvez pipeter l'acide dans les grands verres à échantillons dans lesquels le distributeur d'échantillons dilue les échantillons.

Dans les deux cas, vérifier si le taux pH des échantillons est de < 2 . Ce n'est qu'alors que le distributeur d'échantillons peut éliminer complètement les composés carbonés inorganiques (TIC) lors du soufflage.

- Le nombre de déterminations multiples possibles dépend de la méthode utilisée, du volume injecté et du nombre de cycles de lavage. Au moins d'une détermination triple doit être possible.

Le logiciel affiche un message d'erreur si le volume d'échantillon dilué n'est pas suffisant. Ajuster les réglages de la méthode.

- La concentration primaire est indiquée dans le rapport d'analyse. Cependant, le rapport d'analyse montre les intégrales de surface qui ont été mesurées pour l'échantillon dilué.

Voir également

- 📖 Ajustage du distributeur d'échantillons AS vario [► 92]

5.6.2 Dilution intelligente TN

Diluer les échantillons hautement concentrés pour la détermination de l'azote pour améliorer le taux de récupération.

En mode dilution, l'analyseur dilue automatiquement les échantillons dont la teneur est de $TN_b > 12$ mg/l. La dilution intelligente est particulièrement intéressante pour les échantillons dont la concentration est inconnue ou les échantillons dont la matrice d'échantillons est inconnue.

Lors de la dilution intelligente, l'analyseur mesure l'échantillon original. Après la première détermination, l'analyseur décide, sur la base de la teneur en TN_b , s'il dilue l'échantillon automatiquement ou s'il procède à des mesures répétées.

Les valeurs de seuil pour la dilution intelligente sont les suivantes :

- à partir d'env. $TN_b > 12$ mg/l : dilution automatique 1 in 10
- à partir d'env. $TN_b > 120$ mg/l : dilution automatique 1 in 20

La valeur de seuil précise dépend :

- Matrice d'échantillons
- du type de composés azotés
- Volume d'échantillon
- de l'état d'usure du tube de combustion

Pour les travaux en mode dilution, étalonner la méthode jusqu'à $TN_b = 15$ mg/l. Évaluer la qualité de la fonction d'étalonnage à l'aide du coefficient de régression. S'assurer que les concentrations RÉELLES sur toute la plage d'étalonnage maximales 5 % s'écartent des concentrations THÉORIQUES. Ce n'est qu'ainsi que vous pourrez obtenir des résultats précis.

Utiliser la dilution intelligente comme suit :

- ▶ Placer le porte-échantillons de dilution spécial (47) et installer le support de canule adapté sur le distributeur d'échantillons.
- ▶ Avec la commande de menu **Configuration | Edit options**, accéder à la fenêtre **Options**, à l'onglet **Analyze components**.
- ▶ Dans le groupe **Sampler**, sélectionner la taille de tablette 47.
- ▶ Valider la dilution dans l'onglet **Process control**. Cocher la case pour activer le champ **Use dilution algorithm**.
- ▶ Sélectionner l'option **Intelligent dilution**.
- ▶ Remplir les échantillons dans les verres à échantillons (50 ml). Placer les verres à échantillons sur le porte-échantillons.
- ▶ Placer les verres à échantillon vide (12 ml) sur le porte-échantillon.
- ▶ Remplir d'eau extra-pure le flacon d'eau pure.
- ▶ Accéder à l'ordre de menu **Instrument | Sampler Alignment** la fenêtre du même nom.
- ▶ Ajuster la canule d'aspiration par rapport au porte-échantillon.
- ▶ Activer le champ **Dluent position**. Ajuster la position 1 dans un grand verre à échantillons (50 ml).

- ▶ Vérifier la position 1 dans un petit verre à échantillons (12 ml).

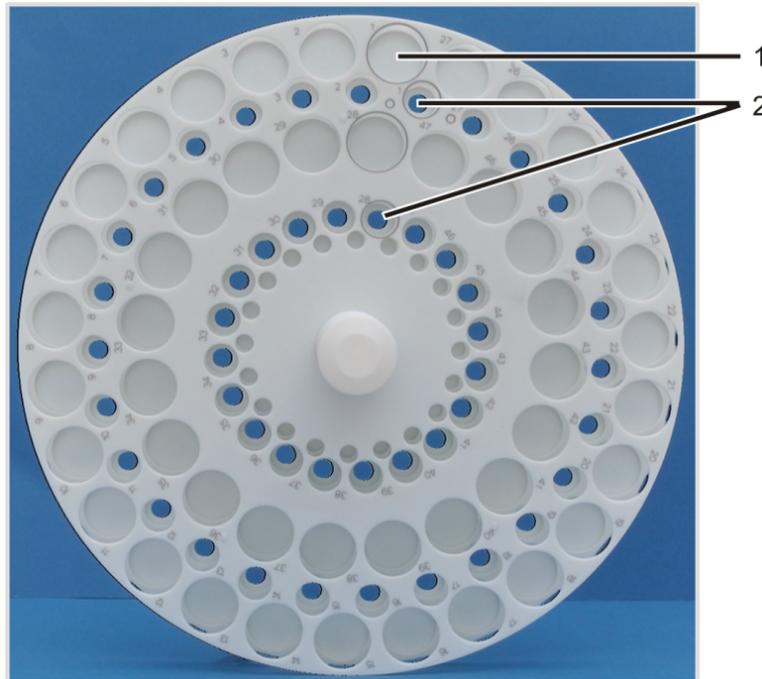


Fig. 56 Panier de dilution

1 Position 1 ... 47 pour les récipients (50 ml)

2 Position 1 ... 47 pour les récipients (12 ml)

- ▶ Si nécessaire, accéder à l'ordre de menu **Measurement | Preparation blank**. Déterminer la valeur à blanc de l'eau de dilution.
 - ✓ Le processus est défini en interne. L'eau pour la détermination de la valeur à blanc est prélevée dans le flacon d'eau extra-pure.
- ▶ Créer un nouveau tableau de rack. Ou bien : Charger un tableau de rack existant.
- ▶ Les dilutions entrées dans le tableau de rack ne se réfèrent pas à la dilution intelligente et n'ont pas d'incidence sur celle-ci. Lorsque vous souhaitez, indépendamment de la dilution intelligente, diluer les échantillons : Diluer les échantillons manuellement avant la mesure. Saisir le rapport de dilution dans la colonne **Dilution** du tableau de rack. Le logiciel calcule la concentration des échantillons dilués automatiquement.
- ▶ Démarrer la mesure.

Lors de la dilution intelligente, observer les points suivants :

- Le nombre de déterminations multiples possibles dépend de la méthode utilisée, du volume injecté et du nombre de cycles de lavage. Au moins d'une détermination triple doit être possible.

Le logiciel affiche un message d'erreur si le volume d'échantillon dilué n'est pas suffisant. Ajuster les réglages de la méthode.
- La concentration primaire est indiquée dans le rapport d'analyse. Cependant, le rapport d'analyse montre les intégrales de surface qui ont été mesurées pour l'échantillon dilué.
- Lorsque l'analyseur dilue un échantillon intelligemment, l'échantillon dilué reçoit un supplément à l'ID d'échantillon initialement attribué :
 - `_iV_1_10` pour les dilutions 1 in 10
 - `_iV_1_20` pour les dilutions 1 in 20

L'échantillon dilué apparaît dans le tableau d'analyse immédiatement après l'échantillon original.

- La dilution intelligente est conçue seulement pour la détermination TN_b et non pour la détermination TC. La dilution intelligente est déclenchée par les seules valeurs de seuil pour TN. Même si vous avez choisi la détermination du carbone dans la méthode, l'analyseur ne détermine le carbone à partir de l'échantillon d'origine en cas de dépassement du seuil de carbone (TC) qu'une seule fois. Le TC est ensuite déterminé à partir de l'échantillon dilué.
- Les échantillons dilués ne sont pas soufflés. Procéder à une analyse à part sans dilution ou avec dilution automatique (TC) pour une détermination précise du TC ou TOC.
- Ne déterminer pas en même temps que la dilution intelligente le TOC en mode différentiel. Le volume d'échantillons dans les petits flacons d'échantillons (12 ml) ne suffit pas pour une détermination triple en mode différentiel.

Voir également

- 📄 Ajustage du distributeur d'échantillons AS vario [► 92]

6 Maintenance et entretien

L'utilisateur n'est pas autorisé à effectuer des travaux d'entretien et de maintenance sur l'appareil et ses composants, allant au-delà des travaux décrits ici.

Observez les remarques de la section « Consignes de sécurité » pour tous les travaux de maintenance. Le respect des consignes de sécurité est essentiel au bon fonctionnement de l'appareil. Respectez tous les avertissements et les indications apposés sur l'appareil ou affichés par le logiciel de commande.

Pour garantir un fonctionnement optimal, la société Analytik Jena recommande un contrôle et une maintenance annuels par le service après-vente.

6.1 Aperçu de la maintenance

Analyseur

Intervalle de maintenance	Mesure de maintenance
Une fois par semaine	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nettoyer et entretenir l'appareil. ▪ Nettoyer le flacon de réactifs et le bac collecteur. ▪ Contrôler le bon serrage des vis de fixation.
Tous les 12 mois	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Remplacer la batterie du détecteur NO électrochimique (ChD, en option) dans la partie latérale droite de l'analyseur.

Système d'alimentation et distributeur d'échantillons

Intervalle de maintenance	Mesure de maintenance
Trimestriel	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Contrôler l'étanchéité de la pompe d'injection.
Tous les 12 mois	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nettoyer la seringue de dosage (de manière anticipée si nécessaire).
En fonction des besoins	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Lors du premier démarrage, du remplacement du porte-échantillons ou de la remise en service après le transport et le stockage : Ajuster le distributeur d'échantillons.

Tuyauterie

Intervalle de maintenance	Mesure de maintenance
Une fois par jour	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Contrôler l'affichage du débit de gaz dans la fenêtre System state.
Une fois par semaine	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Contrôler le bon serrage des raccords pour tuyaux.
Trimestriel	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Contrôler l'étanchéité de la pompe de condensat et d'acide phosphorique.
Tous les 12 mois	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Remplacer le tuyau de pompe.

Système de combustion

Intervalle de maintenance	Mesure de maintenance
Tous les 12 mois	<ul style="list-style-type: none"> Remplacer le tube de combustion (de manière anticipée si nécessaire). Lors du remplacement du tube de combustion : Remplacer le catalyseur.
En cas de besoin	<ul style="list-style-type: none"> Au plus tard après la notification du logiciel : Vérifier l'efficacité du catalyseur et le remplacer. Lors du remplacement du catalyseur : Vérifier que le tube de combustion n'est pas endommagé et le nettoyer.

Séchage et purification du gaz de mesure

Intervalle de maintenance	Mesure de maintenance
Une fois par jour	<ul style="list-style-type: none"> Contrôler le remplissage du piège à halogène. Si la moitié de la laine de cuivre ou de laiton est décolorée, remplacer la garniture.
Trimestriel	<ul style="list-style-type: none"> Contrôler l'absence de fissures et de dommages sur le réceptacle de condensat TIC et le serpentin de condensation.
Tous les 6 mois	<ul style="list-style-type: none"> Remplacer les pièges à eau sur la face avant et la boîte à gaz.
Tous les 12 mois	<ul style="list-style-type: none"> Nettoyer le réceptacle de condensat TIC et le serpentin de condensation (de manière anticipée si nécessaire).

Module POC

Intervalle de maintenance	Mesure de maintenance
Une fois par mois, de manière anticipée si nécessaire	<ul style="list-style-type: none"> Contrôler le bon fonctionnement de l'adsorbant. Contrôler l'étanchéité du module. Remplacer le septum sur le Port POC.
En cas de besoin	<ul style="list-style-type: none"> Si le matériau de l'adsorbant est aggloméré, remplacer l'adsorbant.

Détecteur de chimiluminescence (DCL)

Intervalle de maintenance	Mesure de maintenance
Tous les 12 mois	<ul style="list-style-type: none"> Remplacer la cartouche de l'adsorbant.

6.2 Ajustage et réglage

6.2.1 Remarques générales pour l'ajustage du distributeur d'échantillon

Lors de l'ajustage, les canules sont ajustées par rapport au panier à échantillons de façon à ce qu'elles soient immergées de manière optimale dans le vial échantillon ou le récipient de rinçage.

Il est nécessaire d'ajuster le distributeur d'échantillon :

- avant le premier démarrage

- après tout changement de porte-échantillons
- lors de la remise en service après transport ou stockage

L'ajustage des distributeurs d'échantillons AS 10e et AS 21hp est décrit avec l'installation et la mise en service.

Voir également

- 📄 Mise en place du distributeur d'échantillons et mise en service [▶ 47]

6.2.2 Ajustage du distributeur d'échantillons AS vario



REMARQUE

Risque de torsion

Les canules peuvent se tordre lors de l'ajustage.

- Avant l'ajustage, desserrer les raccords vissés sur les canules.
-
- ▶ Démarrer le logiciel. Attendre l'initialisation de l'appareil.
 - ▶ Accéder à l'ordre de menu **Instrument | Sampler Alignment** la fenêtre du même nom.
 - ▶ Dans le groupe **Please select position needing adjustment** sélectionner l'entrée **needle** dans le champ de liste.
 - ✓ Le bras du distributeur d'échantillons se déplacer via les points d'ajustage sur le porte-échantillons.

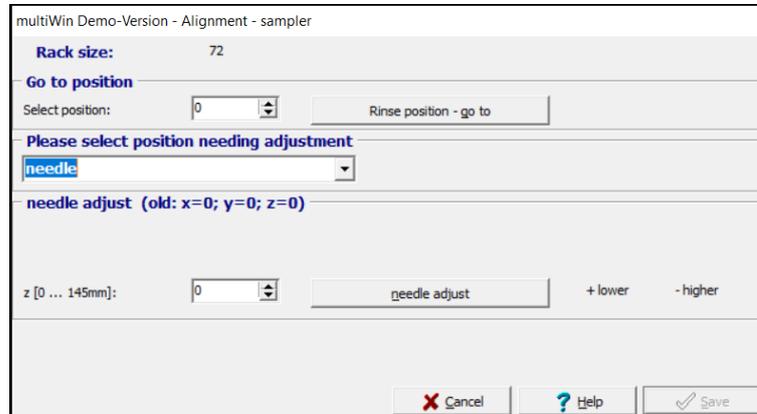


Fig. 57 Ajustage du distributeur d'échantillons

- ▶ Augmenter ou réduire les valeurs z jusqu'à ce que les canules se trouvent à env. 2 cm au-dessus des points d'ajustage. Cliquer sur le bouton **[needle adjust]**.
- ▶ Aligner les canules par un prudent cintrage sur les deux points d'ajustage.



Fig. 58 Points d'ajustage sur le porte-échantillons

- ▶ Ajuster la profondeur d'immersion de la canule d'aspiration d'échantillon dans le récipient de rinçage et dans un vial échantillon en position 1 du panier à échantillons.
- ▶ Pour cela, sélectionner dans le groupe **Please select position needing adjustment** dans le champ de liste l'entrée **Rinse position** ou l'entrée **Position 1**.
- ▶ Pour ajuster la position 1, placer un verre d'échantillon avec un agitateur magnétique sur le porte-échantillons.
- ▶ Pour ajuster la position de rinçage ou la position 1, augmenter ou réduire les valeurs z.
- ▶ Régler les canules sur la position de rinçage de manière à ce que les canules soient immergées à au moins 1 cm dans la coupelle de rinçage.
- ▶ Pour le distributeur d'échantillons AS vario ER : Régler la valeur z maximale de 145 mm sur la position de rinçage. Puis immerger les canules lors du rinçage suffisamment profondément dans la coupelle de rinçage.
- ▶ Régler les canules sur la position 1 en hauteur afin que le barreau d'agitation puisse effectuer ses rotations sans entrave (écart d'env. 5 mm).
- ▶ Après chaque modification, cliquer sur le bouton **[Rinse position adjust]** ou **[Position 1 adjust]**.
 - ✓ Le distributeur d'échantillon se déplace à la nouvelle position.
- ▶ Répéter les étapes jusqu'à ce que la position de la canule soit optimale.
- ▶ Cliquer sur le bouton **[Save]** pour appliquer les valeurs de l'ajustement.
- ▶ Accéder à nouveau à la fenêtre **Sampler Alignment**. Pour vérifier, passer à la position de rinçage et à la position 1 à l'aide des boutons.
 - ✓ Le distributeur d'échantillons est ajusté.

Ajuster le distributeur d'échantillons pour l'acidification automatique

Le distributeur d'échantillons peut acidifier automatiquement les échantillons pour les mesures NPOC. La profondeur d'immersion des canules dans le verre d'échantillon dépend de l'ajustage dans le sens z sur la position 1.

- ▶ Ajuster la canule en position 1.
- ▶ Vérifier les valeurs de l'ajustage par une mesure de test.
- ▶ Veiller à ce que la canule perce le couvercle lors de l'acidification, mais sans être immergée dans l'échantillon liquide.

6.2.3 Ajuster EPA Sampler



REMARQUE

Risque de torsion

Les canules peuvent se tordre lors de l'ajustage.

- Avant l'ajustage, desserrer les raccords vissés sur les canules.

Placer les deux canules suffisamment haut dans leur support de manière à ce que leurs extrémités ne soient pas immergées dans les vials (position de base).

Lors de l'ajustage, ajuster la canule d'aspiration d'échantillon en position de rinçage et en position 1 sur le panier à échantillons. L'orientation se fait en augmentant ou en diminuant les valeurs x , y et z .

Pour les verres d'échantillon avec couvercle de septum, des canules spéciales d'aspiration d'échantillon et d'évacuation avec fonction de perçage sont nécessaires : Aiguilles de perçage avec fente d'aération.

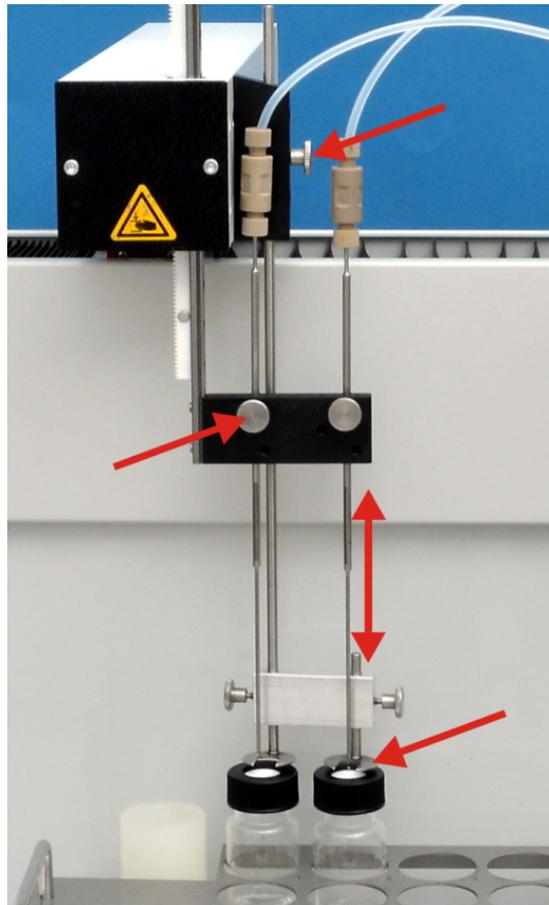


Fig. 59 Installer les canules (ici : 2 canules pour l'éjection parallèle)

- ▶ Installer le serre-flan et les canules d'aspiration d'échantillon dans le porte-canule. Desserrer les vis de blocage des canules avant l'ajustage. Placer les canules suffisamment haut dans leur support de manière à ce que leurs extrémités ne soient pas immergées dans le vial échantillon.
- ▶ Accéder à l'ordre de menu **Instrument | Sampler Alignment** la fenêtre du même nom.
- ▶ Ajuster la profondeur d'immersion de la canule d'aspiration d'échantillon dans le récipient de rinçage et dans un vial échantillon en position 1 du panier à échantillons.
- ▶ Pour cela, sélectionner dans le groupe **Please select position needing adjustment** dans le champ de liste l'entrée **Rinse position** ou l'entrée **Position 1**.

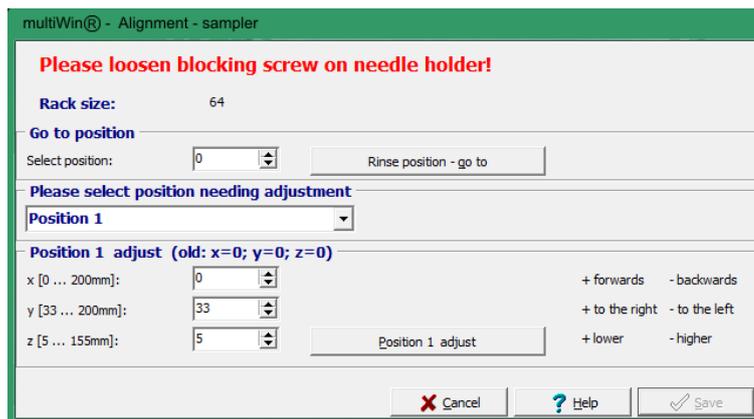


Fig. 60 Ajustage du distributeur d'échantillons

- ▶ Augmenter ou diminuer les valeurs x, y et z pour aligner la position de rinçage ou la position 1 :
 - Axe x : déplacement vers l'avant ou vers l'arrière
 - Axe y : déplacement vers la droite ou vers la gauche
 - Axe z : déplacement vers le haut ou vers le bas



Fig. 61 Ajuster la position 1

- ▶ Ajuster la position 1 : Pour l'ajustage de la position x et y, retirer le verre d'échantillons. Approcher la position. Mettre l'agitateur à cette position sur le porte-échantillons. Si la canule se trouve au milieu de la position, celle-ci est bien ajustée.
 - La valeur y ne doit pas être inférieure à 33 mm afin de garantir un bon fonctionnement.

- ▶ Pour l'ajustage de la position z, placer le verre d'échantillons avec le raccord vissé et le couvercle de septum, p. ex. un flacon d'échantillon EPA) dans le porte-échantillons.
- ▶ Ajuster l'aiguille spéciale dans l'axe z de manière à pouvoir voir env. 2 cm de la fente d'aération au-dessus du septum.
La fente d'aération doit se trouver au-dessus et au-dessous du septum. Autrement, il n'y a pas de compensation de pression à l'intérieur du flacon d'échantillon.
- ▶ Ajuster la position de rinçage : Ajuster les positions x et y de manière à ce que la canule se trouve au milieu du récipient de rinçage.
- ▶ Dans l'axe z, ajuster la canule spéciale de manière à ce que la fente d'aération sur l'arête supérieure du récipient de rinçage soit visible.
- ▶ Après chaque modification, cliquer sur le bouton **[Rinse position adjust]** ou **[Position 1 adjust]**.
 - ✓ Le distributeur d'échantillon se déplace à la nouvelle position.
- ▶ Répéter les étapes jusqu'à ce que la position de la canule soit optimale.
- ▶ Cliquer sur le bouton **[Save]** pour appliquer les valeurs de l'ajustement.
- ▶ Accéder à nouveau à la fenêtre **Sampler Alignment**. Pour vérifier, passer à la position de rinçage et à la position 1 à l'aide des boutons.
 - ✓ Le distributeur d'échantillons est ajusté.

Ajuster le distributeur d'échantillons pour l'acidification automatique

Le distributeur d'échantillons peut acidifier automatiquement les échantillons pour les mesures NPOC. La profondeur d'immersion des canules dans le verre d'échantillon dépend de l'ajustage dans le sens z sur la position 1.

- ▶ Ajuster la canule en position 1.
- ▶ Vérifier les valeurs de l'ajustage par une mesure de test.
- ▶ Veiller à ce que la canule perce le couvercle lors de l'acidification, mais sans être immergée dans l'échantillon liquide.

6.2.4 Ajustage du distributeur d'échantillons



REMARQUE

Risque de torsion

Les canules peuvent se tordre lors de l'ajustage.

- Avant l'ajustage, desserrer les raccords vissés sur les canules.

Lors de l'ajustement, ajuster la canule d'aspiration d'échantillons en position de lavage, en position d'échantillon 1 et en position de réacteur POC sur la tablette d'échantillons. L'orientation se fait en augmentant ou en diminuant les valeurs x, y et z.

Pour les verres d'échantillon avec couvercle de septum, des canules spéciales d'aspiration d'échantillon avec fonction de perçage sont nécessaires : Aiguille de perçage avec fente d'aération.

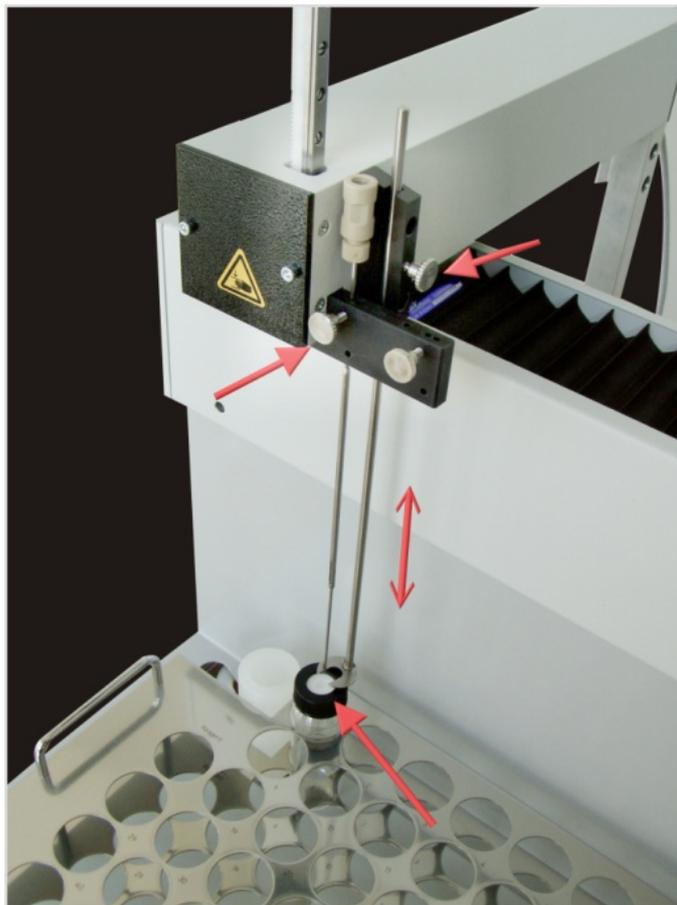


Fig. 62 Installer la canule et le serre-flan.

- ▶ Installer le serre-flan et la canule d'aspiration d'échantillon dans le porte-canule. Desserrer les vis de blocage de la canule avant l'ajustage. Placer la canule suffisamment haut dans leur support de manière à ce que son extrémité ne soit pas immergée dans le vial échantillon.
- ▶ Accéder à l'ordre de menu **Instrument | Sampler Alignment** la fenêtre du même nom.
- ▶ Pour cela, sélectionner dans le groupe **Please select position needing adjustment** dans le champ de liste l'entrée **Rinse position**, l'entrée **Position 1** ou **Position POC reactor**.

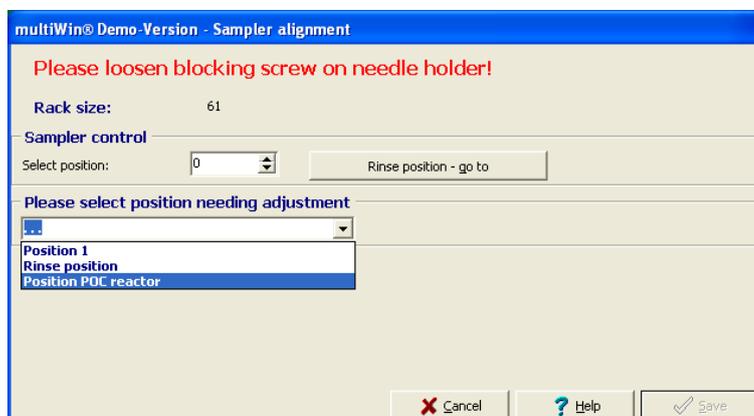


Fig. 63 Ajustage du distributeur d'échantillons

- ▶ Augmenter ou diminuer les valeurs x, y et z pour aligner la position de rinçage ou la position 1 :

- Axe x : déplacement vers l'avant ou vers l'arrière
- Axe y : déplacement vers la droite ou vers la gauche
- Axe z : déplacement vers le haut ou vers le bas



Fig. 64 Ajuster la position 1

- ▶ Ajuster la position 1 : Pour l'ajustage de la position x et y, retirer le verre d'échantillons. Approcher la position. Mettre l'agitateur à cette position sur le porte-échantillons. Si la canule se trouve au milieu de la position, celle-ci est bien ajustée.
 - La valeur y ne doit pas être inférieure à 33 mm afin de garantir un bon fonctionnement.
- ▶ Pour l'ajustage de la position z, placer le verre d'échantillons avec le raccord vissé et le couvercle de septum, p. ex. un flacon d'échantillon EPA) dans le porte-échantillons.
- ▶ Ajuster l'aiguille spéciale dans l'axe z de manière à pouvoir voir env. 2 cm de la fente d'aération au-dessus du septum.
La fente d'aération doit se trouver au-dessus et au-dessous du septum. Autrement, il n'y a pas de compensation de pression à l'intérieur du flacon d'échantillon.
- ▶ Ajuster la position de rinçage : Ajuster les positions x et y de manière à ce que la canule se trouve au milieu du récipient de rinçage.
- ▶ Dans l'axe z, ajuster la canule spéciale de manière à ce que la fente d'aération sur l'arête supérieure du récipient de rinçage soit visible.

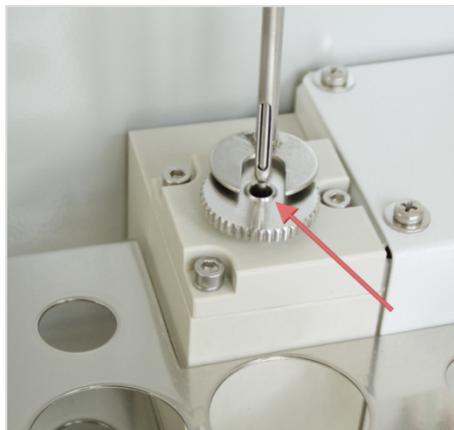


Fig. 65 Ajuster la canule sur le réacteur POC

- ▶ Ajuster la position du réacteur POC : Ajuster la canule aussi précisément que possible dans les directions x et y.

- ▶ Ajuster la canule spéciale dans l'axe z de manière à ce que la totalité du gros arbre, y compris la fente d'aération, de l'aiguille se trouve au-dessus du port du réacteur POC.
- ▶ Après chaque modification, cliquer sur le bouton **[Rinse position adjust]**, **[Position 1 adjust]** bzw. **[Position POC reactor adjust]**.
 - ✓ Le distributeur d'échantillon se déplace à la nouvelle position.
- ▶ Répéter les étapes jusqu'à ce que la position de la canule soit optimale.
- ▶ Cliquer sur le bouton **[Save]** pour appliquer les valeurs de l'ajustement.
- ▶ Accéder à nouveau à la fenêtre **Sampler Alignment**. Pour contrôler les positions ajustées, approcher à l'aide du bouton.
 - ✓ Le distributeur d'échantillons est ajusté.

6.2.5 Réglage du débit d'évacuation NPOC



ATTENTION

Risque de brûlure avec le four

Pour régler le débit d'évacuation NPOC, vous devez ouvrir la paroi latérale de l'analyseur. Il existe un risque de brûlures sur le four brûlant.

- Pour régler le débit d'évacuation NPOC sur la boîte à gaz, maintenir une distance de sécurité avec le four à combustion chaud.

Le débit d'évacuation NPOC est pré-réglé sur env. 100 ml/min. Selon la mesure à effectuer, vous pouvez augmenter ou réduire le débit NPOC avec la soupape à pointe NPOC. La soupape à pointe NPOC se trouve derrière la paroi latérale gauche, à gauche du four de combustion.

Régler le débit d'évacuation NPOC comme suit :

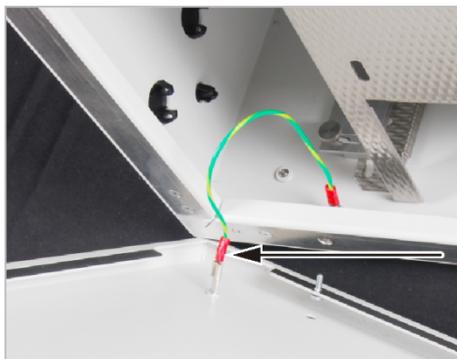


Fig. 66 Conducteur de protection sur la paroi latérale

- ▶ Ouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur. Si nécessaire, déplacer les modules accessoires d'un côté. S'assurer de ne pas plier les tuyaux de raccordement.
 - Desserrer les quatre vis de fixation. les vis ne pouvant être perdues et restant dans la paroi.
 - Débrancher le conducteur de protection. Déposer la paroi latérale de manière suivie.
- ▶ Accéder à l'ordre de menu **Instrument | Device control** la fenêtre du même nom.

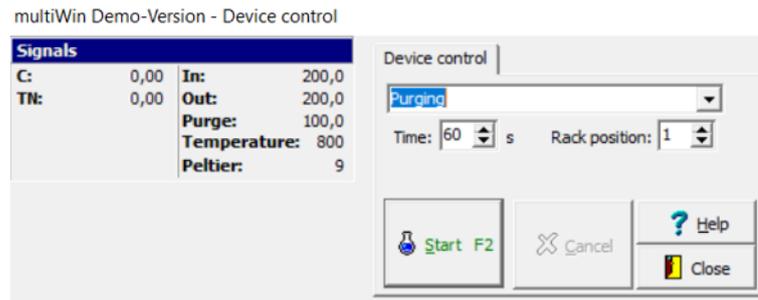


Fig. 67 Régler l'évacuation

- ▶ Dans le champ de liste, sélectionner l'option **Purging**.
- ▶ Sélectionner le temps d'évacuation dans le champ **Time** dans la plage de 1 ... 900 s.
- ▶ En cas d'alimentation avec le distributeur d'échantillon : Dans le champ **Rack position**, sélectionner une position quelconque sur le panier à échantillons, à laquelle le débit d'évacuation doit être observé.
- ▶ Placer un verre d'échantillon rempli d'eau extra-pure à cette position.
- ▶ En cas d'alimentation manuelle : Insérer le tuyau d'évacuation 7 dans une coupelle d'échantillon remplie d'eau extra-pure.
- ▶ Cliquer sur le bouton **[Start F2]**.
- ▶ Desserrer la vis de réglage sur la soupape à pointeau NPOC.
- ▶ Régler le débit d'évacuation NPOC souhaité :
 - Augmenter le débit d'évacuation NPOC : Tourner la soupape à pointeau vers la gauche.
 - Réduire le débit d'évacuation NPOC : Tourner la soupape à pointeau vers la droite.
- ▶ Pour cela, contrôler dans la fenêtre **System state** l'affichage du débit. Le débit d'évacuation NPOC actuel est affiché sous **Purge**.
- ▶ Resserrer la vis de réglage sur la soupape à pointeau.
- ▶ Fermer le panneau latéral.
 - Enficher le conducteur de protection sur la paroi latérale gauche.
 - Serrer légèrement d'abord les vis sur la face inférieure et ensuite sur la face supérieure. Serrer les vis.

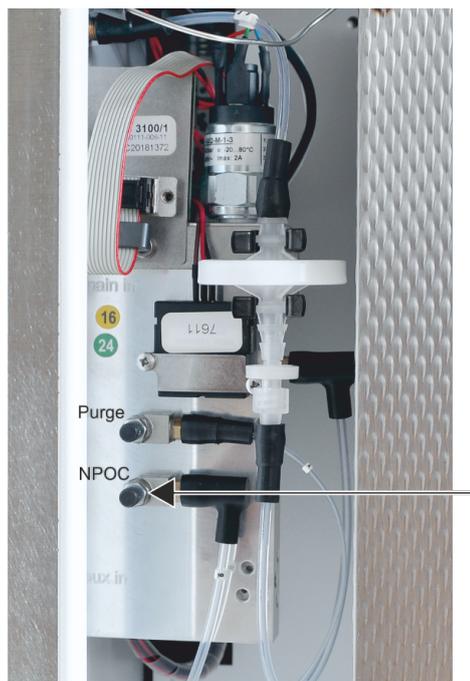


Fig. 68 Réglage du débit d'évacuation NPOC

6.3 Maintenir la pompe d'injection

Nettoyer ou remplacer la seringue de dosage de la pompe d'injection comme suit :



- ▶ Ouvrir les portes de l'analyseur.
- ▶ Vider la pompe d'injection par logiciel :
 - Accéder à l'ordre de menu **Instrument** | **Device control** la fenêtre du même nom.
 - Sélectionner l'option **Change syringe** et cliquer sur **[Start F2]**.
 - ✓ La seringue est vidée et amenée en position de changement.
- ▶ Dévisser la seringue de dosage (1) et la retirer de l'entraînement (3).
- ▶ Démontez et nettoyez le cylindre en verre (2) et le piston (4).
- ▶ Insérer la tige du piston de la seringue de dosage dans l'entraînement.
- ▶ Visser le cylindre en verre sur la vanne.
 - ✓ L'analyseur est de nouveau prêt à fonctionner.

6.4 Remplacement du tuyau de pompe



ATTENTION

Risque de brûlure lors du remplacement des tuyaux

Il se trouve encore de faibles quantités de solutions acides dans les tuyaux.

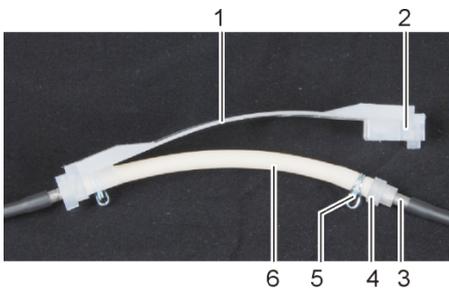
- Porter des gants et des vêtements de protection pour remplacer les tuyaux.
- Récupérer les liquides qui s'écoulent avec un chiffon absorbant.

Vérifier l'étanchéité des tuyaux de la pompe tous les 3 mois et les remplacer au plus tard après 12 mois.

Pompe de condensat



- ▶ Désactiver le logiciel de commande et d'évaluation ou le débit de gaz en cliquant sur **[OK]** à côté de **Gas flow** dans la fenêtre **System state**.
- ▶ Ouvrir les portes de l'analyseur.
- ▶ Pousser l'étrier vers la gauche sur la pompe à condensat.
- ▶ Retirer les tuyaux 10 et 11 des raccords.



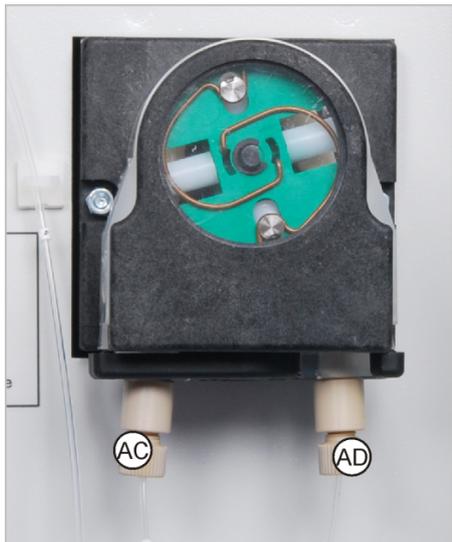
- 1 Bande de roulement
- 2 Rainure
- 3 Tubulure métallique
- 4 Guide de positionnement du tuyau
- 5 Collier de serrage
- 6 Tuyau de la pompe

- ▶ Retirer la bande de roulement avec le tuyau de pompe du corps de la pompe.
- ▶ Contrôler l'absence d'usure importante et de fissures sur le tuyau de pompe et les raccords. Si de l'humidité sort du tuyau de pompe ou des raccords, remplacer le tuyau de pompe.
- ▶ Essuyer le corps de la pompe et le galet guide avec de l'eau ultra-pure.
- ▶ Contrôler l'absence d'usure sur le corps de la pompe et le galet guide.
- ▶ Enfoncer le tuyau de pompe intact ou neuf dans la bande de roulement. Tourner les colliers de serrage vers le bas lors de l'installation.
- ▶ Insérer le guide de tuyau dans la rainure de la bande de roulement.

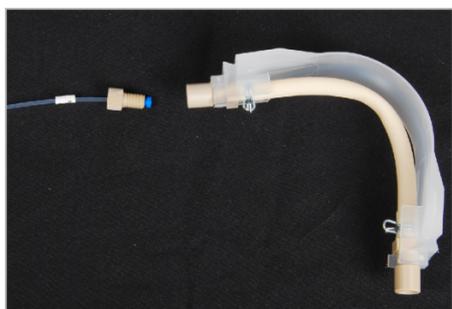


- ▶ Placer la bande de roulement autour du corps de la pompe.
- ▶ Pousser la bande de roulement à une main vers le haut. Avec l'autre main, tourner l'étrier vers la droite jusqu'à ce qu'il s'enclenche.
- ▶ Réenfiler les tuyaux 10 et 11 sur les tubulures.
- ▶ Rouvrir l'alimentation en gaz et vérifier l'étanchéité du système.
 - ✓ La pompe est à nouveau prête à fonctionner.

Pompe d'acide phosphorique



- ▶ Désactiver le logiciel de commande et d'évaluation ou le débit de gaz en cliquant sur **[OK]** à côté de **Gas flow** dans la fenêtre **System state**.
- ▶ Retirer le tuyau de la pompe comme pour la pompe à condensats.



- ▶ Les tuyaux AC et AD sont raccordés à la pompe au moyen de connexions Fingertight. Dévisser les tuyaux avec les connexions Fingertight de la pompe.
- ▶ Contrôler l'absence d'usure importante et de fissures sur le tuyau.
- ▶ Installer le tuyau de la pompe comme décrit. Raccorder les tuyaux AC et AD à la pompe.
- ▶ Rouvrir l'alimentation en gaz et vérifier l'étanchéité du système.
 - ✓ La pompe est à nouveau prête à fonctionner.

6.5 Remplacer les raccords pour tuyaux

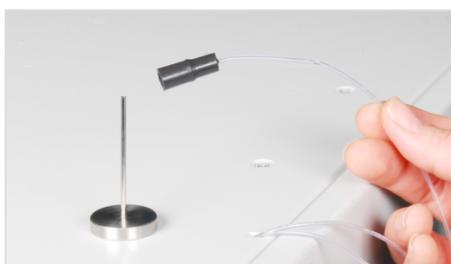
Les connecteurs FAST relient les tuyaux aux pièces en verre. Une aide à l'enfilage est disponible pour enfiler les tuyaux fins dans les connecteurs. Elle fait partie de l'analyseur. Contrôler l'étanchéité du système après un remplacement de tuyau.



- ▶ Enfoncer le connecteur FAST sur la canule de l'aide à l'enfilage. L'orifice le plus étroit doit être dirigé vers le haut.



- ▶ Insérer le tuyau dans la canule de l'aide à l'enfilage.



- ▶ Enfoncer le connecteur FAST de la canule sur le tuyau.
- ▶ Retirer le tuyau de la canule de l'aide à l'enfilage. Sortir le tuyau du connecteur FAST de manière à ce qu'il ne dépasse plus de l'orifice le plus large.

Connecteur FAST coudé

Pour les connecteurs FAST coudés, ne pas enfoncer les extrémités du tuyau sur toute la longueur du connecteur. Le débit de gaz peut s'en trouver entravé autrement.

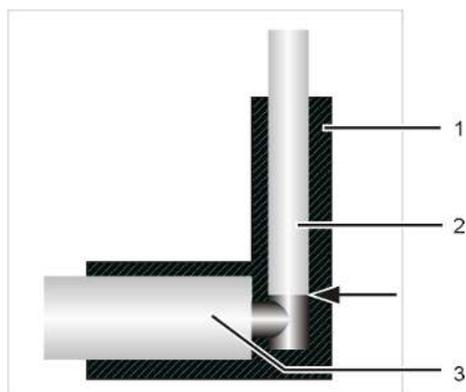


Fig. 69 Connecteur FAST, coudé

- | | | | |
|---|-----------------------|---|-------|
| 1 | Connecteur FAST coudé | 2 | Tuyau |
| 3 | Manchon en verre | | |

Connexions Fingertight

- ▶ Lors de l'utilisation des connexions Fingertight, n'utiliser que des extrémités de tuyau étroitement coupées, rondes et non pliées.
- ▶ Enfiler le cône d'étanchéité sur le tuyau avec la partie conique tournée vers la vis creuse. Le cône d'étanchéité et l'extrémité du tuyau doivent avoir un contact étanche.
- ▶ Ne pas incliner la vis creuse en l'insérant et la serrer uniquement à la main.

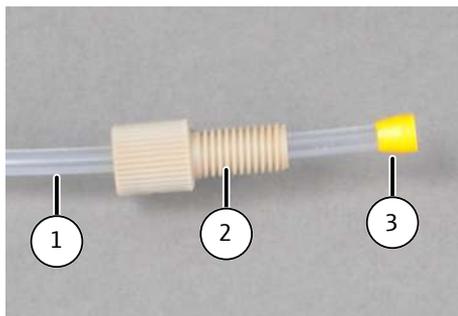


Fig. 70 Remplacer la connexion Fingertight

- | | |
|-----------------------------|--------------|
| 1 Tuyau | 2 Vis creuse |
| 3 Cône d'étanchéité conique | |

6.6 Contrôle de l'étanchéité du système



REMARQUE

Risque de fuite de gaz

Si le débit de sortie est bien inférieur au débit d'entrée, le système de l'appareil présente une fuite de gaz.

- Vérifier tous les points de connexion p. ex. avec une solution de tensioactif moussant.
- Ne pas démarrer l'appareil tant que la fuite de gaz n'a pas été éliminée.

L'étanchéité du système est automatiquement contrôlée à la sortie de gaz de l'analyseur.

- ▶ Mettre l'analyseur en marche.
- ▶ Ouvrir l'alimentation en gaz porteur sur le détendeur.
- ▶ Démarrer le logiciel de commande et d'évaluation.
- ▶ Vérifier l'affichage du débit dans la fenêtre **System state** :
 - **In** (débit entrant) : 160 ml/min
 - **Out** (débit sortant) : 160 ± 10 ml/min

6.7 Remplacement du catalyseur

Si l'efficacité du catalyseur diminue, remplir le tube de combustion avec un catalyseur frais.

Le logiciel indique lorsque l'intervalle de maintenance du catalyseur est écoulé après maximum 1500 injections. Ensuite, vous devez vérifier s'il est nécessaire de changer le catalyseur.

Éliminer l'ancien catalyseur conformément aux réglementations en matière de mise au rebut.

Voir également

- 📖 Élimination [▶ 139]

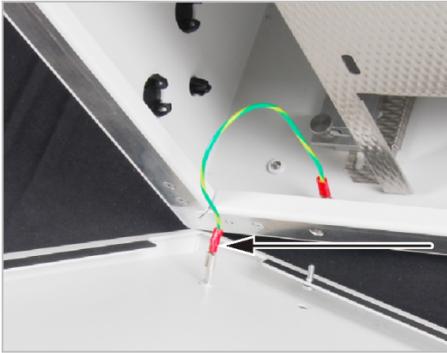
6.7.1 Démontage du tube de combustion



ATTENTION

Risque de brûlure sur le four chaud

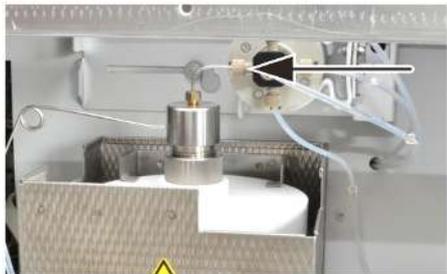
- Éteindre l'appareil avant la maintenance et le laisser refroidir.



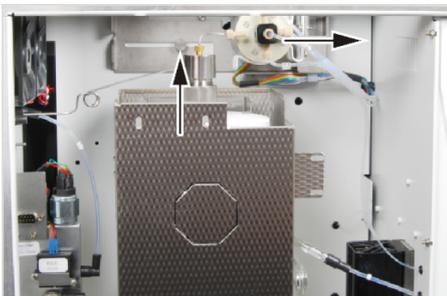
- ▶ Arrêter l'analyseur à l'aide de l'interrupteur principal. Retirer la fiche secteur de la prise. Couper l'alimentation en gaz du détendeur du laboratoire.
- ▶ Ouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur. Si nécessaire, déplacer les modules accessoires d'un côté. S'assurer de ne pas plier les tuyaux de raccordement.
 - Desserrer les quatre vis de fixation. les vis ne pouvant être perdues et restant dans la paroi.
 - Débrancher le conducteur de protection. Déposer la paroi latérale de manière suivie.



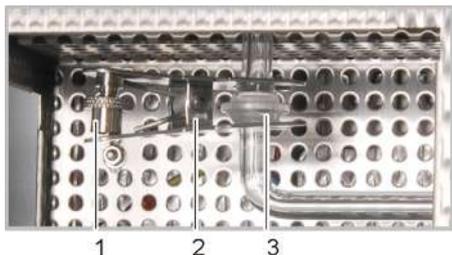
- ▶ Retirer la canule de gaz porteur du connecteur FAST dans la paroi latérale gauche.



- ▶ Dévisser la connexion Fingertight de la canule du four de la soupape de commutation.



- ▶ Desserrer la vis moletée sur le support de la soupape de commutation.
- ▶ Pousser la soupape de commutation vers la droite. Cela retire la canule du four de la soupape de commutation.



- ▶ Desserrer le joint rodé (3) au bas du four de combustion qui relie le tube de combustion au serpentin de condensation.
- ▶ Pour ce faire, desserrer la vis moletée (1) et retirer la pince à fourche (2).

- ▶ Retirer prudemment le tube de combustion vers le haut hors du four.
- ▶ Dévisser la tête du four du tube de combustion. Retirer l'écrou-raccord, la bague de pression et les trois joints.
- ▶ Retirer la garniture usagée du catalyseur. Contrôler l'absence de cristallisation excessive, de fissures et d'éclatements sur le tube en quartz. Réutiliser uniquement des tubes de combustion intacts.
- ▶ Rincer soigneusement le tube de combustion vide à l'eau ultra-pure et le laisser bien sécher.

6.7.2 Remplissage du tube de combustion



REMARQUE

La transpiration des mains raccourcit la durée de vie du tube de combustion.

Les sels alcalins de la transpiration des mains provoquent des cristallisations dans le verre de quartz lors du chauffage du four de combustion. Cela réduit la durée de vie du tube de combustion.

- Autant que possible, ne pas toucher à main nue le tube de combustion nettoyé lors du remplissage. Porter des gants de protection.
- Remplir uniquement les tubes de combustion secs.
- Essuyer les traces de doigts avec un chiffon imbibé d'alcool pur.



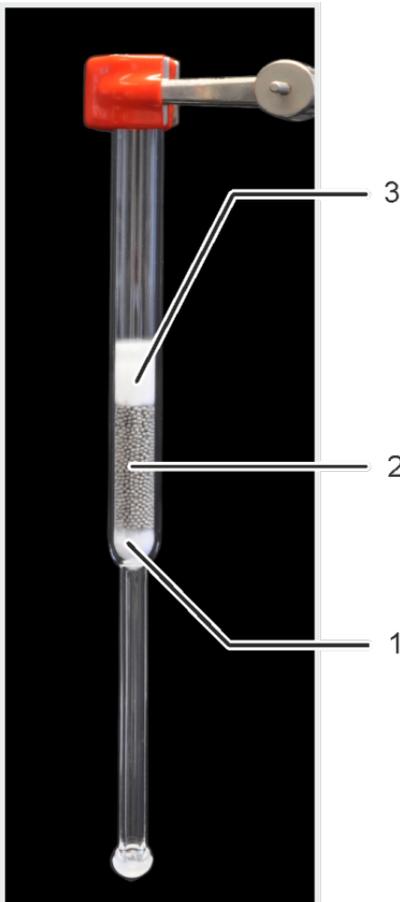
REMARQUE

Risque d'endommagement du détecteur

Un dégazage peut se produire lorsque l'analyseur chauffe pour la première fois, reconnaissable par la formation de fumée dans le réceptacle de condensat TIC.

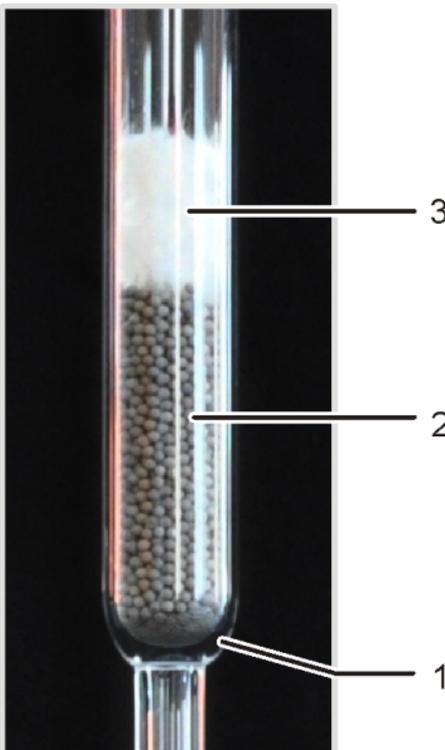
- Calciner le catalyseur lors de la première chauffe pendant env. 30 min à la température de fonctionnement.
- Pendant ce temps, interrompre la voie de gaz au niveau des pièges à eau à l'avant pour protéger le détecteur des gaz.

Remplir le tube de combustion des échantillons conventionnels



- ▶ Pour le remplissage, fixer le tube de combustion sur un pied.
 - ▶ Remplir la laine de verre de quartz (1) d'environ 1 cm de profondeur dans le tube de combustion, pousser doucement vers le bas avec un bâton de verre et appuyer.
La laine de verre retient le catalyseur. Veiller à ce que le catalyseur n'aboutisse pas dans la voie de gaz. Ne pas trop tasser la laine de verre !
 - ▶ Déposer soigneusement le catalyseur au platine (2) à environ 4 cm de hauteur sur la laine de verre de quartz.
 - ▶ Dérouler le tapis HT (3) de la partie étroite.
Le petit rouleau doit présenter un diamètre d'env. 13 mm et une hauteur de 2 cm afin qu'il puisse être poussé facilement dans le tube de combustion.
 - ▶ Insérer le tapis HT roulé dans le tube de combustion et le pousser vers le bas avec un bâton de verre jusqu'à ce que le catalyseur soit recouvert.
 - ▶ Enfoncer que légèrement le tapis sur le catalyseur.
- La température de travail recommandée pour ce remplissage est de 800 °C.

Remplir le tube de combustion pour les échantillons à forte concentration saline



- Pour les échantillons à haute concentration saline, le catalyseur est appliqué sur un maillage en platine.
- ▶ Pour le remplissage, fixer le tube de combustion sur un pied.
 - ▶ Déposer le maillage en platine dans le tube de combustion et le glisser soigneusement vers le bas à l'aide d'un bâton en verre.
Le maillage en platine retient le catalyseur. Veiller à ce que le catalyseur n'aboutisse pas dans la voie de gaz.
 - ▶ Déposer soigneusement le catalyseur au platine (2) à environ 4 cm de haut sur le maillage en platine.
 - ▶ Dérouler le tapis HT (3) de la partie étroite.
Le petit rouleau doit présenter un diamètre d'env. 13 mm et une hauteur de 2 cm afin qu'il puisse être poussé facilement dans le tube de combustion.
 - ▶ Insérer le tapis HT roulé dans le tube de combustion et le pousser vers le bas avec un bâton de verre jusqu'à ce que le catalyseur soit recouvert.
 - ▶ Enfoncer que légèrement le tapis sur le catalyseur.
- La température de travail recommandée pour ce remplissage est de 720 ... 750 °C.

6.7.3 Montage du tube de combustion



REMARQUE

La transpiration des mains raccourcit la durée de vie du tube de combustion.

Les sels alcalins de la transpiration des mains provoquent des cristallisations dans le verre de quartz lors du chauffage du four de combustion. Cela réduit la durée de vie du tube de combustion.

- Autant que possible, ne pas toucher à main nue le tube de combustion nettoyé lors du remplissage. Porter des gants de protection.
- Remplir uniquement les tubes de combustion secs.
- Essuyer les traces de doigts avec un chiffon imbibé d'alcool pur.



REMARQUE

Prévention des problèmes d'étanchéité

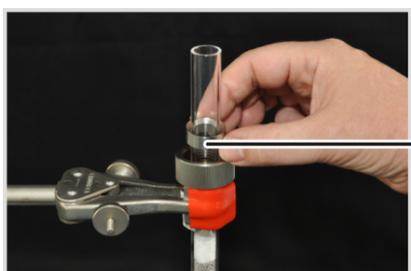
Du fait de légères variations du diamètre extérieur des tubes de combustion, il peut arriver qu'un nouveau tube de combustion ne puisse pas être remonté de manière totalement étanche avec des joints toriques déjà utilisés.

- Toujours utiliser des joints toriques neufs (402-815.102) pour monter un nouveau tube de combustion.

Monter la tête du four sur le tube de combustion avant d'insérer le tube de combustion dans le four.



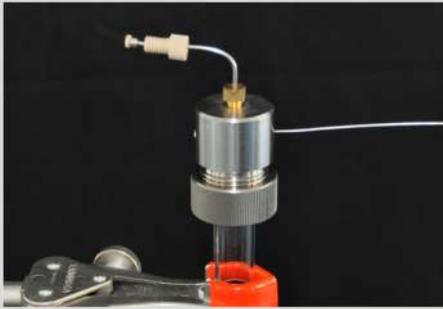
- ▶ Pousser l'écrou-raccord (1) sur le tube de combustion.



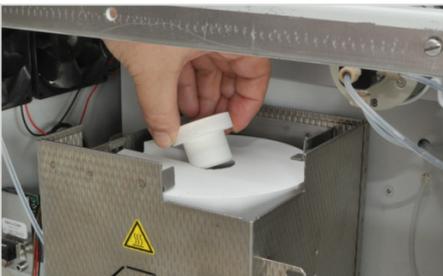
- ▶ Poser la bague de pression (2) dans l'écrou-raccord.
La face conique de la bague de pression doit être tournée vers le haut.



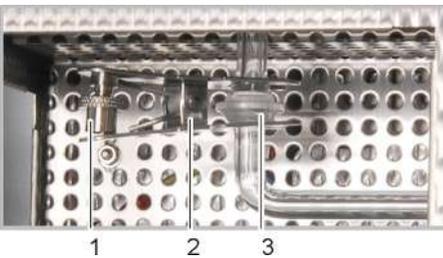
- ▶ Glisser les trois bagues d'étanchéité enrobées (3) sur le tube de combustion. Veiller à ce que les bagues d'étanchéité placées au bord du tube de combustion soient bien alignées.



- ▶ Insérer la tête du four délicatement jusqu'à la butée sur le tube de combustion.
- ▶ Appuyer légèrement la tête du four contre le tuyau et serrer l'écrou-raccord à la main. La canule du four et la canule de gaz porteur sont déjà montées sur la tête du four.



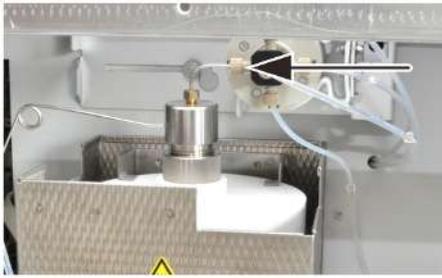
- ▶ Si elles ne sont pas disponibles, glisser l'élément en céramique dans l'orifice supérieur du four de combustion.
- ▶ Insérer le tube de combustion avec la tête du four dans le four de combustion.



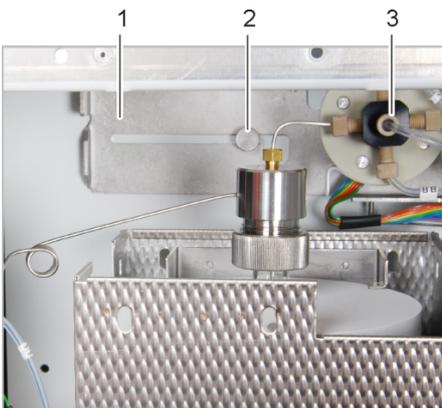
- ▶ Assembler l'extrémité inférieure du tube de combustion avec l'entrée du serpentin via la liaison à rodage sphérique (1).
- ▶ Sécuriser la liaison à rodage sphérique avec la pince à fourche (2). Serrer à la main la vis moletée (3).



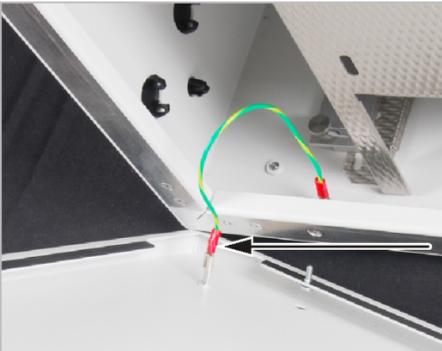
- ▶ Connecter le raccord de gaz porteur avec le raccord sur la paroi de l'appareil via le connecteur FAST.



- ▶ Pousser la soupape de commutation vers la gauche jusqu'à ce qu'elle touche le raccord de la canule du four.
- ▶ Visser la canule du four avec la liaison Fingertight sur la soupape de commutation.



- ▶ Fixer la soupape de commutation (3) dans cette position. Pour ce faire, serrer la vis moletée (2) sur le support (1) à la main.
- ▶ Placer le recouvrement supérieur sur l'analyseur.



- ▶ Fermer le panneau latéral.
 - Enficher le conducteur de protection sur la paroi latérale gauche.
 - Serrer légèrement d'abord les vis sur la face inférieure et ensuite sur la face supérieure. Serrer les vis.
- ▶ Ouvrir l'alimentation en gaz. Insérer la fiche secteur dans la prise et allumer l'analyseur au niveau de l'interrupteur principal.
- ▶ Vérifier l'étanchéité du système.
 - ✓ L'analyseur est de nouveau prêt à fonctionner.

6.8 Démontez et montez le four à combustion

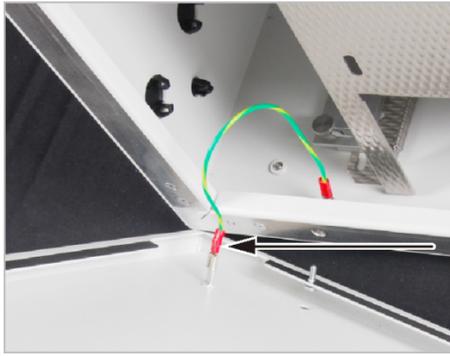
6.8.1 Démontage du four de combustion



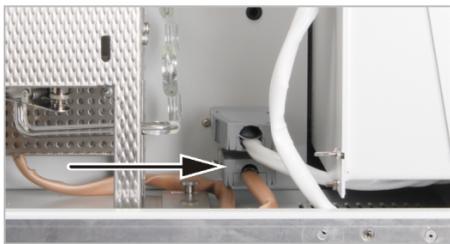
ATTENTION

Risque de brûlure sur le four chaud

- Éteindre l'appareil avant la maintenance et le laisser refroidir.



- ▶ Arrêter l'analyseur à l'aide de l'interrupteur principal. Retirer la fiche secteur de la prise. Couper l'alimentation en gaz du détendeur du laboratoire.
- ▶ Ouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur. Si nécessaire, déplacer les modules accessoires d'un côté. S'assurer de ne pas plier les tuyaux de raccordement.
 - Desserrer les quatre vis de fixation. les vis ne pouvant être perdues et restant dans la paroi.
 - Débrancher le conducteur de protection. Déposer la paroi latérale de manière suivre.



- ▶ Retirer le cache supérieur.
- ▶ Démontez le tube de combustion. Ce faisant, ne pas pousser la soupape de commutation vers la droite de manière à ce qu'elle ne gêne pas la suite du démontage.
- ▶ Démontez le serpentin.
- ▶ Débrancher la prise du four de combustion.



- ▶ Desserrer les vis moletées avec lesquelles le four est fixé à la base de l'appareil.
- ▶ Soulever le four de l'analyseur.
- ▶ Revisser les vis moletées au bas de l'appareil afin qu'elles ne soient pas perdues.

Voir également

- 📖 Démontage du tube de combustion [▶ 106]
- 📖 Maintenance du serpentin [▶ 114]

6.8.2 Monter le four à combustion



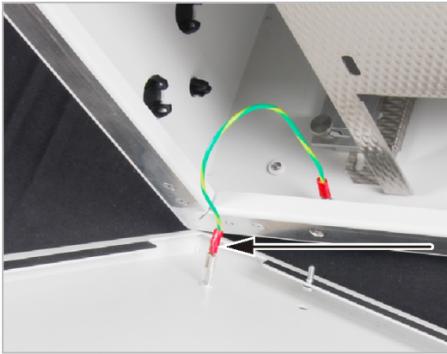
- ▶ Ouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur. Retirer le cache supérieur.
- ▶ Desserrer la vis moletée sur le support de la soupape de commutation. Pousser la soupape de commutation vers la droite afin qu'elle n'interfère pas avec l'installation.
- ▶ Desserrer les vis moletées au bas de l'appareil qui fixent le four.



- ▶ Placer le four au milieu. Aligner l'avant du four parallèlement à la paroi de l'appareil.
- ▶ Fixer le four avec les vis moletées. Pour ce faire, serrer les vis moletées à la main.



- ▶ Brancher le connecteur du four de combustion dans la prise située en bas à droite sous la paroi arrière de l'appareil.
- ▶ Monter le tube de combustion.
- ▶ Installer le serpentin de condensation.
- ▶ Pousser le tuyau d'aspiration d'échantillons et le tuyau d'évacuation à travers l'ouverture supérieure. Placer le recouvrement supérieur. Connecter les tuyaux au tuyau du distributeur d'échantillons.



- ▶ Fermer le panneau latéral.
 - Enficher le conducteur de protection sur la paroi latérale gauche.
 - Serrer légèrement d'abord les vis sur la face inférieure et ensuite sur la face supérieure. Serrer les vis.
- ▶ Ouvrir l'alimentation en gaz. Insérer la fiche secteur dans la prise et allumer l'analyseur au niveau de l'interrupteur principal.
- ▶ Vérifier l'étanchéité du système.
 - ✓ L'analyseur est de nouveau prêt à fonctionner.

6.9 Nettoyer le réceptacle de condensat TIC



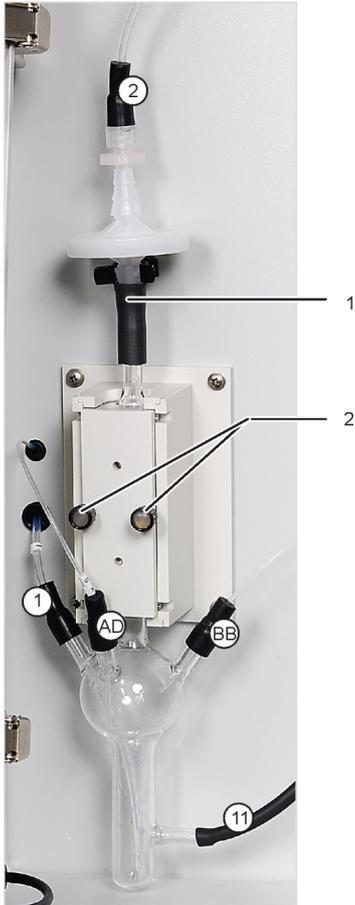
AVERTISSEMENT

Risque de brûlure en raison de l'acide phosphorique

Le réceptacle de condensat TIC contient de l'acide phosphorique. L'acide phosphorique irrite les yeux, la peau et les muqueuses.

- Lors de la manipulation des acides concentrés, porter des lunettes de protection et des vêtements de protection. Il faut toujours travailler sous une hotte aspirante.
- Respecter toutes les remarques et spécifications de la fiche de données de sécurité.

Contrôler le réceptacle de condensat TIC à intervalles réguliers à la recherche de dépôts. Nettoyer le réceptacle de condensat TIC uniquement lorsque les échantillons ne sont plus correctement soufflés.



- ▶ Désactiver le logiciel de commande et d'évaluation ou le débit de gaz en cliquant sur **[OK]** à côté de **Gas flow** dans la fenêtre **System state**.
- ▶ Ouvrir les portes de l'analyseur.
- ▶ Retirer le tuyau de liaison aux pièges à eau (1) du réceptacle de condensat TIC.
- ▶ Retirer les tuyaux 1, AD et BB avec les connecteurs FAST du serpentin de condensation.
- ▶ Retirer le tuyau de déchets 11 du raccord inférieur sur le récipient de condensat TIC.
- ▶ Desserrer les deux vis moletées (2) sur le couvercle du bloc de refroidissement. Retirer le couvercle et le réceptacle de condensat TIC.
- ▶ Vérifier que le réceptacle de condensat TIC ne présente aucun dépôt ni fissure et le rincer à l'eau extra-pure.
- ▶ Fixer les tuyaux conformément à la figure :
 - Pousser le tuyau de déchets 11 d'au moins 1 cm sur le raccord inférieur du réceptacle de condensat TIC.
 - Enfoncer les tuyaux 1, AD et BB avec les connecteurs FAST sur les raccords du réceptacle de condensat TIC. Enfoncer le connecteur FAST sur au moins 1 cm.
 - Enfoncer le tuyau 1 en se rapprochant au maximum du fond du réceptacle de condensat TIC.
 - Fixer le tuyau de liaison (1) entre le réceptacle de condensat TIC et les pièges à eau.
- ▶ Installer le réceptacle de condensat TIC dans le bloc de refroidissement. Fixer le couvercle du bloc de refroidissement avec les deux vis moletées.
- ▶ Réactiver l'alimentation en gaz.
 - ✓ Le réceptacle de condensat TIC est à nouveau prêt à l'emploi.

6.10 Maintenance du serpentin

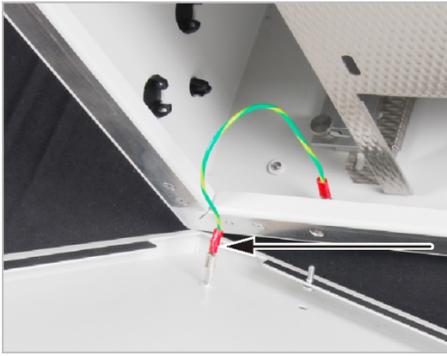
Démontage et nettoyage



ATTENTION

Risque de brûlure sur le four chaud

- Éteindre l'appareil avant la maintenance et le laisser refroidir.



- ▶ Arrêter l'analyseur à l'aide de l'interrupteur principal. Retirer la fiche secteur de la prise. Couper l'alimentation en gaz du détendeur du laboratoire.
- ▶ Ouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur. Si nécessaire, déplacer les modules accessoires d'un côté. S'assurer de ne pas plier les tuyaux de raccordement.
 - Desserrer les quatre vis de fixation. les vis ne pouvant être perdues et restant dans la paroi.
 - Débrancher le conducteur de protection. Déposer la paroi latérale de manière suivie.



- ▶ Retirer le tuyau 1 du connecteur FAST du serpentin.



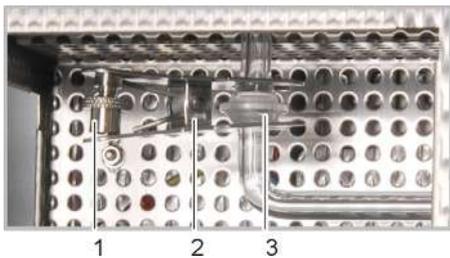
- ▶ Desserrer le joint rodé (3) au bas du four de combustion qui relie le tube de combustion au serpentin de condensation.
- ▶ Pour ce faire, desserrer la vis moletée (1) et retirer la pince à fourche (2).

- ▶ Retirer soigneusement le serpentin de condensation de l'analyseur. Retirer ce faisant la partie inférieure de l'ouverture du four de combustion.
- ▶ Desserrer le connecteur FAST sur le manchon en verre du serpentin de condensation.
- ▶ Contrôler l'absence de dépôts et de fissures sur le serpentin de condensation.
- ▶ Rincer le serpentin de condensation à l'eau extra-pure et bien le sécher.

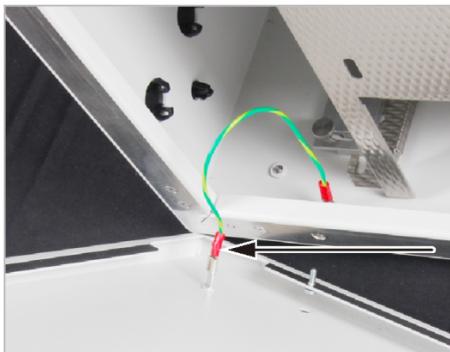
Montage



- ▶ Enfoncer le tuyau 1 dans le connecteur FAST.
- ▶ Enfoncer le connecteur FAST sur le manchon en verre du serpentin de condensation.
- ▶ Serrer le serpentin de condensation sur le côté droit du four de combustion. Le rodage sphérique du serpentin montre la sortie inférieure du four.



- ▶ Assembler l'extrémité inférieure du tube de combustion avec l'entrée du serpentin via la liaison à rodage sphérique (1).
- ▶ Sécuriser la liaison à rodage sphérique avec la pince à fourche (2). Serrer à la main la vis moletée (3).



- ▶ Fermer le panneau latéral.
 - Enficher le conducteur de protection sur la paroi latérale gauche.
 - Serrer légèrement d'abord les vis sur la face inférieure et ensuite sur la face supérieure. Serrer les vis.
- ▶ Ouvrir l'alimentation en gaz. Insérer la fiche secteur dans la prise et allumer l'analyseur au niveau de l'interrupteur principal.
- ▶ Vérifier l'étanchéité du système.
 - ✓ L'analyseur est de nouveau prêt à fonctionner.

6.11 Remplacer les pièges à eau

Remplacer les pièges à eau en fonction de la matrice d'échantillon, mais au plus tard après 6 mois.

Les pièges à eau comprennent un préfiltre et un filtre de retenu à une voie. Remplacer toujours les deux pièges à eau. Noter que les pièges à eau ne remplissent leur fonction que s'ils sont insérés dans le bon ordre et dans le bon sens.

Après avoir remplacé les pièges à eau, vérifier que le système ne fuit pas.

Pièges à eau sur la face avant

Vous pouvez remplacer les pièges à eau sur face avant pendant que l'appareil est allumé, mais pas pendant une mesure.



Fig. 71 Remplacer les pièges à eau sur la face avant

- | | |
|--|--|
| 1 Raccord à vis Luer pour le tuyau 2 | 2 Filtre de retenue une voie |
| 3 Attache | 4 Préfiltre en tant que piège à aérosols |
| 5 Raccord pour tuyaux pour le réceptacle TIC | |

- ▶ Ouvrir les portes de l'analyseur.
- ▶ Desserrer le raccord pour tuyau avec un mouvement rotatif. Retirer le raccord inférieur pour tuyaux.
- ▶ Monter les nouveaux pièges à eau :
 - L'inscription « INLET » sur le grand piège à eau (piège à aérosols) doit être tournée vers le bas.
 - L'inscription du petit piège à eau (filtre de retenue à une voie) doit être tournée vers le haut.
- ▶ Connecter le grand piège à eau avec le raccord inférieur.
- ▶ Enfoncer les pièges à eau dans l'attache ou les attaches sur la paroi de l'appareil.
- ▶ Visser le raccord à vis Luer sur le petit piège à eau supérieur.
- ▶ Vérifier l'étanchéité du système.
- ▶ Refermer les portes avant.

Pièges à eau sur la boîte à gaz

En amont de la boîte à gaz se trouvent deux pièges à eau (préfiltre et filtre de retenue à une voie). Dans le cas d'erreurs de pression du gaz, ils protègent la boîte à gaz contre des aérosols ou de l'eau montante. Pour remplacer les pièges à eau, il faut ouvrir la paroi de gauche de l'analyseur.



ATTENTION

Risque de brûlure sur le four chaud

- Éteindre l'appareil avant la maintenance et le laisser refroidir.

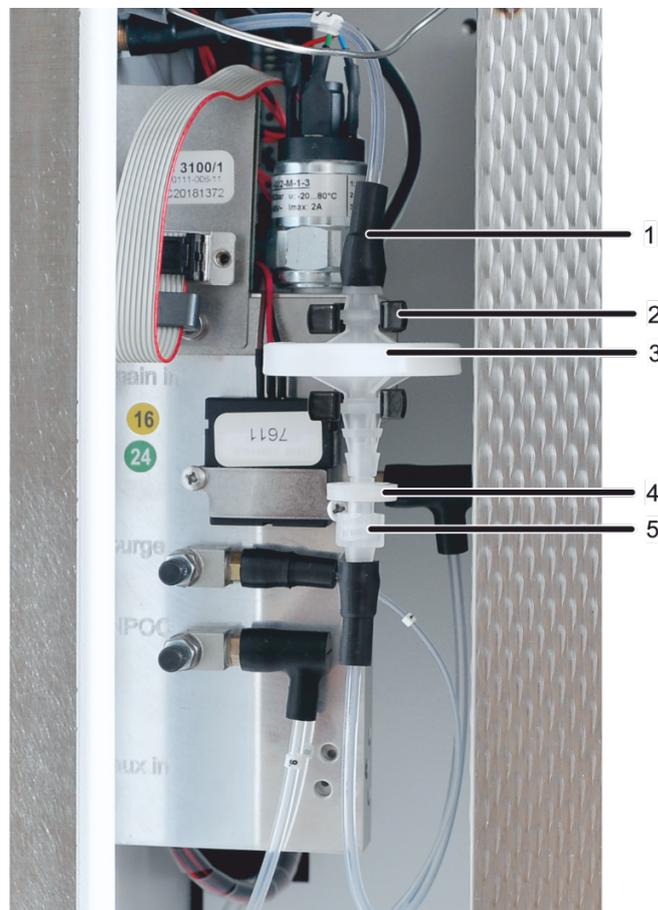


Fig. 72 Remplacer les pièges à eau sur la boîte à gaz

- | | |
|--------------------------------|---------------------------------------|
| 1 Connecteur FAST | 2 Attache au niveau de la boîte à gaz |
| 3 Préfiltre (piège à aérosols) | 4 Filtre de retenue une voie |
| 5 Raccord à vis Luer | |
- ▶ Fermer le logiciel de commande et d'évaluation.
 - ▶ Désactiver l'analyseur au niveau de l'interrupteur principal. Retirer la fiche secteur de la prise. Laisser refroidir l'analyseur.
 - ▶ Ouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur. Si nécessaire, déplacer les modules accessoires d'un côté. S'assurer de ne pas plier les tuyaux de raccordement.
 - Desserrer les quatre vis de fixation. les vis ne pouvant être perdues et restant dans la paroi.
 - Débrancher le conducteur de protection. Déposer la paroi latérale de manière suivie.
 - ▶ Retirer les pièges à eau des deux attaches au niveau de la boîte à gaz.
 - ▶ Retirer le connecteur FAST supérieur des pièges à eau.
 - ▶ Desserrer les pièges à eau du raccord à vis Luer en bas.
 - ▶ Monter les nouveaux pièges à eau :

- L'inscription « INLET » sur le grand piège à eau (piège à aérosols) doit être tournée vers le haut.
- L'inscription du petit piège à eau (filtre de retenue à une voie) doit être tournée vers le bas.
- ▶ Connecter le grand piège à eau avec le raccord FAST supérieur.
- ▶ Fixer le petit piège à eau au raccord à vis Luer en bas.
- ▶ Enfoncez les pièges à eau dans les attaches qui se trouvent sur la boîte à gaz.
- ▶ Fermer le panneau latéral.
 - Enficher le conducteur de protection sur la paroi latérale gauche.
 - Serrer légèrement d'abord les vis sur la face inférieure et ensuite sur la face supérieure. Serrer les vis.
- ▶ Insérer la fiche secteur dans la prise et rallumer l'analyseur au niveau de l'interrupteur principal.
- ▶ Vérifier l'étanchéité du système.
 - ✓ Les pièges à eau à l'avant et la boîte à gaz ont été changés.

Voir également

- 📖 Contrôle de l'étanchéité du système [▶ 105]

6.12 Remplacement du piège à halogènes



REMARQUE

Risque de dommages matériels avec de la laine de cuivre usagée

Domages causés aux composants optiques et électroniques de l'analyseur par des produits de combustion agressifs en cas d'utilisation de laine de cuivre dans le piège à halogènes !

- Ne faire fonctionner l'appareil qu'avec un piège à halogènes en état de marche !
- Remplacer la totalité de la garniture du piège à halogènes lorsque la moitié de la laine de cuivre ou lorsque la laine de laiton est décolorée !

Lors du remplacement de la laine de cuivre ou de laiton, l'analyseur peut rester activé.

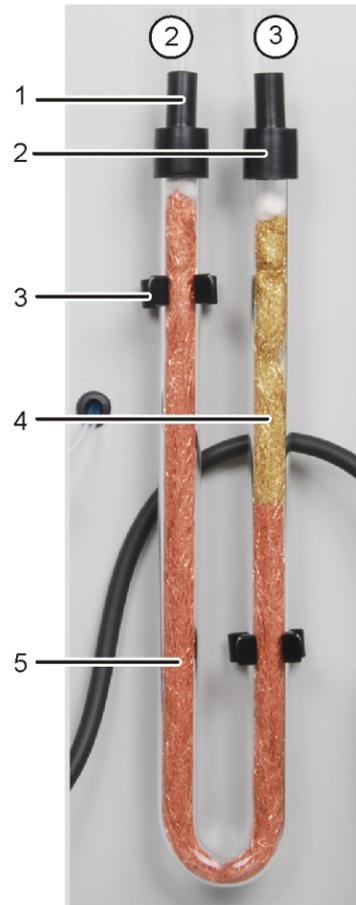


Fig. 73 Remplacement du piège à halogènes

- | | |
|-----------------------------------|-----------------------------------|
| 1 Connecteur FAST pour le tuyau 2 | 2 Connecteur FAST pour le tuyau 3 |
| 3 Attache | 4 Laine de laiton |
| 5 Laine de cuivre | |

- ▶ Ouvrir les portes de l'analyseur.
- ▶ Retirer les connecteurs FAST du piège à halogènes et sortir le tube en U des attaches.
- ▶ Retirer les laines de cuivre et de laiton usagées du tube en U à l'aide d'une pincette ou d'un petit crochet.
- ▶ Contrôler l'absence de fissures sur le tube en U. Réutiliser seulement un tube en U totalement intact.
- ▶ Si nécessaire, rincer le tube en U à l'eau ultra-pure et le laisser bien sécher.
- ▶ Remplir le tube en U avec les nouvelles laines de cuivre et de laiton à l'aide d'une pincette ou d'un petit crochet.
 - Remplacer tout le contenu du tube en U. Ne pas trop tasser la laine de cuivre et de laiton, mais ne laisser pas non plus de plus grand espace se former.
- ▶ Recouvrir les laines de cuivre et de laiton avec de l'ouate.
- ▶ Enfoncer avec précaution le tube en U rempli dans les attaches.
- ▶ Rebrancher les tuyaux de gaz au piège à halogènes avec les connecteurs FAST :
 - Tuyau 2 sur le bras avec laine de cuivre (connexion au piège à eau)
 - Tuyau 3 sur le bras avec laine de laiton (connexion au détecteur)
- ▶ Vérifier l'étanchéité du système.
- ▶ Refermer les portes de l'analyseur.

6.13 Maintenance du module POC

Contrôler le bon fonctionnement de l'adsorbant

L'adsorbant LiOH peut s'agglutiner avec le temps.

Vérifier la fonction de l'adsorbant une fois par mois. Effectuer une vérification plus régulière pour les échantillons avec une haute teneur en carbone inorganiques.

- ▶ Établir un mélange standard TIC à partir de carbonate/hydrogénocarbonate (100 mg/l).
- ▶ Charger une méthode POC dans le logiciel.
- ▶ Mesurer la solution étalon.
- ▶ Si le résultat est supérieur à 0,1 mg/l, l'adsorbant est épuisé. Remplacer ensuite l'adsorbant.

Contrôle de l'étanchéité du module



REMARQUE

Risque de fuite de gaz

Si le débit de sortie est bien inférieur au débit d'entrée, le système de l'appareil présente une fuite de gaz.

- Vérifier tous les points de connexion p. ex. avec une solution de tensioactif moussant.
- Ne pas démarrer l'appareil tant que la fuite de gaz n'a pas été éliminée.

L'étanchéité du système est automatiquement contrôlée à la sortie de gaz de l'analyseur.

- ▶ Mettre l'analyseur en marche.
- ▶ Ouvrir l'alimentation en gaz porteur sur le détendeur.
- ▶ Démarrer le logiciel de commande et d'évaluation.
- ▶ Vérifier l'affichage du débit dans la fenêtre **System state** :
 - **In** (débit entrant) : 160 ml/min
 - **Out** (débit sortant) : 160 ± 10 ml/min
- ▶ Accéder à l'ordre de menu **Instrument | Component Test** la fenêtre du même nom. Passer dans l'onglet **Valves**.
- ▶ Activer la valve 3.
L'affichage du débit **System state** ne doit pas chuter.
- ▶ Si le débit diminue ou si le débit de sortie est nettement inférieur au débit d'entrée, vérifier tous les raccords pour tuyaux et les septums. Éliminer la fuite.
- ▶ Refermer la fenêtre **Component Test**.
 - ✓ Le système de l'appareil est étanche.

6.14 Entretien du détecteur de chimiluminescence (DCL)

Remplacez la cartouche de l'adsorbant à l'arrière du détecteur tous les 12 mois. La cartouche purifie le gaz qui sort du détecteur à la sortie "out".

La cartouche est remplie de charbon actif et de chaux sodée. N'ouvrez pas la cartouche. Éliminez l'ensemble de la cartouche usagée conformément aux spécifications locales.



Fig. 74 Remplacement de la cartouche de l'adsorbant

- ▶ Retirer le tuyau de la cartouche.
- ▶ Retirer la cartouche de l'attache.
- ▶ Dévisser le raccord de tuyau en haut de la cartouche.
- ▶ Éliminer l'ensemble de la cartouche usagée de manière appropriée.
- ▶ Visser le raccord de tuyau en haut de la nouvelle cartouche.
- ▶ Pousser la nouvelle cartouche dans l'attache. Relier la cartouche au tuyau de la sortie "out".
 - ✓ Le détecteur est à nouveau prêt pour la mesure.

7 Élimination des pannes



REMARQUE

Risque de détérioration de l'appareil

Dans les cas suivants, contacter le service clientèle de la société :

- L'erreur ne peut pas être éliminée avec les mesures de dépannage décrites.
- L'erreur ne cesse de se reproduire.
- Le message d'erreur n'est pas mentionné dans la liste suivante ou la liste renvoie au service clientèle pour le dépannage.

Dès que l'appareil est activé, la surveillance du système a lieu. Après le démarrage du logiciel de commande, des dysfonctionnements de l'appareil sont indiqués à l'aide de messages d'erreur. Les messages d'erreur se composent d'un code d'erreur et d'un texte.

Une série de problèmes possibles que l'utilisateur peut en partie résoudre lui-même est décrite ci-dessous. Confirmer le message d'erreur et procéder aux mesures de dépannage.

Un contrôle du débit a lieu immédiatement après le début de la mesure. Une erreur de débit est enregistrée dès que le débit réel s'écarte du débit théorique de ± 10 ml/min .

Pour procéder à l'analyse d'erreurs, il est possible d'enregistrer des fichiers de compte rendu. Activer l'enregistrement des fichiers de compte-rendu après consultation du service client. Le logiciel stocke les fichiers de compte-rendu dans le répertoire...multi-Win\LOG.

Il est possible d'établir et d'enregistrer les fichiers suivants :

- multiWin_LOG.*
Le fichier de compte-rendu des messages d'erreur est toujours généré automatiquement.
- multiWin_ADU.*
Le fichier de compte-rendu de surveillance du détecteur NDIR est généré automatiquement après l'activation.

Activer la surveillance du détecteur NDIR :

- ▶ Avec la commande de menu **Instrument | Component Test**, accéder à la fenêtre **Component Test**, à l'onglet **Optical bench**.
- ▶ Activer l'option **Optical bench** en cochant la case.

Signaler l'erreur au service client :

- ▶ Copier le répertoire...multiWin\LOG. Pour cela, utiliser l'ordre de menu **Copy ..\multiWin\LOG*.*** dans le menu **Instrument | System parameters**, onglet **Error analysis**.
- ▶ Envoyer le répertoire par e-mail au service client. Adresse de service, voir la page de garde.

7.1 Messages d'erreur du logiciel

Code d'erreur : Message d'erreur	VERS: Communication error – incorrect command set between PC and device!
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Les versions de programme interne et externe ne correspondent pas. 	<ul style="list-style-type: none"> Effectuer une mise à jour des programmes interne et externe.
Code d'erreur : Message d'erreur	VERS1: Communication error – analyzer
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Analyseur non activé. Logiciel multiWin démarré trop tard. Analyseur non relié au PC. Mauvaise interface COM sur l'ordinateur externe. 	<ul style="list-style-type: none"> Mettre en marche l'analyseur. Démarrer le logiciel après 30 s. Contrôler la liaison analyseur - PC. Vérifier l'interface sur l'ordinateur externe. Si nécessaire, sélectionner d'autres interfaces dans le logiciel (avec l'ordre de menu Configuration Interface).
Code d'erreur : Message d'erreur	-6: Analyzer is busy
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Appareil d'analyse en statut occupé > 10 min 	<ul style="list-style-type: none"> Initialiser l'analyseur.
Code d'erreur : Message d'erreur	-5: Communication error – analyzer STAT, MESS, STEP or INIT
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Erreur de communication 	<ul style="list-style-type: none"> Initialiser l'analyseur.
Code d'erreur : Message d'erreur	-4: Communication error – analyzer
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Erreur de communication 	<ul style="list-style-type: none"> Contrôler les câbles d'interface. Initialiser l'analyseur.
Code d'erreur : Message d'erreur	-3: Command from the analyzer CRC error
	-2: CRC error
	-1: Invalid command from the analyzer
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Erreur de communication 	<ul style="list-style-type: none"> Initialiser l'analyseur.
Code d'erreur : Message d'erreur	1: Incomplete command from the PC
	2: PC command without STX
	3: PC command without *
	4: PC command CRC error
	5: PC command invalid command
	6: PC command invalid MESS command
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Liaison coupée entre les programmes interne et externe 	<ul style="list-style-type: none"> Initialiser l'analyseur.
Code d'erreur : Message d'erreur	7: COM 2 not found
	8: COM 3 not found
	9: COM 4 not found
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Problèmes de matériel 	<ul style="list-style-type: none"> Mise en marche / arrêt de l'analyseur.

Code d'erreur : Message d'erreur	10: Gas pressure error
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Pression de retour dans le système d'analyse trop forte : L'alimentation en gaz porteur est interrompue automatiquement pour protéger l'analyseur. Affichage de débit In env. 0 ml/min. La pompe de condensat pour soulager la surpression dans le système. 	<ul style="list-style-type: none"> Effectuer les mesures suivantes dans l'ordre spécifié afin d'éliminer l'erreur. Desserrer le raccord inférieur des pièges à eau.  ATTENTION ! Risque de brûlures ! Une solution acide peut s'échapper. Porter un équipement de protection. Vérifier le niveau de remplissage du réceptacle de condensat. Lorsque le liquide est au-dessus du raccordement latéral de la pompe à condensat, desserrer le tuyau 11 sous le réceptacle de condensat. Purger la solution acide.  ATTENTION ! Risque de brûlures ! Porter un équipement de protection. Ensuite, ouvrir la paroi latérale de gauche. Si nécessaire, purger la solution acide du serpentin de condensation également. Pour cela, séparer le joint rodé entre le tube de combustion et le serpentin de condensation. Localiser les composants à l'origine de l'erreur de pression de gaz, voir ci-dessous.
<ul style="list-style-type: none"> Piège à eau recouverts. 	<ul style="list-style-type: none"> Réinitialiser l'analyseur. Vérifier si une erreur de pression de gaz se reproduit. Si non, renouveler les pièges à eau.
<ul style="list-style-type: none"> Pas de débit de gaz sur la sortie de gaz de mesure, le tuyau de gazage d'échantillon tordu 	<ul style="list-style-type: none"> Contrôler le tuyau. Si nécessaire, éliminer le coude.
<ul style="list-style-type: none"> Obstruction du serpentin par des dépôts de catalyseur 	<ul style="list-style-type: none"> Interrompre le débit de gaz de mesure entre le tube de combustion et le serpentin de condensation. Vérifier si une erreur de pression de gaz se reproduit. Si non, rincer le serpentin de condensation à l'eau extra-pure. Lors du remplacement du catalyseur, s'assurer impérativement que la laine de verre en quartz comme première couche est suffisante.
<ul style="list-style-type: none"> Tube de combustion « ensalé ». (du fait de l'analyse d'échantillons fortement salins, dépôt de sel dans le tube de combustion) Tapis HT usagé en raison de l'analyse d'échantillons fortement salins 	<ul style="list-style-type: none"> Remplacer le tapis HT dans le tube de combustion ou le catalyseur. Sélectionner la mesure selon le nombre de mesures avec la garniture actuelle du catalyseur et l'activité du catalyseur.
<ul style="list-style-type: none"> Alimentation en gaz en haut du four obstruée. 	<ul style="list-style-type: none"> Nettoyer l'alimentation en gaz en haut du four.
Code d'erreur : Message d'erreur	11: Change-over valve timing error
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> La soupape de commutation ne tourne pas. La soupape de commutation ne s'arrête pas de tourner. 	<ul style="list-style-type: none"> Initialiser l'analyseur. Contrôler la position de la soupape (avec l'ordre de menu Instrument Component Test, onglet Valves).

Code d'erreur : Message d'erreur	12: Incorrect version number
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> La version du logiciel de commande et le logiciel de l'ordinateur interne ne correspondent pas. 	<ul style="list-style-type: none"> Effectuer la mise à jour correspondante.
Code d'erreur : Message d'erreur	13: No connection to sampler
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Distributeur d'échantillons pas en marche. Câble de connexion pas branché ou défectueux. 	<ul style="list-style-type: none"> Mettre en marche le distributeur d'échantillons et initialiser l'analyseur. Contrôler le câble de liaison.
Code d'erreur : Message d'erreur	15: No gas pressure
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Raccordement du gaz absent ou défectueux. 	<ul style="list-style-type: none"> Raccorder le gaz porteur. Vérifier la pression d'alimentation.
Code d'erreur : Message d'erreur	20: No connection to optics (NDIR)
	21: CRC error optics
	22: Status error optics
	26: Optics error; incorrect command return
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Erreur de communication Détecteur NDIR défectueux 	<ul style="list-style-type: none"> Initialiser l'analyseur. Contacter le service clientèle
Code d'erreur : Message d'erreur	24: Optics error, analog values out of range
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Les valeurs analogiques du détecteur sont en dehors de la plage de travail. 	<ul style="list-style-type: none"> Vérifier la qualité du gaz porteur. Initialiser l'analyseur et contrôler les valeurs analogiques par un test de composant.
Code d'erreur : Message d'erreur	27: Optics error, analog values out of range
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Les valeurs analogiques du détecteur sont en dehors de la plage de travail. 	<ul style="list-style-type: none"> Vérifier la qualité du gaz porteur. Pour les méthodes pour solides et le raccord du modèle HT 1300 : Régler le débit de gaz supérieur au débit d'aspiration. Initialiser l'analyseur et contrôler les valeurs analogiques par un test de composant
Code d'erreur : Message d'erreur	30: No connection to N sensor
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Le détecteur CLD n'est pas sous tension. Câble de connexion pas branché ou défectueux. Mauvais raccordement 	<ul style="list-style-type: none"> Mettre en marche le détecteur. Contrôler le câble de liaison. Contrôler le raccordement.
Code d'erreur : Message d'erreur	40: No connection to the syringe pump
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Aucune communication entre l'analyseur et la pompe d'injection 	<ul style="list-style-type: none"> Initialiser l'analyseur. Débrancher puis rebrancher le PC et initialiser l'analyseur.

Code d'erreur : Message d'erreur	80: No connection to temperature controller
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Pas de liaison avec le module pour solides ▪ Module pour solides hors tension. ▪ Mauvais raccordement 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Contrôler le câble de liaison. ▪ Mettre le module pour solides en option sous tension. ▪ Contrôler le raccordement.
Code d'erreur : Message d'erreur	81: Thermocouple HT furnace interruption (HT) / UV cover open (UV)
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Thermo-élément défectueux ▪ Four non connecté ▪ Température du four trop élevée 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Contacter le service clientèle ▪ Raccorder le four. ▪ Contacter le service clientèle
Code d'erreur : Message d'erreur	84: Communication error HT furnace temperature controller
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Erreur de communication 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Contacter le service clientèle
Code d'erreur : Message d'erreur	86: No external furnace found
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Pas de liaison avec le module pour solides 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Contrôler le câble de liaison.
Code d'erreur : Message d'erreur	111: Rotator error
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Entraînement mal positionné, par ex. coincé. ▪ Entraînement défectueux. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Initialiser l'analyseur. ▪ Si l'erreur ne peut pas être éliminée, contacter le Service.
Code d'erreur : Message d'erreur	112: Swivel drive error
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Entraînement mal positionné, par ex. coincé. ▪ Entraînement défectueux. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Initialiser l'analyseur. ▪ Si l'erreur ne peut pas être éliminée, contacter le Service.
Code d'erreur : Message d'erreur	113: Lifting drive error / Sampler: z drive error (steps lost)
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Entraînement mal positionné, par ex. coincé. ▪ Entraînement défectueux. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Initialiser l'analyseur. ▪ Si l'erreur ne peut pas être éliminée, contacter le Service.
Code d'erreur : Message d'erreur	114: Rack detection error
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Porte-échantillons mal posé. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Reposer le porte-échantillons, veiller à bien l'encliqueter. ▪ Initialiser l'analyseur.
Code d'erreur : Message d'erreur	115: Wrong rack
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Mauvais porte-échantillons paramétré dans le logiciel. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Vérifier les réglages du logiciel. ▪ Si nécessaire, régler l'autre porte-échantillon.
Code d'erreur : Message d'erreur	116: Unknown sampler command
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Erreur de communication 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Contacter le service clientèle

Code d'erreur : Message d'erreur	200: Restart computer in the analyzer
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Réinitialisation de l'ordinateur interne ■ Surtension ■ Brève coupure de courant 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Lorsque l'affichage DEL de l'état s'allume, initialiser l'analyseur. ■ En cas de répétition, observer avec attention quand l'erreur se produit. Tenir compte pour cela de la ligne de statut.
Code d'erreur : Message d'erreur	201: Restart the internal program
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Erreur interne du programme 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Initialiser l'analyseur. ■ En cas de répétition, observer avec attention quand l'erreur se produit. Tenir compte de la ligne de statut !
Code d'erreur : Message d'erreur	202: File method.txt not found
Code d'erreur : Message d'erreur	203: File init.cnf not found
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Erreur du programme 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contacter le service clientèle
Code d'erreur : Message d'erreur	401: Syringe pump: Initialization
Code d'erreur : Message d'erreur	402: Syringe pump: invalid command
Code d'erreur : Message d'erreur	403: Syringe pump: invalid operand
Code d'erreur : Message d'erreur	404: Syringe pump: faulty command sequence
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Erreur de communication ■ Pompe à injection défectueuse 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Initialiser l'analyseur. ■ Contacter le service clientèle
Code d'erreur : Message d'erreur	407: Syringe pump: syringe pump not initialized
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Analyseur pas encore initialisé après la mise en marche. ■ Reset de la pompe à injection 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Initialiser l'analyseur.
Code d'erreur : Message d'erreur	409: Syringe pump: pump sluggish
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Blocage d'un tuyau 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Rechercher et éliminer l'origine de l'erreur. ■ Nettoyer ou remplacer le tuyau. ■ Initialiser l'analyseur.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Pompe à injection défectueuse 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contacter le service clientèle
Code d'erreur : Message d'erreur	410: Syringe pump: valve sluggish
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Pompe à injection défectueuse ■ Vanne cassée 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contacter le service clientèle
Code d'erreur : Message d'erreur	411: Syringe pump: pump step not permitted
Code d'erreur : Message d'erreur	415: Syringe pump: invalid command
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Erreur de communication ■ Pompe à injection défectueuse 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Initialiser l'analyseur. ■ Contacter le service clientèle

Code d'erreur : Message d'erreur	MESSx: Analyser error: MESSx measurement is cancelled
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Erreurs de l'appareil 	<ul style="list-style-type: none"> Initialiser l'analyseur. Confirmer l'erreur. Respecter l'affichage dans la fenêtre System state. Rechercher et éliminer la cause de l'erreur de l'appareil.
Code d'erreur : Message d'erreur	Peltier temperature outside range
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Refroidissement Peltier insuffisant 	<ul style="list-style-type: none"> Contacter le service clientèle Remplacer les pièges à eau après une réparation réussie.
Code d'erreur : Message d'erreur	Minimum sample volume > cup volume
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> En cas de distribution d'échantillons avec le distributeur automatique : Volume d'échantillon trop important. Nombre de déterminations trop grand 	<ul style="list-style-type: none"> Vérifier les réglages de la méthode : Volume d'échantillon/de lavage. Adapter le nombre de déterminations (mesures répétitives) au volume du récipient.

7.2 Erreur de statut

Les erreurs de statut sont représentées en rouge ou en jaune dans la fenêtre **System state**.

Affichage d'erreur	In 160 ml/min; Out < 150 ml/min
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Écrou d'accouplement pas correctement serré au niveau du tube de combustion ou du canal (après changement du catalyseur). L'alimentation en gaz porteur vers la tête du four ou le canal de transfert n'a pas été correctement raccordée (après le changement du catalyseur). Anneaux d'étanchéité défectueux sur le tube de combustion (fortement déformés) ou non montés (après un changement de catalyseur). Connecteurs FAST non étanches sur le réceptacle de condensat Liaison desserrée au niveau du système de piège à eau (après le remplacement des pièges à eau ou le montage d'un piège à halogènes) 	<ul style="list-style-type: none"> Contrôler que les raccords vissés sont complets et non déformés. Les resserrer si nécessaire. Contrôler l'alimentation en gaz porteur, en particulier le connecteur FAST sur la paroi de l'analyseur et raccords vissés au niveau de la tête du four. Contrôler tous les points de raccordement sur les pièges à eau. Remplacer si nécessaire les connecteurs FAST.
<ul style="list-style-type: none"> Liaison entre le tube de combustion et le serpentin ou les raccords vissés non étanche 	<ul style="list-style-type: none"> Contrôler la liaison entre le tube de combustion et le serpentin, en particulier la position de l'attache en fourchette.
<ul style="list-style-type: none"> Tube de combustion défectueux (fissures, points cassés sur les bords) Réceptacle de condensat TIC défectueux (points cassés au niveau des raccords) 	<ul style="list-style-type: none"> Vérifier les pièces en verre. Remplacer si nécessaire
<ul style="list-style-type: none"> Pièges à eau recouverts 	<ul style="list-style-type: none"> Remplacer les pièges à eau.

<ul style="list-style-type: none"> Tuyau de la pompe à condensat non étanche 	<ul style="list-style-type: none"> Vérifier la pompe de condensat. Remplacer le tuyau si nécessaire.
Affichage d'erreur	In 160 ml/min; Out < 150 ml/min; Out > 170 ml/min
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> MFM (débitmètre massique) défectueux 	<ul style="list-style-type: none"> Contrôler le débit lorsque c'est possible avec un débitmètre massique externe pour une confirmation de l'erreur. Contacter le service clientèle
<ul style="list-style-type: none"> Garniture du piège à halogènes utilisée. 	<ul style="list-style-type: none"> Vérifier le piège à halogènes.
Affichage d'erreur	In < 160 ml/min; Out < 150 ml/min
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Aucun gaz porteur Tuyau non étanche 	<ul style="list-style-type: none"> Desserrer le gaz porteur au niveau du réducteur de pression. Rechercher la fuite et l'éliminer.
<ul style="list-style-type: none"> La pression d'admission de l'alimentation du gaz porteur est trop basse 	<ul style="list-style-type: none"> Régler correctement la pression d'admission du gaz porteur.
<ul style="list-style-type: none"> L'interrupteur de pression dans l'analyseur s'est déclenché, le message d'erreur 10: Gas pressure error s'est affiché simultanément. 	<ul style="list-style-type: none"> Voir la solution 10: Gas pressure error
<ul style="list-style-type: none"> MFC défectueux 	<ul style="list-style-type: none"> Contacter le service clientèle
Affichage d'erreur	In < 160 ml/min; Out = 160 ± 5 ml/min
<ul style="list-style-type: none"> Aucun gaz porteur 	<ul style="list-style-type: none"> Desserrer le gaz porteur au niveau du réducteur de pression.
<ul style="list-style-type: none"> La pression d'admission de l'alimentation du gaz porteur est trop basse 	<ul style="list-style-type: none"> Régler correctement la pression d'admission du gaz porteur.
<ul style="list-style-type: none"> MFC défectueux 	<ul style="list-style-type: none"> Contacter le service clientèle
Affichage d'erreur	In 160 ml/min; Out > 170 ml/min
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Refroidissement Peltier insuffisant, message d'erreur simultanément Peltier temperature outside range. 	<ul style="list-style-type: none"> Vérifier le refroidissement en haut du réceptacle de condensat TIC. La formation d'eau de condensation sur le bloc de refroidissement indique que le refroidissement fonctionne.
<ul style="list-style-type: none"> MFC défectueux 	<ul style="list-style-type: none"> Contacter le service clientèle
Affichage d'erreur	In; Out = 0 ml/min
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> Blocage d'un tuyau 	<ul style="list-style-type: none"> Démonter et nettoyer le tuyau bouché. Le remonter ensuite. Remplacer le tuyau bouché.
<ul style="list-style-type: none"> Aucune méthode chargée. 	<ul style="list-style-type: none"> Charger la méthode.
Affichage d'erreur	Valeurs du détecteur NDIR sous Optical bench représentées en jaune.
<ul style="list-style-type: none"> Les valeurs analogiques du détecteur sont en dehors de la plage de travail. 	<ul style="list-style-type: none"> Vérifier les pièges à eau. Si nécessaire, renouveler la garniture. Contacter l'équipe d'application et obtenir des conseils sur les instructions d'application pour les matrices d'échantillons difficiles.

Les valeurs analogiques du détecteur NDIR, les valeurs ADU, peuvent être vérifiées dans le logiciel avec l'ordre de menu **Instrument | Component Test**, dans l'onglet **Optical bench**.

Même si les valeurs ADU sont représentées en jaune, elles peuvent être mesurées. L'affichage attire votre attention sur le fait que le détecteur quitte la plage de fonctionnement optimale.

Les valeurs ADU diminuent lentement en raison de l'usure. Si les valeurs chutent après quelques analyses, des composants du gaz d'analyse sont susceptibles d'endommager le détecteur.

7.3 Erreurs de l'appareil

Cette section décrit une série d'erreurs de l'appareil et de problèmes analytiques dont certains peuvent être résolus par l'utilisateur lui-même. Les erreurs de l'appareil décrites sont généralement clairement reconnaissables. Les problèmes analytiques conduisent généralement à des résultats de mesure peu plausibles. Si les solutions proposées ne fonctionnent pas et si des problèmes ce type se produisent fréquemment, contacter le service après-vente d'Analytik Jena.

Erreur	Pièges à eau recouverts
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ La durée de vie des pièges à eau est terminée. ▪ Mesure d'échantillons avec forte formation d'aérosols 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Renouveler le piège à eau.
Erreur	Valeurs de mesure divergentes
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Garniture du tube de combustion usagée. ▪ Dosage incorrect. ▪ Canule endommagée. ▪ Échantillons hétérogènes 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Remplacer le catalyseur. ▪ Contrôler le dosage. ▪ Remplacer la canule. ▪ Laisser réchauffer les échantillons froids avant l'analyse. ▪ Filtrer les échantillons avant l'analyse.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Agitation insuffisante 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Mélanger l'échantillon contenant des particules. Pour les mesures avec le distributeur d'échantillons, ajuster la vitesse d'agitation dans la méthode.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Les échantillons sensibles sont influencés par l'air environnant 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Empêcher la contamination par du CO₂ ou des vapeurs organiques. ▪ Contrôler les conditions environnantes et remédier aux parasites. ▪ Recouvrir les flacons d'échantillon sur le distributeur d'échantillons avec du papier d'aluminium. ▪ Lors des mesures manuelles, appliquer le gaz dans l'espace supérieur de l'échantillon.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Déplacement de la base NDIR : Critères d'intégration défavorables Le logiciel a interrompu la mesure trop tôt. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Contrôler les réglages de la méthode. ▪ Si nécessaire, augmenter le temps d'intégration maximal.

Erreur	Canule défectueuse
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Canule d'injection attaquée pendant l'injection par la matrice d'échantillon et la température. ■ Canule obstruée. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Il est normal que la canule se ternisse. ■ Remplacer la canule si l'échantillon n'est plus dosé sous forme de jet continu mais pulvérisation.
Erreur	Le distributeur d'échantillons ne prépare pas les échantillons sans bulles d'air.
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Voie d'aspiration d'échantillons non étanche 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Vérifier les raccords pour tuyaux. ■ Si nécessaire, serrer les raccords pour tuyaux sur la canule ou sur la valve de la pompe d'injection.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Canule d'aspiration d'échantillons. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Démontez la canule et la nettoyez dans un bain d'ultrasons. ■ Remplacer la canule.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Seringue de dosage non étanche ■ Les lèvres d'étanchéité du poinçon sont endommagées. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Démontez et contrôlez la seringue de dosage. ■ Remplacer la seringue de dosage.
Erreur	Dosage incomplet dans les réacteurs
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Voie de dosage non étanche 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Vérifier les raccords pour tuyaux. Si nécessaire, serrer les connexions desserrées. pompe d'injection – soupape de commutation soupape de commutation - canule d'injection soupape de commutation - réceptacle de condensat
Erreur	mauvais transfert
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Nettoyage de la seringue insuffisant 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Laver la seringue de dosage avant l'injection d'échantillon suivante. Pour cela, modifier la méthode et saisir « 3 » sous Rinse cycles dans la colonne 1 pour la première mesure ; pour toutes les autres mesures, aucun rinçage n'est nécessaire dans la plupart des cas. Saisir « 0 » dans les colonnes du tableau.
Erreur	Moindre qualité des résultats (générale)
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Catalyseur usagé. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Remplacer le catalyseur.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Fuites dans le système 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contrôler l'étanchéité du système.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Dosage incorrect 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contrôler le dosage.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Échantillons contenant des particules pas ou pas suffisamment mélangées. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Mélanger l'échantillon contenant des particules.

Erreur	Moindre qualité des résultats des analyses TC, TOC, NPOC, TNb (analyses TIC OK)
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Catalyseur usagé. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Lors de l'utilisation du catalyseur au platine et de mesures en mode différentiel (échantillons neutres à légèrement alcalins) : le catalyseur peut être régénéré. Injecter six fois de l'eau extra-pure acidifiée (pH <2). Recommandation : Par série d'analyse, mesure un à deux verres à échantillons avec de l'eau extra-pure acidifiée. ▪ Remplacer le catalyseur. ▪ Procéder à l'étalonnage après le changement du catalyseur.
Erreur	Moindre qualité des résultats des analyses TIC (analyses TC, TOC, NPOC OK)
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Pas d'acide phosphorique dans le flacon de réactifs ▪ Erreur de dosage de l'échantillon 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Remplir le flacon. ▪ Contrôler le dosage.
Erreur	Moindre qualité des résultats des analyses TNb
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Catalyseur usagé. ▪ La concentration d'échantillons se trouve au-dessus de la plage étalonnée. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Remplacer le catalyseur. ▪ Prendre en compte la plage étalonnée. ▪ Utiliser une régression au carré. ▪ Essayer de faire un étalonnage adapté à la matrice. ▪ Lors de l'analyse de substances inconnues, utiliser de faibles concentrations si possible. Si possible, diluer l'échantillon. ▪ Utiliser de l'air synthétique comme gaz porteur.
Erreur	Forme de crête inhabituelle pour les analyses TC et TNb
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Catalyseur usagé. ▪ Critères d'intégration défavorables ▪ Dépassement de la plage de mesure pour CLD ▪ Dosage incorrect 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Remarque : des résultats de moindre qualité se produisent simultanément. Régénérer ou remplacer le catalyseur. ▪ Vérifier les critères d'intégration de la méthode. ▪ Diluer l'échantillon. ▪ En cas d'alimentation manuelle : Veillez à avoir une injection homogène.
Erreur	Analyses TNb avec CLD défectueux (analyses TC OK)
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Raccord de tuyau entre analyseur et détecteur défectueux ▪ Générateur d'ozone défectueux 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Vérifier le raccord pour tuyaux. ▪ Contacter le service clientèle

Erreur	Pompe de condensat ou pompe d'acide phosphorique non étanche
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Raccordements de tuyau non étanches ■ Tuyau de pompe défectueux 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contrôler les raccords. ■ Remplacer le tuyau.
Erreur	Les voyants de contrôle 5 V, 24 V sur la rangée de DEL ne s'allument pas.
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Erreur dans l'alimentation électrique ou l'électronique 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contrôler les connexions électriques. ■ Contrôler l'alimentation électrique du laboratoire.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Fusible de l'appareil défectueux 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contacter le service clientèle
Erreur	La DEL de statut sur l'analyseur ne s'allume pas (Lockin).
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Le programme interne n'est pas démarré. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Remettre l'analyseur hors puis sous tension sur l'interrupteur principal.
Erreur	Le voyant de contrôle Heating sur la rangée de DEL ne s'allume pas.
Cause	Solution
<ul style="list-style-type: none"> ■ Mauvais réglage de la température dans le logiciel 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Vérifier le réglage de la température sous Configuration Options, onglet Analyzer components.
<ul style="list-style-type: none"> ■ Thermo-élément défectueux (four) Le voyant de contrôle « broken Thermocouple » sur la rangée de DEL s'allume. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contacter le service clientèle
<ul style="list-style-type: none"> ■ Composants électroniques défectueux 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contacter le service clientèle
<ul style="list-style-type: none"> ■ Le four de combustion n'est pas correctement raccordé. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Vérifier la connexion du four de combustion.

8 Transport et stockage

8.1 Transport

Pour le transport, observez les consignes de sécurité indiquées dans la section « Consignes de sécurité ».

Choses à éviter lors du transport :

- Secousses et vibrations
Risque de dommages suite à des chocs, secousses ou vibrations !
- Fortes variations de température
Risque de condensation !

8.1.1 Préparation de l'analyseur pour le stockage



ATTENTION

Risque de brûlure avec le four

Le four à combustion est encore chaud après l'arrêt de l'appareil. Il existe un risque de brûlures.

- Laisser refroidir l'appareil avant de démonter le four de combustion.



ATTENTION

Risque de blessure

Lors de la manipulation des pièces en verre, il y a risque de blessures par bris de verre.

- Manipuler avec grande précaution les pièces en verre.



REMARQUE

Risque de dommages matériels en raison d'un emballage inadapté

- Transporter l'appareil et ses composants uniquement dans l'emballage d'origine.
- Vider complètement l'unité avant le transport et fixer toutes les sécurités de transport.
- Placer un dessiccant adapté dans l'emballage afin d'éviter des dommages dus à l'humidité.

Préparer l'analyseur comme suit pour le transport :

- ▶ Rincer la pompe d'acide phosphorique et les tuyaux associés à l'eau ultra-pure. Vider les composants.
- ▶ Arrêter l'analyseur à l'aide de l'interrupteur principal. Laisser refroidir l'appareil.
- ▶ Couper l'alimentation en gaz. Débrancher la fiche secteur de la prise.
- ▶ Détacher tous les câbles et les tuyaux de gaz à l'arrière de l'analyseur.
- ▶ Ouvrir les portes de l'analyseur.

- ▶ Retirer le flacon de réactifs et le bac collecteur et tout autre accessoire non fixé. Essuyer le ou les tuyaux avec un chiffon de papier propre.
 - ⚠ ATTENTION ! Les tuyaux contiennent des résidus d'acide.
- ▶ Détacher les canules des tuyaux. Mettre les canules dans l'emballage des canules.
 - i** REMARQUE ! Emballer soigneusement les canules. Les canules peuvent se tordre.
- ▶ Retirer les tuyaux des raccords sur le piège à halogènes. Sortir le piège à halogènes des attaches.
- ▶ Démontez et vider le réceptacle de condensat TIC.
- ▶ Emballer les extrémités ouvertes des tuyaux dans un sac de protection et les sécuriser par exemple dans l'analyseur à l'aide de ruban adhésif.



Fig. 75 Composants situés derrière les portes avant attachés pour le transport

- ▶ Ouvrir la paroi latérale de gauche :
 - Dévisser les quatre vis de fixation. les vis ne pouvant être perdues et restant dans la paroi.
 - Débrancher le conducteur de protection. Déposer la paroi latérale de manière suivie.
- ▶ Retirer le serpentin de condensation du support, le vider et le déposer délicatement.
- ▶ Démontez le tube de combustion.
- ▶ Démontez le four de combustion.
- ▶ Emballer les extrémités libres des tuyaux à l'intérieur de l'appareil dans un sac de protection et les fixer sur l'analyseur avec du ruban adhésif.
- ▶ Fermer la paroi latérale gauche de l'analyseur :
 - Enficher le conducteur de protection sur la paroi latérale.
 - Visser d'abord les vis sur la face inférieure et ensuite sur la face supérieure. Serrer les vis.
- ▶ Placer le recouvrement supérieur du four sur l'appareil et le fixer avec du ruban adhésif.
- ▶ Fermer les portes avant de l'analyseur.
- ▶ Emballer soigneusement les accessoires. Veiller à ce que les pièces en verre soient emballées dans un emballage résistant aux chocs.
- ▶ Emballer l'analyseur et les accessoires dans l'emballage d'origine.
 - ✓ L'analyseur est emballé de manière sûre pour le transport.

Voir également

📖 Maintenance et entretien [▶ 90]

8.1.2 Préparer le distributeur d'échantillons AS vario pour le transport**REMARQUE****Dommages à l'appareil pendant le transport sans sécurisation**

L'appareil peut être endommagé s'il est transporté sans sécurité de transport.

- Toujours installer la sécurité de transport avant le transport.

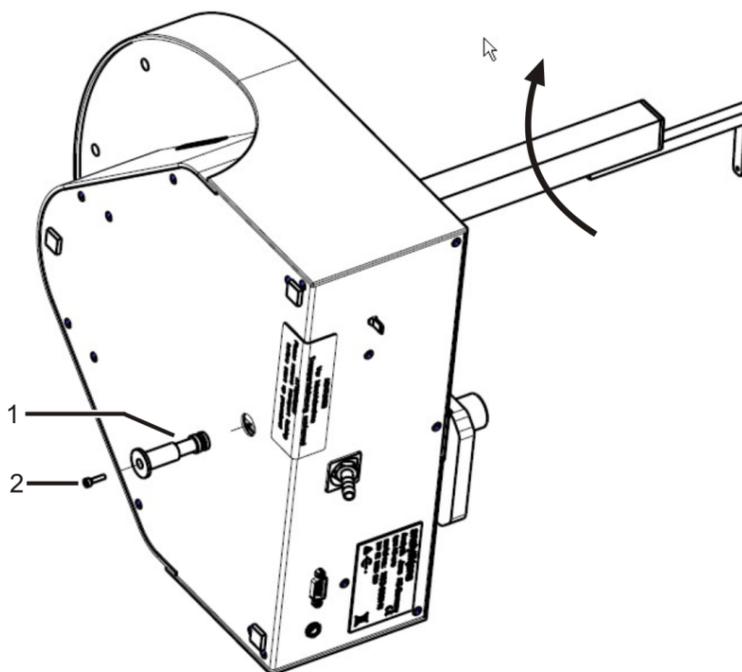


Fig. 76 Sécuriser le distributeur d'échantillons pour le transport

1 Dispositif de sécurité du transport 2 Vis M3x12

- ▶ Retourner le distributeur d'échantillons sur le côté et le déposer délicatement.
- ▶ Tourner le bras du distributeur d'échantillons dans le sens des aiguilles d'une montre jusqu'à la butée.
 - ✓ Les entraînements sont dans la bonne position.
- ▶ Pousser la sécurité de transport dans l'ouverture de la plaque de base jusqu'à la butée.
- ▶ Fixer la sécurité de transport avec la vis et la clé Allen fournies.
- ▶ Emballer le distributeur d'échantillons dans l'emballage d'origine.
 - ✓ Le distributeur d'échantillons peut être transporté en toute sécurité.

8.1.3 Déplacement de l'appareil dans le laboratoire



ATTENTION

Risque de blessure lors du transport

Il y a un risque de blessure et d'endommagement de l'appareil en cas de chute de l'appareil.

- Procéder avec précaution lors du déplacement et du transport de l'appareil. Soulever et porter l'appareil seulement à deux.
- Saisir fermement l'appareil avec les deux mains par le dessous et le soulever en même temps.

Lorsque l'appareil est déplacé dans le laboratoire, observer les points suivants :

- Risque de blessure si des pièces ne sont pas fixées correctement ! Avant de déplacer l'appareil, retirer toutes les pièces desserrées et débrancher tous les raccords de l'appareil.
- Pour des raisons de sécurité, deux personnes sont nécessaires, de part et d'autre de l'appareil, pour porter l'appareil.
- Comme l'appareil ne dispose pas de poignées, saisir fermement l'appareil des deux mains par le dessous. Soulever l'appareil en même temps.
- Respecter les valeurs indicatives et les valeurs limites légales prescrites pour lever et porter des charges sans outillage.
- Observer les conditions de mise en place sur le nouveau site.

8.2 Stockage



REMARQUE

Risque de dommages matériels suite aux influences de l'environnement

Les influences de l'environnement et la condensation peuvent entraîner la destruction de certains composants de l'appareil.

- N'entreposer l'appareil que dans des pièces climatisées.
- Veiller à ce que l'atmosphère soit exempte de poussières et de vapeurs corrosives.

Si l'appareil n'est pas immédiatement mis en place après la livraison ou s'il n'est pas utilisé pendant une durée prolongée, il doit être entreposé dans l'emballage d'origine. Placer un dessiccant adapté dans l'appareil ou l'emballage afin d'éviter tout dommage dû à l'humidité.

Les exigences relatives aux conditions climatiques du lieu de stockage sont définies dans les spécifications.

9 Élimination

Eaux usagées	Pendant le fonctionnement, les eaux usées contenant de l'acide et des échantillons s'accumulent. Éliminez les déchets neutralisés conformément aux dispositions légales relatives à une élimination appropriée.
Piège à halogènes	Le piège à halogènes contient du cuivre et du laiton. Prendre contact avec l'autorité responsable (administration ou entreprise de recyclage de déchets). Vous obtiendrez des informations sur le recyclage ou la mise au rebut.
Catalyseur	<p>Les catalyseurs spéciaux comprennent Pt(Al_2O_3) ou CeO_2.</p> <p>Mettre au rebut le catalyseur usagé conformément aux dispositions légales relatives à une élimination appropriée.</p> <p>La société Analytik Jena se charge de la mise au rebut du catalyseur spécial. Veuillez vous adresser au service après-vente. Adresse, voir la page de garde.</p>
Analyseur	L'appareil doit être éliminé avec ses composants électroniques dès l'expiration de la durée de vie de l'appareil selon les règles en vigueur sur les déchets électroniques.

10 Spécifications

10.1 Caractéristiques techniques

Caractéristiques générales	Désignation/type	multi N/C 3100 multi N/C 3100 pharma multi N/C 3100 duo
	Dimensions de l'appareil de base (L x H x P)	513 x 464 x 550 mm
	Masse de l'appareil de base	30 kg
Données de procédé	Principe d'attaque	Oxydation thermocatalytique
	Température d'attaque	Jusqu'à 950 °C, selon le catalyseur
	Procédé de mesure	TC, TIC, TOC (Méthode différentielle), NPOC, DOC, TN _b , POC
	Alimentation des échantillons	Injection liquide
	Volume d'échantillon	100 ... 1000 µl
	Qualité de distribution des particules	Selon DIN EN 1484
	Principe de détection du carbone	NDIR (associé au procédé VITA)
	Plage de mesure TC, TOC, NPOC, TIC	0 ... 30000 mg/l
	Plage de mesure TC, TOC dans les solides (avec module pour solides HT 1300)	0 ... 500 mg
Détection de l'azote	Principe de détection de l'azote	CLD ChD
	Plage de mesure TN _b (CLD)	0 ... 20000 mg/l
	Plage de mesure TN _b (ChD)	0 ... 10000 mg/l
Commande de processus	Logiciel de commande et d'évaluation	multiWin
	Série de fonctions du logiciel	Graphiques en temps réel, affichage d'état pendant l'analyse, représentation graphique des résultats de la mesure, impression des résultats Intégrité des données et conformité aux directives pharmaceutiques 21 CFR Part 11 und EudraLex Volume 4 Annex 11 dans le logiciel pharmaceutique
Alimentation en gaz	Option 1	Oxygène ≥4,5
	Option 2	Air synthétique (provenant d'une bouteille de gaz comprimé) Exempt d'hydrocarbures et de CO ₂
	Option 3	air comprimé purifié (fourni par un générateur de gaz TOC) CO ₂ <1 ppm Hydrocarbures (comme CH ₄) <0,5 ppm

	Pression d'entrée	400 ... 600 kPa
	Débit	15 l/h, selon le module de mesure
	Débit de gaz de mesure	160 ml/min
	Débit d'évacuation NPOC	50 ... 160 ml/min
Caractéristiques électriques	Tension	115/230 V
	Fréquence	50/60 Hz
	Protection	2 T6,3 A H
	Puissance absorbée moyenne type	400 VA
	Puissance absorbée maximale	500 VA
	Interface PC	USB 2.0
	Interface pour les modules/accessoires	RS 232
Utiliser uniquement des fusibles originaux de la société Analytik Jena !		
Conditions ambiantes	Température de fonctionnement	+10 ... 35 °C (air conditionné recommandé)
	Humidité maximale	90 % avec 30 °C
	Pression atmosphérique	0,7 ... 1,06 bar
	Température de stockage	5 ... 55 °C
	Humidité ambiante de stockage	10 ... 30 % (Utiliser un dessiccant)
	Altitude (maximale)	2000 m
Équipement minimal de l'ordinateur de commande	Processeur	Min. 3,2 GHz
	Disque dur	Min. 40 GB
	RAM	Min. 4 GB
	Résolution d'écran	Min. 1280 x 780
	Interface USB	Interface min. 1 USB 2.0, pour le raccordement de l'appareil de base
	Lecteur CD/DVD	Pour l'installation du logiciel
	Logiciel d'exploitation	Windows 10 ou supérieur, Windows 7/8.1 est pris en charge, 32 ou 64 bit

10.2 Normes et directives

Classe et type de protection	L'appareil est affecté à la classe de protection I.
Sécurité de l'appareil	L'appareil répond aux normes de sécurité <ul style="list-style-type: none"> ■ EN 61010-1 ■ EN 61010-2-081 ■ EN 61010-2-010 ■ EN 61010-2-051 (pour le fonctionnement avec distributeur d'échantillons)
Compatibilité CEM	L'appareil a été soumis à des tests d'émission parasite et d'immunité au bruit.

	<p>L'appareil répond aux exigences en matière d'émissions parasites, conformément à</p> <ul style="list-style-type: none">■ EN 61326-1 (EN 55011 groupe 1, classe B) <p>L'appareil répond aux exigences en matière d'immunité au bruit, conformément à</p> <ul style="list-style-type: none">■ EN 61326-1 (exigences pour l'utilisation dans l'environnement de base)
Influences environnementales et extérieures	<p>L'appareil a été testé lors d'essais de simulation environnementale dans des conditions d'utilisation et de transport et répond aux exigences de :</p> <ul style="list-style-type: none">■ ISO 9022-2■ ISO 9022-3
Directives de l'UE	<p>L'appareil répond aux exigences conformément à la directive 2011/65/EU.</p> <p>L'appareil est monté et testé conformément aux normes qui respectent les exigences des directives de l'UE 2014/35/EU et 2014/30/EU. À sa sortie d'usine, l'appareil est en parfait état de fonctionnement et bénéficie d'une parfaite sécurité technique. Pour conserver le bon état de l'appareil et assurer son fonctionnement sans danger, l'utilisateur doit respecter les consignes de sécurité et de travail figurant dans les manuels d'utilisation. Pour les accessoires et les composants système fournis par d'autres fabricants, ce sont leurs manuels d'utilisation qui prévalent.</p>
Directives pour la Chine	<p>L'appareil contient des substances réglementées (conformément à la directive GB/T 26572-2011). En cas d'utilisation de l'appareil conformément à l'usage prévu, la société Analytik Jena garantit que ces substances ne s'échapperont pas dans les 25 prochaines années et que pendant cette période, elles ne constituent pas un risque pour l'environnement et la santé.</p>

Table des illustrations

Fig. 1	Analyseur, portes avant ouvertes.....	16
Fig. 2	Analyseur, paroi latérale gauche ouverte.....	17
Fig. 3	Pompe d'injection.....	17
Fig. 4	Plan de la tuyauterie.....	18
Fig. 5	Réglage du débit d'évacuation NPOC.....	19
Fig. 6	Pompe de condensat.....	19
Fig. 7	Pompe d'acide phosphorique.....	19
Fig. 8	Connecteur FAST.....	20
Fig. 9	Raccord Fingertight.....	20
Fig. 10	four de combustion.....	21
Fig. 11	Serpentin de condensation.....	21
Fig. 12	Module de condensat TIC.....	22
Fig. 13	Pièges à eau.....	23
Fig. 14	Piège à halogènes.....	23
Fig. 15	LED de statut.....	25
Fig. 16	Rangée de DEL (porte droite ouverte).....	25
Fig. 17	Verso de l'appareil.....	26
Fig. 18	Principe de fonctionnement.....	28
Fig. 19	Espace requis pour le multi N/C 3100 avec les modules.....	39
Fig. 20	Encombrement du système de mesure modulaire multi N/C 3100 duo.....	39
Fig. 21	Espace requis pour le multi N/C pharma HT avec les modules.....	40
Fig. 22	Verso de l'appareil.....	42
Fig. 23	Distributeur d'échantillons AS 10e.....	44
Fig. 24	Distributeur d'échantillons AS 21hp.....	45
Fig. 25	Évacuation parallèle (à gauche) et évacuation séquentielle (à droite).....	46
Fig. 26	Distributeurs d'échantillons fixés sur l'analyseur à l'aide du support.....	46
Fig. 27	Raccords sur le dessus du distributeur d'échantillons :.....	48
Fig. 28	Support.....	48
Fig. 29	Raccord Fingertight.....	49
Fig. 30	Fenêtre Alignment - sampler	50
Fig. 31	Évacuation parallèle (à gauche) et évacuation séquentielle (à droite).....	51
Fig. 32	Conception du distributeur d'échantillon AS vario.....	53
Fig. 33	Conception du distributeur d'échantillon AS vario ER.....	54
Fig. 34	Dispositif de sécurité du transport.....	54
Fig. 35	Douille avec deux canules pour un soufflage non parallèle.....	55
Fig. 36	Raccord Fingertight.....	56
Fig. 37	Rinçage de la canule sur le modèle AS vario ER.....	57
Fig. 38	Activer le rinçage de la canule dans la méthode.....	58
Fig. 39	Distributeur d'échantillons EPA Sampler.....	59

Fig. 40	Distributeur d'échantillons POC Sampler	60
Fig. 41	Arrière du distributeur d'échantillon	60
Fig. 42	Branchements électriques	61
Fig. 43	Dispositif de sécurité du transport	61
Fig. 44	Monter l'étrier d'agitation.....	62
Fig. 45	Position de la canule pour les mesures NPOC avec soufflage parallèle (gauche) et non parallèle (droite) ...	63
Fig. 46	Raccord Fingertight.....	63
Fig. 47	Module POC pour le mode manuel.....	65
Fig. 48	Module POC pour utilisation automatique.....	66
Fig. 49	Détecteur de chimiluminescence (DCL)	69
Fig. 50	Raccords à l'arrière du module pour solides	72
Fig. 51	Données sur le nouvel étalonnage.....	76
Fig. 52	Données d'échantillons actuelles	78
Fig. 53	Données sur l'étalonnage effectué.....	79
Fig. 54	Liaison d'un étalonnage avec une méthode (3 plages d'étalonnage).....	81
Fig. 55	Panier de dilution.....	86
Fig. 56	Panier de dilution.....	88
Fig. 57	Ajustage du distributeur d'échantillons	92
Fig. 58	Points d'ajustage sur le porte-échantillons	93
Fig. 59	Installer les canules (ici : 2 canules pour l'éjection parallèle).....	94
Fig. 60	Ajustage du distributeur d'échantillons	95
Fig. 61	Ajuster la position 1.....	95
Fig. 62	Installer la canule et le serre-flan.....	97
Fig. 63	Ajustage du distributeur d'échantillons	97
Fig. 64	Ajuster la position 1.....	98
Fig. 65	Ajuster la canule sur le réacteur POC.....	98
Fig. 66	Conducteur de protection sur la paroi latérale.....	99
Fig. 67	Régler l'évacuation.....	100
Fig. 68	Réglage du débit d'évacuation NPOC.....	101
Fig. 69	Connecteur FAST, coudé.....	104
Fig. 70	Remplacer la connexion Fingertight.....	105
Fig. 71	Remplacer les pièges à eau sur la face avant	117
Fig. 72	Remplacer les pièges à eau sur la boîte à gaz	118
Fig. 73	Remplacement du piège à halogènes.....	120
Fig. 74	Remplacement de la cartouche de l'adsorbant	122
Fig. 75	Composants situés derrière les portes avant attachés pour le transport.....	136
Fig. 76	Sécuriser le distributeur d'échantillons pour le transport.....	137