

Istruzioni per l'uso

multi N/C 3100 (duo, pharma)

Analizzatori TOC/TNb



Produttore Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena / Deutschland
Telefono: +49 3641 77 70
Fax: +49 3641 77 9279
e-mail: info@analytik-jena.com

Servizio di assistenza tecnica Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena / Deutschland
Telefono: +49 3641 77 7407
Fax: +49 3641 77 9279
e-mail: service@analytik-jena.com



Per un uso corretto e sicuro, seguire le presenti istruzioni da conservare per futuri riferimenti.

Informazioni generali <http://www.analytik-jena.com>

Numero della documentazione /

Edizione F (04/2023)

Documentazione tecnica Analytik Jena GmbH+Co. KG

© Copyright 2023, Analytik Jena GmbH+Co. KG

Indice

1	Informazioni di base	7
1.1	Informazioni sulle presenti istruzioni per l'uso	7
1.2	Campi di applicazione dell'analizzatore	8
1.3	Utilizzo conforme all'impiego previsto	8
2	Sicurezza	10
2.1	Contrassegni relativi alla sicurezza sull'apparecchio	10
2.2	Requisiti degli operatori	11
2.3	Indicazioni di sicurezza per il trasporto e la messa in funzione	11
2.4	Indicazioni di sicurezza per l'utilizzo	12
2.4.1	Indicazioni generali di sicurezza	12
2.4.2	Indicazioni di sicurezza per la protezione contro le esplosioni e la protezione antincendio	13
2.4.3	Contrassegni relativi alla sicurezza elettrica	13
2.4.4	Indicazioni di sicurezza per il funzionamento di contenitori per gas compresso e impianti di gas compresso	13
2.4.5	Maneggiamento di sostanze ausiliarie e mezzi di esercizio	14
2.4.6	Indicazioni di sicurezza per la manutenzione e la riparazione	15
2.5	Comportamento in caso d'emergenza	15
3	Funzionamento e struttura	16
3.1	Struttura	16
3.1.1	Sistema di caricamento dei campioni	17
3.1.2	Sistema di tubi	18
3.1.3	Sistema di combustione	20
3.1.4	Sistema di essiccazione e purificazione del gas di misurazione	21
3.1.5	Rilevamento	24
3.1.6	Elementi di visualizzazione e di comando, collegamenti	25
3.1.7	Accessori	27
3.2	Opzioni di espansione dell'analizzatore	27
3.3	Funzionamento e principio di misurazione	27
3.4	Metodo di misurazione	29
3.4.1	Analisi del TC	29
3.4.2	Analisi del TOC	29
3.4.3	Analisi del TIC	29
3.4.4	Analisi del NPOC	29
3.4.5	Analisi del DOC	30
3.4.6	Analisi del POC	30
3.4.7	Analisi del TN _b	31
3.5	Catalizzatori	31
3.6	Calibrazione	31
3.6.1	Strategie di calibrazione	31
3.6.2	Fattore giornaliero	32
3.6.3	Procedura di calibrazione	32
3.6.4	Dati caratteristici della procedura	33
3.6.5	Ulteriori calcoli	34
3.7	Valori di bianco	35
3.7.1	Valori di bianco dell'acqua	35
3.7.2	Valore di bianco dell'eluato	36

3.7.3	Valore di bianco della navicella.....	36
3.8	Test di idoneità del sistema	37
4	Installazione e messa in funzione	38
4.1	Condizioni per la collocazione dell'apparecchio	38
4.1.1	Condizioni ambientali.....	38
4.1.2	Disposizione dell'apparecchio e requisiti di spazio	38
4.1.3	Alimentazione elettrica	40
4.1.4	Alimentazione di gas	40
4.2	Disimballaggio e sistemazione dell'apparecchio.....	40
4.2.1	Sistemazione e messa in funzione dell'analizzatore.....	41
4.3	Collegamento degli accessori	44
4.3.1	Campionatore AS 10e e AS 21hp	44
4.3.2	Campionatore AS vario	51
4.3.3	EPA Sampler	58
4.3.4	Modulo per il POC.....	64
4.3.5	Rivelatore a chemiluminescenza (CLD).....	69
4.3.6	Modulo per solidi esterno	71
5	Funzionamento.....	72
5.1	Indicazioni generali	72
5.2	Accensione dell'analizzatore	73
5.3	Spegnimento dell'analizzatore.....	74
5.4	Esecuzione della calibrazione	75
5.4.1	Preparazione e avvio della calibrazione	75
5.4.2	Visualizzazione dei risultati di calibrazione.....	77
5.4.3	Modifica della calibrazione	78
5.4.4	Abbinamento della calibrazione al metodo	79
5.4.5	Gestione dei dati di calibrazione.....	81
5.5	Esecuzione di una misurazione.....	81
5.5.1	Misurazione con caricamento manuale del campione	81
5.5.2	Misurazione con un campionatore	82
5.6	Diluizione	84
5.6.1	Diluizione automatica per il TC.....	84
5.6.2	Diluizione smart per il TN	86
6	Manutenzione e cura.....	89
6.1	Panoramica della manutenzione.....	89
6.2	Regolazione e impostazione	90
6.2.1	Indicazioni generali sulla regolazione del campionatore	90
6.2.2	Regolazione del campionatore AS vario.....	91
6.2.3	Regolazione di EPA Sampler.....	93
6.2.4	Regolazione del campionatore	95
6.2.5	Impostazione del flusso di espulsione del NPOC	98
6.3	Manutenzione della pompa a siringa.....	100
6.4	Sostituzione del tubo della pompa	101
6.5	Sostituzione dei collegamenti dei tubi	102
6.6	Controllo della tenuta del sistema	104
6.7	Sostituzione del catalizzatore	104
6.7.1	Rimozione del tubo di combustione.....	105
6.7.2	Riempimento del tubo di combustione	106

6.7.3	Installazione del tubo di combustione.....	108
6.8	Rimozione e installazione del fornello di combustione	110
6.8.1	Rimozione del fornello di combustione	110
6.8.2	Installazione del fornello di combustione.....	111
6.9	Pulizia del recipiente di condensazione per il TIC.....	112
6.10	Manutenzione della serpentina di condensazione.....	113
6.11	Sostituzione delle trappole di condensazione.....	115
6.12	Sostituzione della trappola per alogeni.....	118
6.13	Manutenzione del modulo per il POC.....	120
6.14	Manutenzione del rivelatore a chemiluminescenza (CLD)	121
7	Eliminazione delle anomalie	122
7.1	Messaggi di errore del software	123
7.2	Errore di stato	128
7.3	Errore apparecchio.....	130
8	Trasporto e conservazione	134
8.1	Trasporto	134
8.1.1	Preparazione dell'analizzatore per il trasporto	134
8.1.2	Preparazione del campionatore AS vario per il trasporto	136
8.1.3	Implementazione dell'apparecchio in laboratorio	137
8.2	Conservazione	137
9	Smaltimento	138
10	Specifiche.....	139
10.1	Dati tecnici	139
10.2	Norme e direttive.....	140

1 Informazioni di base

1.1 Informazioni sulle presenti istruzioni per l'uso

Contenuto

Le istruzioni per l'uso descrivono il/seguito/i modello/i di apparecchio:

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

Di seguito si farà riferimento a questi modelli con il nome multi N/C 3100. Le differenze tra modelli saranno definite dove necessario.

L'apparecchio è destinato a essere impiegato da personale specializzato qualificato nel rispetto delle presenti istruzioni per l'uso.

Le istruzioni per l'uso forniscono informazioni sulla struttura e sul funzionamento dell'apparecchio e offrono agli operatori le conoscenze necessarie per un utilizzo sicuro dell'apparecchio e dei suoi componenti. Queste istruzioni per l'uso contengono inoltre indicazioni sulla manutenzione e la cura dell'apparecchio e sulle possibili cause delle anomalie e la loro risoluzione.

Il sistema di misurazione modulare multi N/C 3100 duo permette l'analisi automatizzata di campioni liquidi e solidi. La struttura, l'installazione e il funzionamento del sistema di misurazione modulare sono descritti nelle istruzioni per l'operatore del modulo per solidi HT 1300. Prestare particolare attenzione alle indicazioni ivi riportate per passare dalla modalità di funzionamento per i liquidi a quella per i solidi.

Il modello multi N/C 3100 pharma è stato appositamente progettato per l'industria farmaceutica. Per il modello per il settore farmaceutico non sono offerti nessun modulo per solidi e nessun rivelatore ChD.

convenzioni

Le istruzioni per l'uso che seguono una sequenza temporale sono raggruppate in unità.

Le avvertenze sono contrassegnate da un triangolo e una parola di avvertimento. Vengono indicati il tipo, la fonte e le conseguenze del pericolo e vengono fornite indicazioni sulla prevenzione del pericolo segnalato.

Gli elementi del programma di comando e analisi vengono indicati nel seguente modo:

- i termini del programma sono scritti in grassetto (ad es. menu **System**).
- le singole voci del menu sono divise tra loro da trattini verticali (ad es. **System | Device**).

Simboli utilizzati e parole di segnalazione

I pericoli e/o le indicazioni delle istruzioni per l'uso vengono contrassegnati dai simboli e dalle parole di segnalazione riportati in seguito. Anche le azioni da eseguire vengono precedute da una relativa avvertenza.



AVVERTENZA

Segnala un'eventuale situazione di pericolo che potrebbe causare lesioni gravi (deformazioni fisiche) o la morte.



ATTENZIONE

Segnala un'eventuale situazione di pericolo che potrebbe causare lesioni di media o lieve entità.



NOTA

Segnala l'eventualità di danni materiali o all'ambiente

1.2 Campi di applicazione dell'analizzatore

- multi N/C 3100 pharma: Modello speciale per l'impiego in campo farmaceutico, in medicina e nel settore delle biotecnologie

Questo modello è stato sviluppato appositamente per la determinazione del TOC e del TN_b dell'acqua ultrapura. È adatto, per esempio, per l'impiego nella fase di convalida della purificazione e per l'analisi dell'acqua per iniezioni. Sommarariamente si possono esaminare anche i composti organici estraibili delle confezioni farmaceutiche di plastica. Il software di controllo e analisi garantisce la completa integrità dei dati ed è conforme alle linee guida farmaceutiche 21 CFR Part 11 e EudraLex Volume 4 Annex 11.

- Impiego nel trattamento delle acque

Il dispositivo è utilizzabile sia per l'analisi dell'acqua potabile che delle acque reflue negli impianti di trattamento municipali e industriali. È possibile analizzare in modo affidabile anche le acque complesse con particelle e una determinata contaminazione salina.

- Impiego nel monitoraggio ambientale

Nelle acque superficiali come l'acqua di mare si riscontrano spesso bassi livelli di TOC in concomitanza con alte concentrazioni di TIC e un'elevata contaminazione salina. Questi campioni problematici si possono esaminare grazie a particolari modalità di analisi (NPOC plus).

- Impiego in centrali elettriche e laboratori

Grazie a un campo di misura dinamico, l'analizzatore permette la determinazione del TOC nelle centrali elettriche e nei generatori di vapore industriali.

- Esame di rifiuti e campioni di suolo

La determinazione del carbonio (determinazione di TC/TOC) in campioni solidi è possibile attraverso l'espansione del sistema con un modulo per solidi. Inoltre si possono analizzare gli eluati. In questi e altri campioni di liquidi, TC e TN_b possono essere determinati simultaneamente.

- Impiego nella ricerca e nella didattica

Grazie alle numerose opzioni di configurazione, l'analizzatore è uno strumento adatto per la ricerca e la didattica. In combinazione con il modulo per solidi è possibile determinare il TC e il TOC nei solidi.

1.3 Utilizzo conforme all'impiego previsto

L'apparecchio e i suoi componenti possono essere utilizzati esclusivamente per le analisi descritte nelle istruzioni per l'operatore. Solo questo tipo di utilizzo è da considerarsi conforme all'impiego previsto e garantisce la sicurezza dell'operatore e dell'apparecchio.

L'analizzatore deve essere utilizzato solo per determinare il contenuto di carbonio totale e il contenuto di carbonio legato in un composto organico o inorganico in campioni acquosi.

L'analizzatore è particolarmente adatto per la determinazione dei suddetti parametri nell'acqua potabile, nelle acque sotterranee, nell'acqua superficiale, nell'acqua ultrapura e nell'acqua per usi farmaceutici.

Se dotato di un rivelatore di azoto, l'analizzatore può essere utilizzato per esaminare il contenuto di azoto nei campioni acquosi.

In combinazione con un modulo opzionale per solidi, è possibile determinare il contenuto di carbonio totale nei solidi.

L'analizzatore non deve essere utilizzato per analizzare liquidi combustibili o sostanze che possono formare miscele esplosive. Attenzione, non impiegare l'analizzatore per analizzare acidi concentrati!

L'apparecchio può essere utilizzato solo con i seguenti gas trasportatori: ossigeno, aria sintetica o aria compressa purificata.

2 Sicurezza

Leggere accuratamente questo capitolo prima della messa in funzione dell'apparecchio per la propria incolumità e per un funzionamento sicuro e senza anomalie.

Seguire tutte le indicazioni di sicurezza contenute nelle istruzioni per l'operatore, nonché tutti i messaggi e le indicazioni del software di controllo e analisi visualizzate sullo schermo.

2.1 Contrassegni relativi alla sicurezza sull'apparecchio

L'apparecchio presenta segnali di avvertimento e obbligo che devono essere tassativamente rispettati.

I segnali di avvertimento e obbligo eventualmente danneggiati o mancanti possono portare ad operazioni errate con conseguenti danni alle persone e alle cose. I segnali non devono essere rimossi. I segnali di avvertimento e obbligo eventualmente danneggiati devono essere immediatamente sostituiti!

Sull'apparecchio sono presenti i segnali di avvertimento e obbligo riportati di seguito.

Simbolo di avvertimento	Significato	Nota
	Avvertimento relativo a una superficie molto calda	■ Sul fornello, sulla copertura del fornello: ■ Sulla parete laterale sinistra: pericolo di ustioni in corrispondenza del fornello molto caldo
	Avvertimento relativo alle sostanze corrosive	■ Sul lato anteriore, accanto al flacone di acido fosforico: avvertimento relativo all'acido fosforico
	Avvertimento relativo alle sostanze nocive o irritanti	■ Sul lato anteriore: avvertimento relativo all'acido fosforico
	Avvertimento relativo al pericolo di schiacciamento	Sul campionatore: c'è pericolo di lesioni nella zona di spostamento del campionatore.

In azienda si fa uso di sostanze pericolose.

Marchio GHS	Significato	Nota
	Avvertimento relativo alla corrosività	Sul flacone di acido fosforico: l'acido fosforico hanno un effetto corrosivo.

Segnali di obbligo/ simboli di segnalazione	Significato	Nota
	Togliere la spina di alimentazione prima di aprire la calotta dell'apparecchio.	Sulle parti laterali e sul lato posteriore dell'apparecchio: prima di aprire la calotta dell'apparecchio, spegnerlo e togliere la spina dal collegamento alla rete.

Segnali di obbligo/ simboli di segnalazione	Significato	Nota
	Osservare le istruzioni per l'uso.	Sulle parti laterali e sul lato posteriore dell'apparecchio: prima di iniziare a lavorare, leggere le istruzioni per l'uso.
	Solo per la Repubblica Popolare Cinese	L'apparecchio contiene sostanze regolamentate. Analytik Jena GmbH+Co. KG garantisce che non si verificheranno eventuali perdite di tali sostanze nei prossimi 25 anni se verranno impiegate come previsto.

2.2 Requisiti degli operatori

L'apparecchio deve essere utilizzato esclusivamente da personale specializzato qualificato e istruito sull'uso dell'apparecchio. Comunicare il contenuto delle presenti istruzioni per l'operatore e delle istruzioni per l'uso degli altri componenti del sistema è da considerarsi parte dell'addestramento. Si raccomanda di seguire corsi di formazione tenuti da dipendenti qualificati della società Analytik Jena o dai rispettivi rappresentanti.

Oltre alle indicazioni sulla sicurezza contenute nelle istruzioni per l'operatore, si devono osservare e rispettare le disposizioni generalmente applicabili sulla sicurezza e la prevenzione degli infortuni del paese in cui l'apparecchio viene utilizzato. È compito del gestore assicurare che le istruzioni per l'uso siano disponibili nella versione aggiornata.

Le istruzioni per l'operatore devono essere accessibili per gli operatori e il personale della manutenzione.

2.3 Indicazioni di sicurezza per il trasporto e la messa in funzione

Un'installazione errata può comportare pericoli notevoli. Se i gas sono collegati in modo errato, si può verificare una scossa elettrica o innescare un'esplosione.

- L'installazione e la messa in funzione dell'apparecchio e dei rispettivi componenti di sistema devono generalmente essere eseguite solo dal servizio di assistenza clienti della società Analytik Jena GmbH+Co. KG o da personale specializzato da essa autorizzato e appositamente formato.
- Non sono ammessi lavori di montaggio e installazione di propria iniziativa.

C'è pericolo di lesioni a causa della presenza di parti non fissate correttamente.

- Quando si trasportano i componenti dell'apparecchio, fissarli nel modo previsto dalle istruzioni per l'uso.
- Le parti sciolte vanno rimosse dai componenti del sistema e imballate separatamente.

Per evitare danni alla salute, durante gli spostamenti (di sollevamento e trasporto) in laboratorio è necessario osservare quanto indicato di seguito.

- Per ragioni di sicurezza occorrono due persone per il trasporto, una per ogni lato dell'apparecchio.
- L'apparecchio non è dotato di maniglie per il trasporto. Va quindi afferrato saldamente con entrambe le mani nella parte inferiore.

- Pericolo di danni alla salute dovuti a decontaminazione non eseguita a regola d'arte! Prima di rispeditare l'apparecchiatura a Analytik Jena sottoporla a un adeguato processo di decontaminazione e documentarlo. Il protocollo di decontaminazione viene inviato dal servizio di assistenza clienti al momento della registrazione della restituzione. L'apparecchiatura non verrà ritirata qualora mancasse il protocollo di decontaminazione correttamente compilato. Il mittente verrà ritenuto responsabile per i danni causati da una decontaminazione non adeguata dell'apparecchiatura.

2.4 Indicazioni di sicurezza per l'utilizzo

2.4.1 Indicazioni generali di sicurezza

L'operatore che utilizza l'apparecchio è tenuto ad accertarsi del regolare stato dell'apparecchio e dei suoi dispositivi di sicurezza prima di ogni messa in funzione. Ciò si applica in particolare in seguito a qualsiasi modifica, ampliamento o riparazione dell'apparecchio.

Osservare le indicazioni riportate di seguito.

- L'apparecchio deve essere utilizzato soltanto se tutti i dispositivi di protezione (ad es. coperture in corrispondenza dei componenti dell'elettronica) sono presenti, correttamente installati e completamente funzionanti.
- Ci si deve accertare regolarmente del regolare stato dei dispositivi di protezione e sicurezza. Eventuali difetti riscontrati devono essere immediatamente eliminati.
- I dispositivi di protezione e sicurezza non devono in nessun caso essere rimossi, modificati o messi fuori servizio durante il funzionamento.
- Fare sempre in modo che l'interruttore principale e i dispositivi di arresto di emergenza e di interblocco siano sempre ben accessibili quando l'apparecchio è in funzione.
- I sistemi di ventilazione dell'apparecchio devono essere funzionanti. Se coperte, le griglie e le fessure di ventilazione ecc. possono causare anomalie di funzionamento o danni all'apparecchio.
- Eventuali cambiamenti, modifiche e ampliamenti dell'apparecchio possono essere effettuati solo dopo essersi consultati con la società Analytik Jena. Le modifiche non autorizzate possono compromettere la sicurezza del funzionamento dell'apparecchio, comportando delle limitazioni in termini di garanzia e possibilità di usufruire del servizio di assistenza.
- I materiali infiammabili vanno tenuti lontani dall'apparecchio.
- Il fornello funziona a temperature di 700 ... 950 °C. Non toccare le parti molto calde (fornello, serpentina di condensazione) durante o immediatamente dopo il funzionamento.
- Maneggiare con cautela i componenti in vetro. Esiste il pericolo di rottura del vetro e pertanto di lesioni!
- Accertarsi che non penetri alcun liquido all'interno dell'apparecchio, ad esempio, nei collegamenti dei cavi. C'è pericolo di scosse.
- C'è pericolo di lesioni nella zona di spostamento del campionatore. Per esempio, la mano o le dita possono essere schiacciate. Mantenere una certa distanza di sicurezza dal campionatore durante il funzionamento.
- Il rivelatore a chemiluminescenza (CLD) opzionale contiene un generatore di ozono, che produce ozono (O₃). Se usato come previsto, il distruttore di ozono presente a valle ha il compito di abbattere il gas tossico. Sono previste varie misure di sicurezza, che portano allo spegnimento automatico del generatore di ozono. Ciononostante vale quanto indicato di seguito. Se c'è un odore pungente di ozono, spegnere immediatamente l'apparecchio e avvisare il servizio di assi-

stenza clienti. Per garantire un funzionamento corretto e sicuro, Analytik Jena raccomanda una verifica e una manutenzione annuali da parte del servizio di assistenza clienti.

2.4.2 Indicazioni di sicurezza per la protezione contro le esplosioni e la protezione antincendio

L'apparecchio non deve essere utilizzato in ambienti con atmosfere esplosive.
È vietato fumare o usare fiamme libere nel locale di utilizzo dell'apparecchio!

2.4.3 Contrassegni relativi alla sicurezza elettrica

Nell'apparecchio, nella zona della parete laterale destra, sono presenti tensioni elettriche pericolose per l'incolumità delle persone! Il contatto con componenti sotto tensione può portare al decesso, a lesioni gravi o a dolorose folgorazioni.

- La spina di alimentazione deve essere collegata soltanto a una presa a norma al fine di garantire la classe di protezione I (terminale di messa a terra) dell'apparecchio. L'apparecchio va collegato solo a sorgenti la cui tensione nominale corrisponda a quella riportata sulla targhetta indicatrice. Fare attenzione a non sostituire il cavo di rete staccabile dell'apparecchio con uno di dimensioni inadeguate (senza conduttore di protezione). Non è ammesso un allungamento del cavo di alimentazione con delle prolunghe.
- Tutti gli interventi sull'elettronica possono essere eseguiti solo dal servizio di assistenza clienti della società Analytik Jena e da personale specializzato appositamente autorizzato.
- I componenti elettrici devono essere controllati regolarmente da un elettricista specializzato. Tutti i difetti, come connessioni allentate e cavi difettosi o danneggiati, devono essere eliminati immediatamente.
- Prima di aprire l'apparecchio, bisogna spegnerlo con l'interruttore e togliere la spina di alimentazione dalla presa!
- Il modulo di base e i componenti di sistema devono essere collegati alla corrente solo se spenti.
- I cavi elettrici di collegamento del modulo base con i componenti di sistema possono essere collegati o scollegati solo quando il sistema è spento.
- In caso di guasti ai componenti elettrici, l'analizzatore deve essere spento immediatamente con l'interruttore principale sulla parete posteriore dell'alloggiamento. La spina di alimentazione va tolta dalla presa.

2.4.4 Indicazioni di sicurezza per il funzionamento di contenitori per gas compresso e impianti di gas compresso

- I gas di esercizio sono prelevati da contenitori per gas compresso o da impianti locali di gas compresso. I gas di esercizio devono avere la purezza richiesta.
- I lavori sui contenitori e sugli impianti di gas compresso devono essere effettuati esclusivamente da persone che dispongono di conoscenze specifiche e di esperienza con gli impianti di gas compresso.
- I tubi a pressione e i riduttori di pressione vanno utilizzati esclusivamente per i gas ai quali sono stati assegnati.
- Le tubazioni, i tubi, i raccordi filettati e i riduttori di pressione per l'ossigeno devono essere mantenuti privi di grasso.
- Tutte le tubazioni, i tubi e i raccordi filettati devono essere controllati regolarmente per accertarne la tenuta e rilevare eventuali danni riconoscibili dall'esterno. Ovviare immediatamente alle perdite e ai danni.

- Chiudere l'alimentazione di gas dell'apparecchio prima di effettuare degli interventi di ispezione, manutenzione e riparazione dei contenitori per gas compresso.
- In seguito ai lavori di riparazione e manutenzione sui componenti dei contenitori o dell'impianto di gas compresso, verificare la funzionalità dell'apparecchio prima di rimetterlo in funzione.
- Non sono ammessi lavori di montaggio e installazione di propria iniziativa!

2.4.5 Maneggiamento di sostanze ausiliarie e mezzi di esercizio

È responsabilità del gestore scegliere le sostanze utilizzate durante il processo, nonché garantire un maneggiamento sicuro delle stesse. Ciò si applica in particolare per le sostanze radioattive, infettive, nocive, corrosive, infiammabili, esplosive o altri-menti pericolose.

Quando si maneggiano sostanze pericolose, devono essere rispettate le istruzioni di sicurezza applicabili localmente e le disposizioni contenute nelle schede di sicurezza dei produttori delle sostanze ausiliarie e dei mezzi di esercizio.

- Occorre prestare particolare attenzione quando si maneggiano acidi concentrati. Si devono osservare assolutamente le disposizioni e le indicazioni riportate nelle schede di sicurezza per la manipolazione dell'acido ortofosforico (H_3PO_4) o dell'acido cloridrico (HCl).
- Il catalizzatore fornito dal produttore deve essere trattato con la stessa cura che si ha normalmente per le sostanze chimiche.

Quando si maneggia la lana di quarzo, è necessario osservare quanto indicato di seguito.

- Conservare la lana di quarzo solo in contenitori chiusi.
- Evitare che si accumuli polvere quando si lavora con la lana di quarzo! Se si inala la polvere eventualmente presente, si possono irritare le vie respiratorie.
- Quando si cambia la lana di quarzo o si pulisce il tubo di combustione, indossare un equipaggiamento di protezione del corpo (camice da laboratorio, guanti di protezione, occhiali di protezione, maschera respiratoria).
- Raccogliere la lana di quarzo usata in contenitori adeguati e chiusi e procedere al relativo smaltimento nel rispetto delle norme delle autorità locali. Per ricorrere al servizio di smaltimento, contattare la società addetta ai rifiuti.

Prestare attenzione a quanto segue

- Il gestore ha la responsabilità di eseguire una decontaminazione adeguata dell'apparecchiatura, qualora quest'ultima sia stata contaminata, internamente o esternamente, da sostanze pericolose.
- Rimuovere spruzzi, goccioline o quantità maggiori di liquidi con un materiale assorbente, quale ovatta, salviette da laboratorio o spugne in cellulosa.
- In presenza di impurità biologiche, pulire i punti interessati con un apposito disinfettante come Incidin-Plus. Successivamente asciugare i punti disinfettati.
- L'alloggiamento deve essere disinfettato solo superficialmente. Se il flacone del disinfettante è dotato di ugello spruzzatore, spruzzare il disinfettante su un apposito panno.

Quando si lavora con materiale infettivo prestare sempre la massima attenzione e cura, poiché l'apparecchiatura non può essere decontaminata integralmente.

- Prima di attuare un procedimento di pulizia o decontaminazione diverso da quello prescritto dal produttore, mettersi in contatto con quest'ultimo per accertarsi che il procedimento alternativo non causi danni all'apparecchiatura. Non umettare con metanolo le targhette di sicurezza applicate sull'apparecchiatura.

2.4.6 Indicazioni di sicurezza per la manutenzione e la riparazione

La manutenzione dell'apparecchio viene eseguita in linea generale dal personale del servizio di assistenza clienti di Analytik Jena o da personale specializzato autorizzato e addestrato dall'azienda.

I lavori di manutenzione effettuati di propria iniziativa possono danneggiare l'apparecchio. L'operatore può quindi eseguire solo le attività elencate nelle istruzioni per l'operatore, nel capitolo "Manutenzione e cura".

- Effettuare la pulizia esterna dell'apparecchio solo con un panno leggermente inumidito e non gocciolante. Bagnarlo solo con acqua ed eventualmente comuni tensioattivi.
- Se non diversamente indicato, i lavori di manutenzione e riparazione dell'apparecchio devono essere eseguiti solo quando questo è spento.
- Se non diversamente indicato, prima della manutenzione e della riparazione si deve interrompere l'alimentazione di gas.
- Prima di eseguire i lavori di manutenzione o sostituire i componenti di sistema, lasciare raffreddare a sufficienza l'apparecchio.
- Utilizzare solo parti di ricambio, parti soggette ad usura e materiali di consumo originali, che sono testati e garantiscono un funzionamento sicuro. Le parti in vetro sono soggette a usura e non sono coperte dalla garanzia legale.
- Al termine degli interventi di manutenzione e riparazione bisogna reinstallare correttamente tutti i dispositivi di protezione, verificando che funzionino bene.

Vedere a riguardo anche

 Manutenzione e cura [► 89]

2.5 Comportamento in caso d'emergenza

- Se non esiste pericolo immediato di lesioni, nelle situazioni di pericolo o in caso di incidenti, se possibile, spegnere subito con l'interruttore di rete l'apparecchio e i componenti di sistema collegati e/o togliere le rispettive spine di alimentazione dalle prese.
- Dopo aver spento gli apparecchi, chiudere il prima possibile l'alimentazione di gas.

3 Funzionamento e struttura

3.1 Struttura

L'analizzatore è un apparecchio compatto da banco, in cui tutti i componenti principali sono installati in modo permanente. La predisposizione dell'assetto di misurazione prevede l'impiego di ulteriori accessori e reagenti.

Il controllo dell'analizzatore e l'analisi dei dati di misurazione sono gestiti tramite il software multiWin.

Tutti i componenti dell'analizzatore, che l'operatore deve far funzionare o dei quali quest'ultimo deve eseguire la manutenzione, sono accessibili attraverso i due sportelli sul lato anteriore, la parete laterale sinistra rimovibile o la copertura superiore.

L'analizzatore è costituito dai seguenti componenti principali:

- sistema di caricamento dei campioni
- scatola del gas e sistema di tubi
- sistema di combustione
- sistema di essiccazione e purificazione del gas di misurazione
- rivelatore
- elementi di visualizzazione e di comando, collegamenti
- elettronica
- accessori

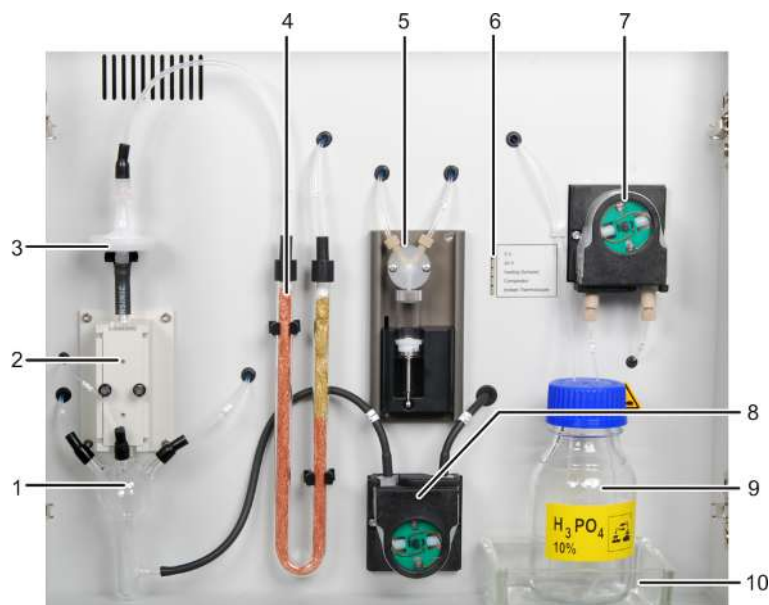


Fig. 1 Analizzatore con sportelli anteriori aperti

- | | |
|---|----------------------------|
| 1 Recipiente di condensazione per il TIC | 2 Blocco di raffreddamento |
| 3 Trappole di condensazione | 4 Trappola per alogeni |
| 5 Pompa a siringa con valvola a 2 porte | 6 Indicatori LED |
| 7 Pompa per l'acido fosforico | 8 Pompa del condensato |
| 9 Flacone di reagente per l'acido fosforico | 10 Vaschetta di raccolta |

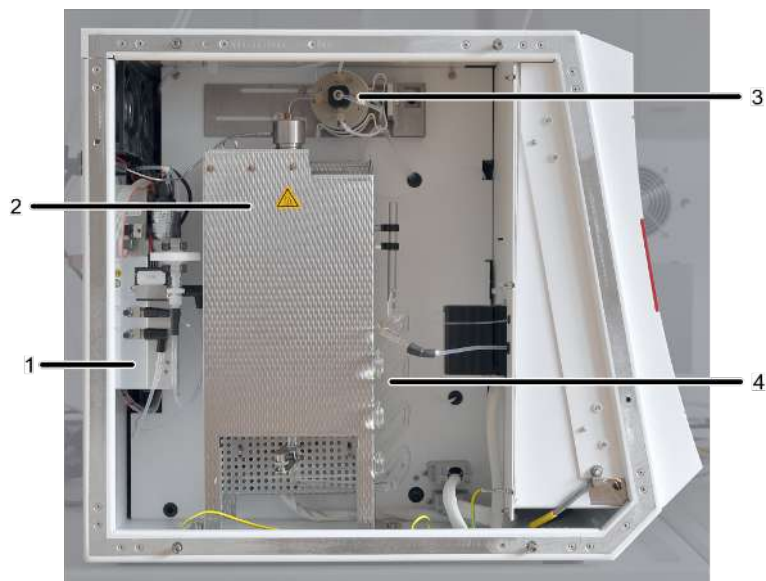


Fig. 2 Analizzatore con la parete laterale sinistra aperta

- | | |
|-------------------|-------------------------------|
| 1 Scatola del gas | 2 Sistema di combustione |
| 3 Valvola a 5 vie | 4 Serpentina di condensazione |

3.1.1 Sistema di caricamento dei campioni

Il campione è alimentato mediante iniezione in flusso con l'ausilio di una pompa a siringa con una valvola a 2 porte. Il volume di iniezione è di 100 ... 1000 µl.

I collegamenti dei tubi sono attaccati alla valvola a 2 porte con raccordi filettati Fingertight. Il corpo della siringa è in vetro ed è sostituibile.

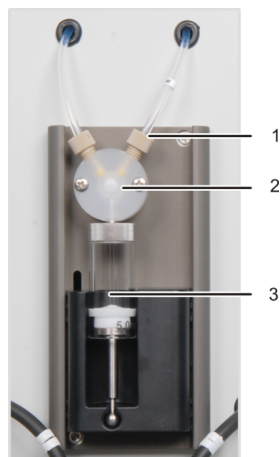


Fig. 3 Pompa a siringa

- | | |
|----------------------------|---------------------|
| 1 Collegamento Fingertight | 2 Valvola a 2 porte |
| 3 Siringa dosatrice | |

I tubi della valvola a 2 porte sono collegati ai seguenti componenti:

- tubo 8 con il flacone di acqua ultrapura
- tubo AB con la valvola di commutazione

3.1.2 Sistema di tubi

Schema dei tubi

I singoli componenti sono collegati con tubi appositamente contrassegnati. Le lettere e i numeri cerchiati nello schema corrispondono ai contrassegni presenti sui tubi dell'analizzatore.

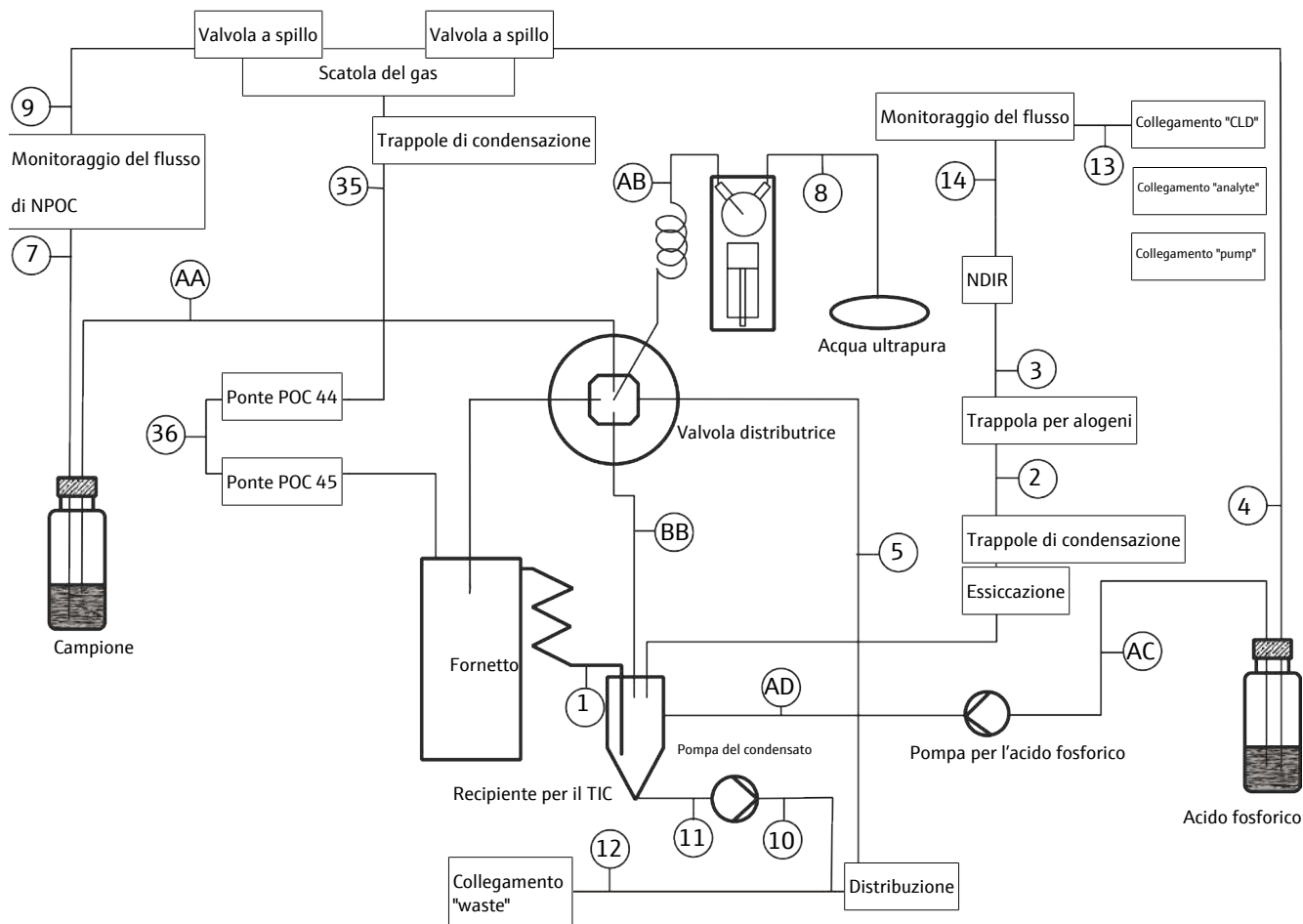


Fig. 4 Schema dei tubi

Componenti per la regolazione del flusso

L'analizzatore regola il flusso del gas trasportatore automaticamente e il flusso di ingresso tramite un MFC (mass flow controller, regolatore di portata massica). Un MFM (mass flow meter, misuratore di portata massica) misura il flusso del gas trasportatore all'uscita dell'apparecchio. Questo si traduce in un controllo automatico della tenuta. Il rispettivo risultato viene visualizzato nel software multiWin nella schermata **System state**. Una trappola di condensazione protegge la scatola del gas dal ritorno dei gas di combustione umidi.

Il flusso di scarico di NPOC può essere regolato tramite la valvola a spillo della scatola del gas. La valvola a spillo è accessibile solo dopo aver rimosso la parete laterale sinistra. Il flusso di scarico di NPOC viene misurato con un MFM e visualizzato nella schermata **System state**.

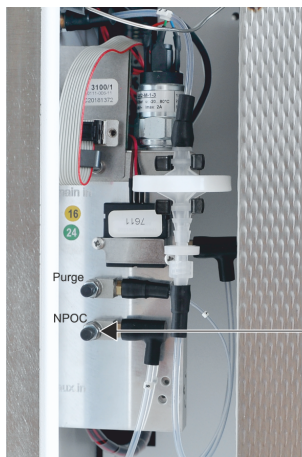


Fig. 5 Impostazione del flusso di espulsione del NPOC

Pompa del condensato

La pompa del condensato pompa automaticamente la condensa o la soluzione di scarto della determinazione TIC dopo ogni misurazione. La pompa del condensato si trova dietro gli sportelli anteriori accanto alla trappola per alogeni.



Fig. 6 Pompa del condensato

Pompa per l'acido fosforico

La pompa per l'acido fosforico alimenta l'acido fosforico (10 %) nel recipiente di condensazione per il TIC.

In questa fase, l'acido fosforico viene permanentemente degassificato.



Fig. 7 Pompa per l'acido fosforico

Sistema di collegamento

All'interno dell'apparecchio, la maggior parte dei collegamenti del gas sono realizzati tramite connettori FAST (FAST – Fast, Save, Tight). Questi connettori forniscono una transizione ermetica tra tubi e collegamenti con diametri diversi. I manicotti morbidi riducono il rischio di rottura del vetro rispetto ai raccordi filettati rigidi. I connettori sono disponibili in varie versioni.



Fig. 8 Connettori FAST

Inoltre vengono utilizzati i cosiddetti raccordi filettati Fingertight. Questi raccordi senza flangia sono composti da un cono di tenuta e una vite cava in plastica. Affinché queste connessioni di tubi siano a tenuta, basta stringere a mano la vite cava.

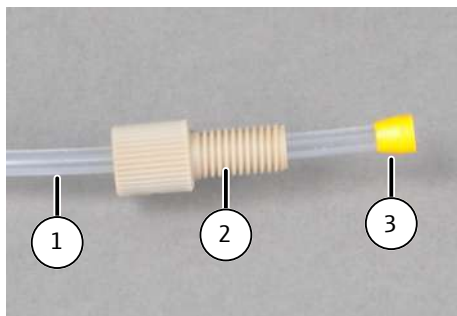


Fig. 9 Raccordo filettato Fingertight

1 Tubo

2 Vite cava

3 Cono di tenuta

3.1.3 Sistema di combustione

Il sistema di combustione si trova dietro la parete laterale sinistra dell'analizzatore.

Il fornello di combustione è un fornello verticale con riscaldatore a resistenza per temperature di decomposizione fino a 950 °C.

Il tubo di combustione (reattore) è in vetro di quarzo. È riempito con un catalizzatore e sostanze ausiliarie. Se il catalizzatore perde la sua efficacia, il tubo di combustione deve essere ricaricato.

La testa del fornello è montata sull'apertura superiore del tubo di combustione.

All'estremità inferiore, il tubo di combustione è collegato alla serpentina di condensazione tramite un morsetto a forcina.

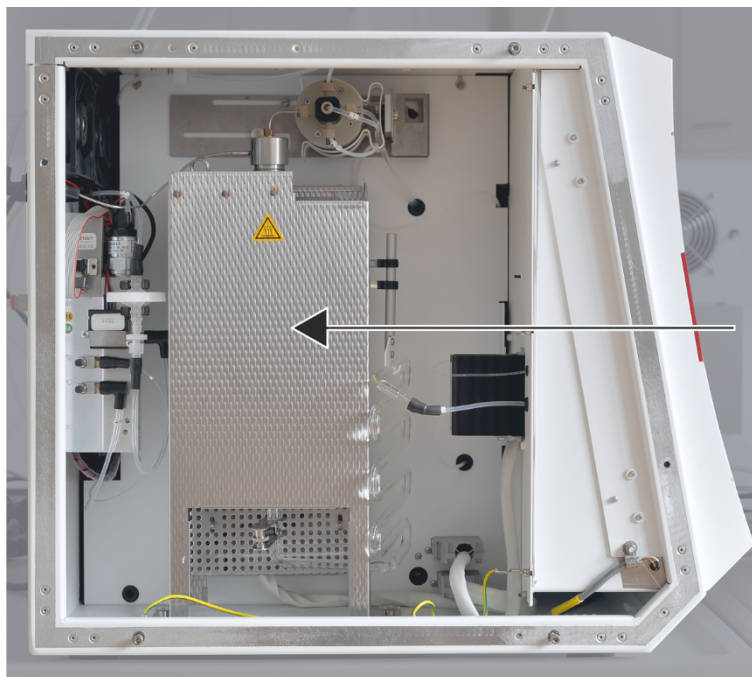


Fig. 10 Fornetto di combustione!

3.1.4 Sistema di essiccazione e purificazione del gas di misurazione

Serpentina di condensazione

La serpentina di condensazione in vetro si trova a destra del fornello ed è attaccata all'uscita del tubo di combustione.

La serpentina di condensazione raffredda rapidamente il gas di misurazione. Il vapore acqueo in esso contenuto si condensa. La miscela con acqua e gas di misurazione viene convogliata nel recipiente di condensazione per il TIC tramite un tubo.



Fig. 11 Serpentina di condensazione

1 Serpentina di condensazione

2 Tubo 1 per il recipiente di condensazione per il TIC

Modulo di condensazione per il TIC

Il modulo di condensazione per il TIC è composto dal recipiente di condensazione per il TIC e da un blocco di raffreddamento. Nel recipiente di condensazione per il TIC sono combinati il reattore per il TIC e il separatore gas-liquido. Allo stesso tempo, il blocco di raffreddamento essicca il gas di misurazione.

Il modulo di condensazione per il TIC è disposto sul lato anteriore sinistro. La miscela con acqua e gas di misurazione viene alimentata attraverso il collegamento in alto a sinistra per mezzo del tubo 1.

Il collegamento centrale superiore del recipiente di vetro è attaccato alla pompa per l'acido fosforico. La pompa per l'acido fosforico alimenta acido fosforico (10 %) nel reattore per il TIC per ogni determinazione del TIC.

Il blocco di raffreddamento essicca il gas di misurazione separando il vapore acqueo mediante congelamento. Il gas di misurazione secco viene condotto fuori dal recipiente di condensazione per il TIC attraverso il collegamento superiore. Il sistema di essiccazione del gas di misurazione non richiede manutenzione.

La pompa del condensato pompa la condensa o la soluzione di scarto della determinazione TIC dopo ogni misurazione attraverso l'uscita laterale inferiore del recipiente di vetro.

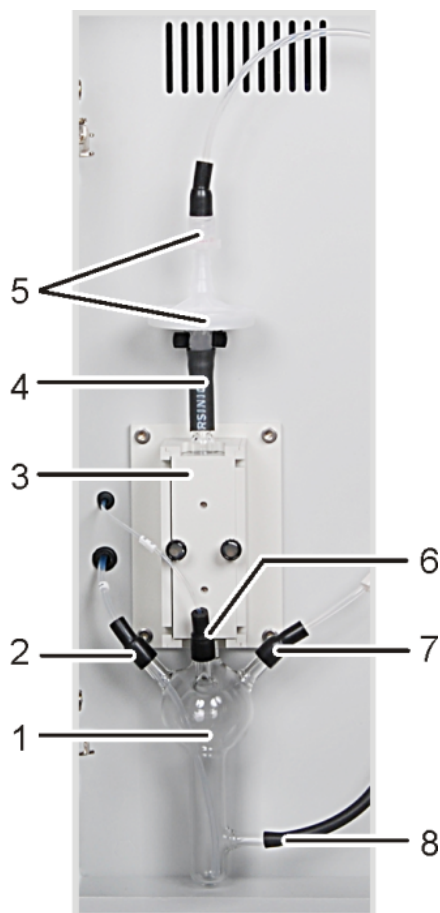


Fig. 12 Modulo di condensazione per il TIC

- | | |
|---|---|
| 1 Recipiente di condensazione per il TIC | 2 Collegamento tubo 1/fornitura del gas di misurazione da parte della serpentina di condensazione |
| 3 Blocco di raffreddamento | 4 Collegamento alle trappole di condensazione |
| 5 Trappole di condensazione | 6 Collegamento tubo AD/alimentazione dell'acido fosforico |
| 7 Collegamento tubo BB/alimentazione diretta del campione per la determinazione del TIC | 8 Collegamento alla pompa del condensato (tubo per gli scarti 11) |

Trappole di condensazione

Le trappole di condensazione servono a rimuovere i componenti interferenti dal gas di misurazione e a proteggere il rivelatore e la scatola del gas. Le trappole di condensazione sono montate nel percorso del gas a valle del blocco di raffreddamento o a valle della scatola del gas. Le trappole di condensazione sono rispettivamente costituite da una trappola di condensazione più grande e da una più piccola. La trappola di condensazione più grande (prefiltro per il TC) trattiene gli aerosol durante il funzionamento. La trappola di condensazione più piccola (filtro di trattenimento monouso) cattura l'acqua che sale.

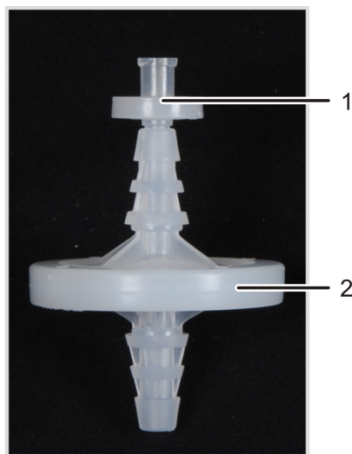


Fig. 13 Trappole di condensazione

1 Filtro di trattenimento monouso

2 Prefiltro per il TC

Trappola per alogeni

La trappola per alogeni rimuove i componenti interferenti (alogeni, alogenuri di idrogeno) dal gas di misurazione, proteggendo così anche i rivelatori e il misuratore di flusso. La trappola per alogeni è installata nel percorso del gas a valle del recipiente di condensazione per il TIC e delle trappole di condensazione.

La trappola per alogeni consiste in un tubo a U. È riempita con lana speciale di rame e ottone. La trappola per alogeni deve essere riempita di nuovo al più tardi quando la metà della lana di rame è nera o se la lana di ottone si è scolorita.



Fig. 14 Trappola per alogeni

3.1.5 Rilevamento

Rivelatore NDIR

Il rivelatore NDIR (rilevamento non dispersivo a infrarossi) si trova dietro la parete laterale destra dell'analizzatore.

I gas con molecole di atomi non identici hanno bande di assorbimento specifiche nella gamma di lunghezze d'onda dell'infrarosso. Se un fascio di luce viene inviato attraverso un sistema a cuvetta contenente gas IR-attivi, questi componenti gassosi assorbono una parte della radiazione totale proporzionale alle loro lunghezze d'onda caratteristiche, a seconda della loro concentrazione nella miscela di gas.

Il ricevitore di radiazioni usato nel rivelatore NDIR è selettivo per la CO_2 .

Elaborazione dei valori di misura con il metodo VITA

A livello di misurazione, le molecole di CO_2 vengono rilevate finché rimangono nella cuvetta del rivelatore NDIR. Il flusso del gas di misurazione può variare durante la misurazione della CO_2 perché, ad esempio, i campioni liquidi evaporano o si condensano durante il dosaggio. Pertanto vengono temporaneamente rilevate spettrometricamente delle molecole di CO_2 più lunghe (con un flusso di gas ridotto) o più corte (con un flusso di gas maggiore).

Il metodo VITA sta per integrazione delle analisi del TOC in accoppiata al tempo di permanenza. Nel metodo VITA, il flusso del gas di misurazione viene rilevato parallelamente al segnale NDIR. Il segnale NDIR viene normalizzato dal computer. Questo compensa le variazioni di flusso che si verificano, passando a un flusso di gas costante. Solo allora avviene l'integrazione.

Un misuratore di flusso digitale ad alta precisione rileva il flusso del gas di misurazione nelle immediate vicinanze del rivelatore NDIR.

Rivelatore elettrochimico di NO (ChD, opzionale)

Il rivelatore elettrochimico di NO può essere utilizzato per la determinazione del TN_b . Il rivelatore di NO si trova dietro la parete laterale destra dell'analizzatore. Analizza il contenuto di ossido di azoto (NO) nel gas di misurazione.

Dopo l'ossidazione termica del campione, il gas di misurazione entra nel rivelatore. Nel rivelatore, gli ossidi di azoto si diffondono nella cella di misura elettrochimica attraverso una membrana altamente selettiva.

Gli ossidi di azoto vengono ossidati all'anodo. Di conseguenza, il flusso di corrente tra gli elettrodi varia in proporzione alla concentrazione di ossido di azoto. Il cambiamento del flusso di corrente viene valutato come un segnale e da questo si determina il contenuto di azoto del campione analizzato. L'elettrolita nella cella di misura serve solo come catalizzatore e non viene consumato.

Per far funzionare il rivelatore elettrochimico di NO (ChD), è necessaria una tensione di alimentazione. Anche se l'analizzatore è spento, ci deve essere una tensione di supporto che mantiene l'equilibrio elettrochimico nel ChD. A questo scopo, nella parete laterale destra dell'analizzatore è installata una batteria (U9VL).

Per il modello multi N/C 3100 pharma non è offerto il ChD opzionale.

Rivelatore a chemiluminescenza CLD (opzionale)

L'espansione opzionale dell'analizzatore con un rivelatore a chemiluminescenza permette la determinazione del TN_b . Il CLD deve essere sistemato come un dispositivo esterno accanto all'analizzatore.

Il gas di misurazione formato mediante ossidazione termica del campione viene essiccato e poi entra nella camera di reazione del rivelatore a chemiluminescenza. A questo punto, il monossido di azoto presente nel gas di misurazione viene ossidato con l'ozono per formare biossido di azoto eccitato. Emettendo quanti di luce (luminescenza), le molecole di biossido di azoto ricadono nel loro stato fondamentale. La luminescenza viene rilevata. Il segnale è proporzionale alla concentrazione di ossido di azoto. Questo permette di determinare il contenuto di azoto totale del campione.

Nella fase di decomposizione del campione per la determinazione del TN_b non ci si può aspettare una resa del 100% di NO. Quando i gas di combustione vengono raffreddati e condensati, si formano anche ossidi di azoto con un livello di ossidazione più alto.

3.1.6 Elementi di visualizzazione e di comando, collegamenti

Indicatore LED

C'è un LED verde sullo sportello sinistro dell'analizzatore. Il LED si illumina dopo l'accensione dell'analizzatore e indica che è pronto per il funzionamento.

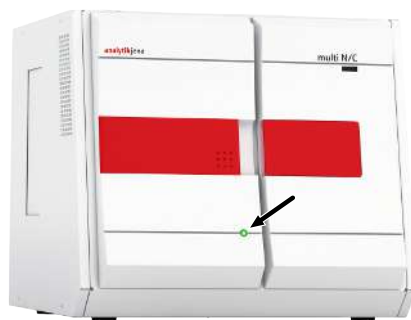


Fig. 15 LED di stato

La barra LED dietro lo sportello destro indica vari stati di funzionamento dell'analizzatore.

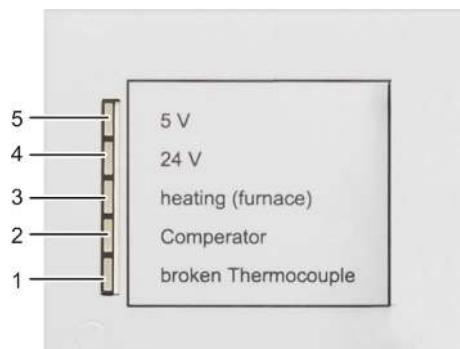


Fig. 16 Barra LED (sportello destro aperto)

- | | |
|--|--|
| 1 Termocoppia rotta (si accende quando la termocoppia è difettosa) | 2 Compensatore del fornello (si accende quando la temperatura è troppo alta) |
| 3 Riscaldamento del fornello on/off | 4 Tensione dell'apparecchio |
| 5 Tensione del controller firmware interno | |

Interruttore principale e collegamenti

Sul lato posteriore dell'analizzatore si trovano l'interruttore principale e i seguenti collegamenti:

- collegamento alla rete con fusibile per l'apparecchio
- collegamenti per gas e scarti
- interfacce per collegare il PC e gli accessori

Al centro è presente uno schema con la spiegazione dei diversi collegamenti.

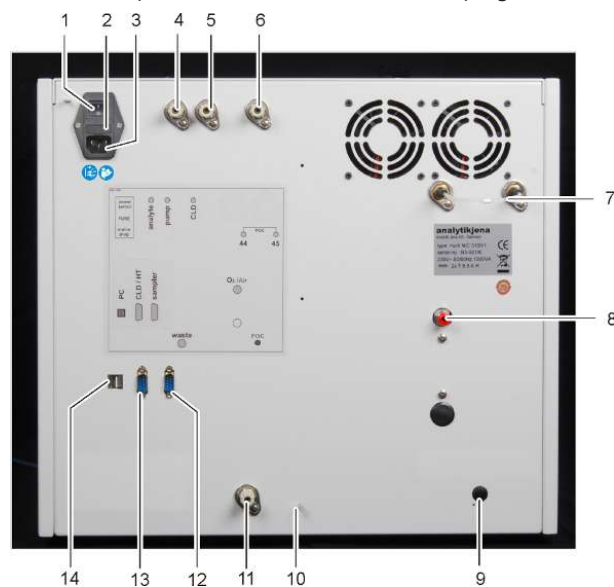


Fig. 17 Retro dell'apparecchio

- | | |
|--|---|
| 1 Interruttore principale "power switch" | 2 Caricatore per fusibile di rete "FUSE" |
| 3 Collegamento alla rete "main plug" | 4 Raccordo per gas "analyte" |
| 5 Raccordo per gas "pump" | 6 Raccordo per gas "CLD" |
| 7 Ponte per il collegamento del gas del modulo per il POC | 8 Collegamento per il gas trasportatore "O ₂ /Air" |
| 9 Collegamento per il modulo per il POC (opzionale) | 10 Collegamento del conduttore neutro al campionatore |
| 11 Scarto "waste" | 12 RS 232 Interfaccia per campionatori "sampler" |
| 13 RS 232 Interfaccia per CLD e moduli per solidi "CLD/HT" | 14 USB 2.0 Interfaccia "PC" |

Targhetta indicatrice

La targhetta indicatrice si trova sul lato posteriore dell'apparecchio.

Sulla targhetta indicatrice sono riportate le seguenti informazioni:

- Indirizzo del produttore, marchio
- Denominazione dell'apparecchio, numero di serie
- Dati di connessione elettrica
- Certificazioni di conformità
- Marchio RAEE

3.1.7 Accessori

Per le misurazioni con l'analizzatore sono necessari i seguenti accessori:

- cavi di collegamento, tubi di collegamento
- contenitore adatto per gli scarti o scarico
- flacone di reagente con vaschetta di raccolta per l'acido fosforico (250 ml)
- flacone di acqua ultrapura (2,5 l)

Il flacone di reagente va sistemato nella vaschetta di raccolta dietro lo sportello destro. Il flacone di reagente è contrassegnato da segnali di sicurezza e con il nome del contenuto e deve essere riempito dall'operatore con acido fosforico (10 %).

3.2 Opzioni di espansione dell'analizzatore**Campionatore**

Per l'analizzatore sono disponibili i seguenti campionatori:

- AS vario con vassoi di diverse dimensioni
- AS vario ER con vassoi di diverse dimensioni e sistema di lavaggio delle cannule
- AS 10e per 10 campioni
- AS 21hp per 21 campioni
- POC Sampler per misurazioni del POC
- EPA Sampler con funzione di perforazione

Modulo per il POC

L'espansione dell'analizzatore con un modulo per il POC permette la determinazione diretta del POC in campioni acquosi.

Modulo per solidi esterno

L'espansione dell'analizzatore con il modulo per solidi esterno HT 1300 permette la decomposizione non catalitica di campioni solidi a temperature fino a 1300 °C nel tubo di combustione in ceramica. Le navicelle in ceramica permettono la pesatura di grandi quantità di campioni (fino a 3000 mg). Questo permette di compensare le disomogeneità dei campioni.

Modulo manuale per solidi per il TIC

Il TIC in campioni solidi può essere rilevato espandendo l'analizzatore con il modulo per solidi per il TIC. Grandi quantità di campione possono essere pesate con un matraccio di Erlenmeyer. Mediante agitazione magnetica su una piastra calda, l'acido viene aggiunto al campione per decomporre i carbonati e gli idrogenocarbonati in CO₂.

Per il modello multi N/C 3100 pharma non è offerto nessun modulo per solidi.

3.3 Funzionamento e principio di misurazione

L'analizzatore è uno strumento compatto e potente per la determinazione del contenuto di carbonio legato in un composto organico e/o del contenuto di azoto totale in campioni acquosi.

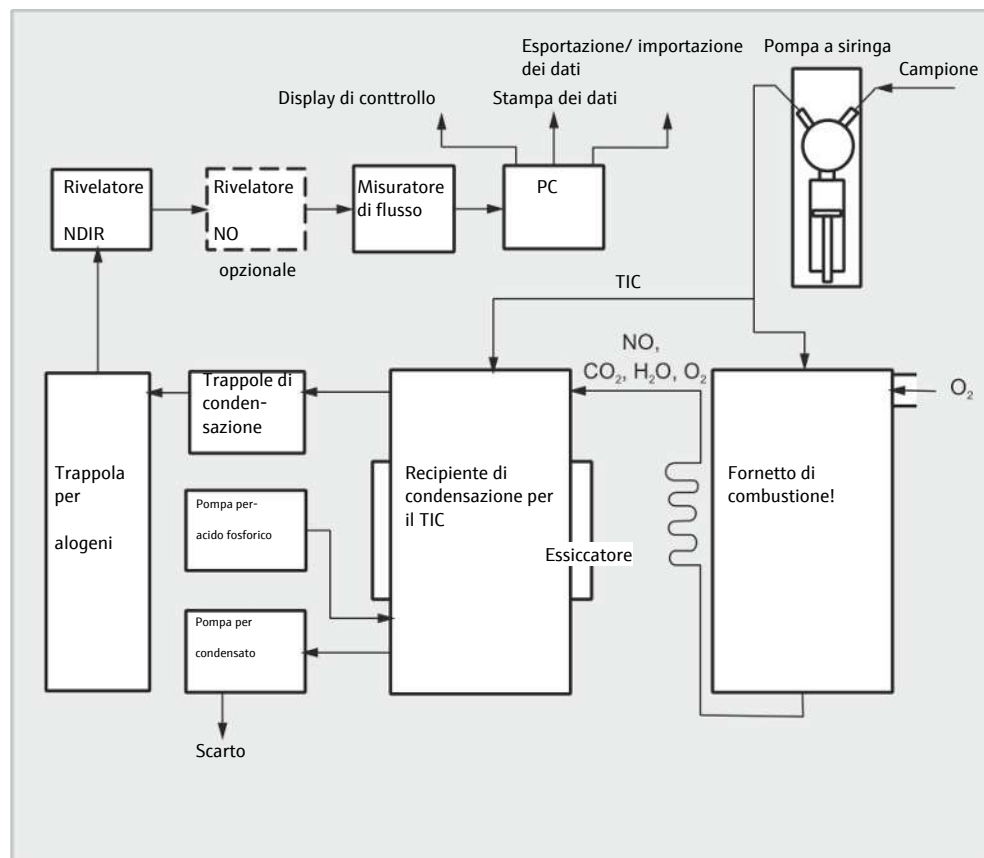
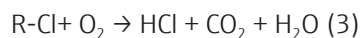
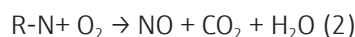


Fig. 18 Principio di funzionamento

I campioni vengono decomposti ad alte temperature in presenza di particolari catalizzatori. Questo significa che anche composti di carbonio e azoto molto stabili e complessi possono essere convertiti quantitativamente.

L'aliquota di campione viene dosata direttamente nella zona molto calda del reattore riempito (tubo di combustione). In questa parte, la pirolisi e l'ossidazione del campione nel flusso del gas trasportatore sono mediate da un catalizzatore. Il gas trasportatore serve al contempo anche come ossidante.



R - sostanza carbonacea

Il gas di misurazione viene raffreddato in una serpentina di condensazione e l'acqua condensata viene separata dal gas di misurazione nel successivo recipiente di condensazione per il TIC. Dopo un'ulteriore essiccazione e la rimozione dei gas corrosivi, il gas di misurazione CO_2 viene alimentato nel rivelatore NDIR oppure è l' NO che viene alimentato nel rivelatore di NO .

Il carbonio inorganico viene determinato iniettando un'aliquota di campione nel reattore per il TIC acido ed espellendo la CO_2 formatasi tramite il rivelatore NDIR.

Le concentrazioni di CO_2 e NO vengono rilevate più volte al secondo. Da questa sequenza di segnali si ricava un integrale nel tempo. L'integrale è proporzionale alla concentrazione di carbonio o azoto nella soluzione di misurazione. Una funzione di calibrazione determinata in precedenza viene poi utilizzata per calcolare il contenuto di carbonio o azoto nel campione.

3.4 Metodo di misurazione

Con il software di controllo e analisi multiWin è possibile la determinazione di diversi parametri combinabili fra loro.

3.4.1 Analisi del TC

TC: Total Carbon (carbonio totale)

Con l'analisi del TC si rileva il carbonio totale presente nel campione, cioè il carbonio legato in un composto organico o inorganico e il carbonio elementare.

Il campione viene automaticamente dosato nel tubo di combustione, decomposto e poi viene rilevata l'anidride carbonica risultante.

Parallelamente alla determinazione del TC è anche possibile determinare il TN_b .

3.4.2 Analisi del TOC

TOC: Total Organic Carbon (carbonio organico totale)

Con l'analisi del TOC si rileva il carbonio totale legato in un composto organico, presente nel campione.

La determinazione del TOC viene effettuata nell'analizzatore secondo il metodo differenziale, che può essere descritto dall'equazione riportata di seguito.

$$TOC = TC - TIC$$

TOC - carbonio organico totale

TC - carbonio totale

TIC - carbonio inorganico totale

Utilizzando lo stesso campione, il TIC e il TC sono determinati in successione con due misurazioni. La differenza calcolata è data come TOC. Il metodo della differenza rileva i composti di carbonio organico sia volatili che non volatili.

L'analisi del TOC può essere utilizzata quando il campione contiene sostanze organiche facilmente espellibili come benzene, cicloesano, cloroformio, ecc. Se il contenuto di TIC del campione è significativamente più alto del contenuto di TOC, non si deve utilizzare l'analisi del TOC.

Parallelamente alla determinazione del TOC è anche possibile determinare il TN_b .

3.4.3 Analisi del TIC

TIC: Total Inorganic Carbon (carbonio inorganico totale)

Con l'analisi del TIC si rileva il carbonio inorganico totale nei carbonati e negli idrogenocarbonati, nonché la CO_2 disciolta.

Non sono rilevati cianuri, cianati, isocianati e particelle di carbonio.

Per la determinazione del carbonio inorganico (TIC), un'aliquota di campione viene dosata nel reattore per il TIC e decomposta con acido fosforico. La CO_2 viene espulsa e rilevata.

3.4.4 Analisi del NPOC

NPOC: Non-purgeable Organic Carbon (carbonio organico totale non purificabile)

Con l'analisi del NPOC si rileva il carbonio organico totale non purificabile, presente nel campione.

Il campione viene acidificato all'esterno dell'analizzatore con acido (HCl (2 mol/l)) a pH <2. La CO₂ formata viene soffiata all'esterno, per esempio, nel campionatore. L'analizzatore determina poi il carbonio rimanente nel campione.

Insieme alla CO₂ vengono espulsi anche i composti organici volatili. L'analisi del NPOC non dovrebbe quindi essere utilizzata se il campione contiene sostanze organiche facilmente soffiabili.

Analisi del NPOC secondo il metodo NPOC plus

Questo metodo è stato sviluppato appositamente per la determinazione di bassi livelli di TOC in campioni con alti contenuti di TIC o un'alta percentuale di CO₂ disciolta. L'analisi del NPOC è generalmente raccomandata per l'analisi di tali campioni. Tuttavia, in presenza di contenuti elevati e soprattutto sconosciuti del TIC sono talvolta necessari tempi molto lunghi (t > 10 min) per espellere completamente la CO₂. Pertanto, il carbonio legato in un composto inorganico viene espulso all'esterno con questo metodo.

In termini di procedura, il metodo NPOC plus è una combinazione dei metodi NPOC e differenziale.

Il campione viene acidificato all'esterno dell'analizzatore come nell'analisi del NPOC (pH <2). Immediatamente prima dell'analisi del campione, la maggior parte dell'anidride carbonica formata viene espulsa all'esterno. Il carbonio organico (TOC) viene poi determinato dal campione preparato in questo modo, utilizzando il metodo differenziale.

Il valore del TIC determinato con tale metodo è solo un valore calcolato e non ha alcuna rilevanza analitica.

Anche le sostanze organiche altamente volatili vengono espulse durante la preparazione del campione e quindi non vengono determinate.

Parallelamente alla determinazione del NPOC e NPOC plus è anche possibile determinare il TN_b.

3.4.5 Analisi del DOC

DOC: Dissolved Organic Carbon (carbonio organico disciolto)

Con l'analisi del DOC si determina il carbonio organico che rimane nel filtrato dopo aver filtrato il campione. Il filtro ha solitamente una dimensione dei pori di 0,45 µm.

Il campione viene filtrato all'esterno dell'analizzatore e poi analizzato come un campione di TOC.

3.4.6 Analisi del POC

POC: Purgeable Organic Carbon (carbonio organico che può essere espulso)

Con l'analisi del POC si rileva il carbonio organico totale che può essere espulso. A bassi valori di pH, parti del carbonio inorganico (carbonati, bicarbonati) sono anche convertite in CO₂. La CO₂ viene espulsa fuori dal campione insieme ai componenti organici volatili.

Per determinare il carbonio organico espellibile, un'aliquota di campione viene trasferita nel modulo per il POC opzionale. Nel modulo per il POC, un gas trasportatore espelle i componenti volatili fuori dal campione.

I componenti espulsi vengono fatti passare attraverso un tubo di assorbimento. Il tubo di assorbimento lega la CO₂ nella miscela di gas e separa così la frazione di carbonio legato in un composto inorganico. I composti organici volatili passano attraverso il tubo. Vengono condotti nell'analizzatore e lì ossidati. Viene poi rilevata la CO₂ prodotta.

3.4.7 Analisi del TN_b

TN_b : Total Nitrogen bound (azoto totale legato)

Con l'analizzatore si può determinare il contenuto di composti azotati in campioni acquosi. Nei campioni ambientali, questi possono essere sali di ammonio, nitriti e nitrati, nei campioni farmaceutici aminoacidi e proteine.

L'ossidazione termocatalitica produce ossidi di azoto, che possono essere determinati con un rivelatore a chemiluminescenza (CLD) o un rivelatore elettrochimico (ChD).

3.5 Catalizzatori

Il catalizzatore supporta la combustione dei campioni in quanto funziona come un portatore di ossigeno. Come catalizzatori sono utilizzabili i solidi che sono cataliticamente attivi nell'intervallo di temperatura di 700 ... 950 °C.

Il catalizzatore al platino ha un impiego universale su tutto il campo di lavoro per la determinazione del carbonio e dell'azoto. Funziona in modo ottimale a una temperatura di reazione di 800 °C. Grazie al suo basso valore di bianco, questo catalizzatore permette un'analisi sicura e precisa di bassi contenuti di carbonio e azoto. Esso funziona efficacemente anche nell'analisi delle acque altamente inquinate.

Per ridurre al minimo l'usura, si raccomanda di diminuire la temperatura del fornello a valori inferiori al punto di fusione dei sali quando la matrice salina è alta (ad esempio, nel caso dell'acqua di mare).

In alternativa, un catalizzatore CeO_2 può essere usato a una temperatura di reazione di 850 °C.

3.6 Calibrazione

3.6.1 Strategie di calibrazione

Calibrazione multipunto con un volume di campione costante

Per molte applicazioni è indicata la calibrazione multipunto con un volume di dosaggio costante e diversi standard con differenti concentrazioni.

L'intervallo di calibrazione può coprire un'ampia gamma di concentrazioni e deve essere determinato in base alle concentrazioni del campione previste. Con il metodo selezionato vengono misurati diversi standard.

Calibrazione multipunto con una concentrazione costante

Inoltre è possibile effettuare una calibrazione multipunto con volumi di dosaggio variabili e una concentrazione costante. Questa strategia di calibrazione è particolarmente interessante per le misurazioni a concentrazioni molto basse (<1 mg/l), come è comune nell'industria farmaceutica.

Predisporre un'unica soluzione standard per l'intervallo di calibrazione. L'analizzatore misura poi diversi volumi di questo standard. Non scendere al di sotto del volume standard più basso, pari a 2 ml.

Controllare la calibrazione con un secondo standard applicato in modo indipendente, per escludere errori nella produzione dello standard.

Per le misurazioni nella gamma di bassa concentrazione (<10 mg/l), prendere in considerazione il valore di bianco dell'acqua di preparazione.

Calibrazione a punto singolo

Nel caso di basse concentrazioni di TOC, come succede nell'industria farmaceutica, la calibrazione a punto singolo è un'ottima soluzione. Un grande vantaggio è che il valore di bianco del dispositivo è basso e il rivelatore NDIR effettua una misurazione lineare su un'ampia gamma di concentrazioni.

Per ridurre al minimo l'errore nella produzione manuale dello standard, procedere nel modo indicato di seguito.

- Impostare 3 standard di uguale concentrazione.
- Misurare questi standard.
- Determinare la curva di calibrazione con il valore medio dei risultati.

Prendere in considerazione il valore di bianco dell'acqua di preparazione durante la calibrazione a punto singolo.

3.6.2 Fattore giornaliero

Attraverso il fattore giornaliero è possibile controllare e correggere la calibrazione con una soluzione standard. Il software moltiplica tutti i risultati di misurazione successivi per questo fattore.

Il fattore giornaliero F si calcola con la seguente equazione:

$$F = c_{\text{nom}}/c_{\text{eff}}$$

3.6.3 Procedura di calibrazione

Con il software multiWin è possibile calibrare qualsiasi parametro (TC, TOC, TIC, ecc.) di un metodo. Tuttavia non si devono necessariamente calibrare tutti i parametri.

Per ogni parametro di un metodo è possibile memorizzare fino a tre funzioni di calibrazione per diversi intervalli di concentrazione. Il software assegna automaticamente i risultati delle misurazioni all'intervallo di calibrazione corretto.

Il software determina la funzione di calibrazione relativa alla massa m per campione iniettato. Determinare le funzioni di calibrazione lineare o quadratica con un calcolo di regressione secondo le seguenti equazioni:

$$\text{funzione di calibrazione lineare: } c = (k_1 \times I_{\text{netto}} + k_0)/V$$

$$\text{funzione di calibrazione quadratica: } c = (k_2 \times I_{\text{netto}}^2 + k_1 \times I_{\text{netto}} + k_0)/V$$

c: concentrazione nominale dello standard

V: volume campione

I_{netto} : integrale netto

k_0 , k_1 , k_2 : coefficienti di calibrazione

L'integrale netto è l'integrale grezzo corretto con il valore di bianco dell'acqua di preparazione.

Si può impostare il tipo di regressione (lineare o quadratica). È possibile selezionare singoli punti di misurazione o valori di misura per il calcolo della calibrazione attuale (selezione manuale degli outlier). Se necessario, è possibile rideterminare i singoli standard o anche aggiungere ulteriori punti di misurazione alla calibrazione.

Si possono utilizzare fino a 20 punti di calibrazione, con una determinazione decuplicata per punto di calibrazione. La funzione di calibrazione può essere determinata con i valori medi delle misurazioni ripetute o con tutte le determinazioni individuali.

TC/NPOC	Il canale TC viene calibrato per il parametro TC in maniera diretta, mentre per il parametro NPOC dopo aver espulso il campione. A riguardo va tenuto presente che la concentrazione c_{TC} è proporzionale all'integrale I_{TC}: $c_{TC} = f(I_{TC})$.
TIC	Il canale TIC viene calibrato. A riguardo va tenuto presente quanto segue: $c_{TIC} = f(I_{TIC})$ I parametri determinati appaiono nel metodo nel canale di analisi TIC. Il calcolo dei risultati analitici viene effettuato mediante la funzione di calibrazione determinata.
TOC	Il TOC si determina con il metodo della differenza (TOC diff). In generale, si determinano funzioni di calibrazione separate per i canali TC e TIC. Il calcolo dei risultati analitici viene effettuato mediante le funzioni di calibrazione determinate per il TC e il TIC. Il contenuto di TOC risulta dalla seguente equazione: $c_{TOC} = c_{TC} - c_{TIC}$ I parametri appaiono nel metodo nei canali di analisi TIC e TC. I parametri TC e TIC possono essere calibrati simultaneamente. A questo scopo, si raccomanda l'uso di standard misti come ad es. carbonato/idrogenocarbonato e biftalato di potassio o saccarosio. I canali TIC e TC possono anche essere calibrati successivamente con diversi standard. Questo modo di procedere è utile se si devono calibrare intervalli di concentrazione completamente differenti per i canali TC e TIC.
NPOC plus	Nel caso del metodo NPOC plus si procede alla calibrazione nello stesso modo previsto per il metodo TOC (diff). Prima dell'analisi, il TIC deve essere espulso a tal punto che l'applicazione del metodo differenziale risulta avere senso. Procedura: ■ calibrazione separata del canale TIC e del canale TC ■ misurazione dei campioni e calcolo dei risultati analitici mediante software – espulsione del campione acidificato (3 ... 5 min) – determinazione del TIC residuo con la curva di calibrazione – determinazione del TC con la curva di calibrazione – calcolo del TOC dalla differenza tra TC e TIC La calibrazione dipendente dalla matrice si avvicina di più ai campioni reali. Pertanto, aggiungere tanto carbonato alle soluzioni standard quanto basta a raggiungere un contenuto del TIC simile a quello dei campioni.
TNb	Il canale TN viene calibrato. Per la funzione di calibrazione determinata va tenuto conto che: $c_{TN} = f(I_{TN})$. I parametri determinati appaiono nel metodo nel canale di analisi TN.

3.6.4 Dati caratteristici della procedura

Deviazione standard residua	La deviazione standard residua (varianza residua) esprime la dispersione dei valori integrali intorno alla funzione di regressione (precisione della regressione).
-----------------------------	--

Deviazione standard della procedura	La deviazione standard della procedura descrive la qualità della calibrazione in modo non ambiguo e generalmente valido. Per una valutazione inequivocabile della qualità di una calibrazione si impiega la deviazione standard della procedura.
Coefficiente di variazione della procedura	Il coefficiente di variazione della procedura (deviazione standard relativa della procedura) viene utilizzato per confrontare diverse calibrazioni con intervalli di calibrazione differenti.
Coefficiente di correlazione	Il coefficiente di correlazione confronta la dispersione dei punti di misurazione della calibrazione della funzione di regressione con la dispersione totale della calibrazione. Se tutti i punti di misurazione della calibrazione si trovano sulla funzione di regressione determinata, il coefficiente di correlazione è +1 o -1. Se il coefficiente di correlazione è positivo, la funzione di regressione aumenta; se è negativo, diminuisce.
Coefficiente di determinazione	Il quadrato del coefficiente di correlazione è chiamato coefficiente di determinazione.
Limite di rivelabilità	Il limite di rivelabilità della calibrazione indica la concentrazione minima che può essere qualitativamente distinta dal punto zero con una data probabilità. Il limite di rivelabilità dovrebbe in ogni caso essere inferiore al punto minimo di misurazione della calibrazione.
Limite di rilevamento	Il limite di rilevamento della calibrazione indica la concentrazione minima per cui è possibile un rilevamento con una data probabilità.
Limite di determinazione	Il limite di determinazione della calibrazione indica la concentrazione più bassa che può essere quantitativamente distinta dal punto zero con una data probabilità.

3.6.5 Ulteriori calcoli

Per tutte le misurazioni in cui vengono eseguite iniezioni multiple, vengono calcolati e visualizzati il valore medio (VM), la deviazione standard (DS) e il coefficiente di variazione (CV). Per ogni campione si può effettuare al massimo una determinazione decuplicata.

Selezione dei valori anomali	Il software di controllo e analisi è in grado di selezionare automaticamente i valori anomali. A questo scopo, l'operatore può inserire nel metodo un limite massimo per il coefficiente di variazione o anche per la deviazione standard. L'analizzatore deve eseguire il numero minimo di misurazioni stabilito nel metodo. Se la dispersione dei valori di misura è superiore al valore massimo stabilito (DS o CV), vengono effettuate ulteriori iniezioni con lo stesso campione fino a raggiungere il numero massimo di misurazioni specificato. Dopo ogni misurazione, il software determina il coefficiente di variazione e la deviazione standard per tutte le combinazioni dei valori di misura. Se il coefficiente di variazione o la deviazione standard di almeno una combinazione è inferiore al valore massimo specificato, non si effettuano ulteriori misurazioni. Il software determina il risultato analitico attraverso la combinazione dei valori di misura con il più piccolo coefficiente di variazione o la più piccola deviazione standard. Le misurazioni inutilizzate vengono eliminate come valori anomali. Se il carbonio e l'azoto sono determinati in parallelo, la selezione dei valori anomali viene effettuata separatamente per ogni parametro.
Valore medio	Il valore medio del risultato finale si calcola con le concentrazioni determinate per le singole determinazioni dopo aver eliminato i valori anomali.

3.7 Valori di bianco

3.7.1 Valori di bianco dell'acqua

Valore di bianco dell'acqua di preparazione

Soprattutto per le misurazioni a basse concentrazioni di TOC (nell'intervallo $\mu\text{g/l}$), si deve tener conto del contenuto di TOC dell'acqua utilizzata per preparare gli standard. La concentrazione dello standard e il valore di bianco del TOC dell'acqua di preparazione sono spesso dello stesso ordine di grandezza. Il valore di bianco può essere preso in considerazione nella calibrazione.

Il contenuto di TOC dell'acqua di preparazione viene misurato separatamente prima della calibrazione. Il software sottrae poi l'integrale medio determinato per l'acqua di preparazione per ogni punto di misurazione della calibrazione dall'integrale lordo determinato.

$$I_{\text{netto}} = I_{\text{lordo}} - I_{\text{acqua preparazione}}$$

Il software determina la funzione di calibrazione mediante gli integrali netti. In termini matematici, questo corrisponde a uno spostamento parallelo della linea di calibrazione.

Il software prende in considerazione il valore di bianco dell'acqua di preparazione anche per determinare il fattore giornaliero.

Valore di bianco di diluizione

Se il campione deve essere diluito, il valore di bianco dell'acqua di diluizione è un dato interessante. Questo valore può essere determinato separatamente o inserito manualmente nel software. Il software tiene conto del valore di bianco di diluizione quando calcola la concentrazione dei campioni diluiti.

Il valore di bianco di diluizione può variare nel tempo e deve quindi essere rideterminato prima di iniziare una serie di misurazioni. Il software impiega altrimenti l'ultimo valore.

Il valore di bianco di diluizione è sempre indicato nel software come valore normalizzato a un volume di 1 ml.

Utilizzo del valore di bianco di diluizione

Il software calcola l'integrale effettivo dell'acqua di diluizione (I_{vdBW}) per ogni misurazione in base al valore di bianco di diluizione, al volume di campione utilizzato e al rapporto di diluizione. Il software sottrae quindi l'integrale dell'acqua di diluizione (I_{vdBW}) dall'integrale grezzo determinato sperimentalmente (I_{grezzo}).

$$I_{\text{vdBW}} = V_{\text{dBW}} \times (V_{\text{campione}} - N_p/N_v \times V_{\text{campione}})$$

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

V_{dBW} : valore di bianco di diluizione

V_{campione} : volume campione

I_{eff} : integrale effettivo

N_p : numero di apparecchi per il campione primario

N_v : numero di apparecchi per la diluizione

I_{grezzo} : integrale grezzo

I_{vdBW} : integrale dell'acqua di diluizione

Indicazione della diluizione

Proporzioni del campione primario: in proporzioni totali (ad es. 10 parti su 100 parti).

Ciò significa che 10 ml di campione primario vengono aggiunti a 100 ml di volume totale con acqua di diluizione.

Per un rapporto di diluizione 1:1, il risultato è $I_{\text{vdBW}} = 0$.

Calcolo della concentrazione del campione

Il volume di campione utilizzato e il rapporto di diluizione sono inclusi nel calcolo della concentrazione del campione c:

$$c = m/V_{\text{campione}} \times N_V/N_P$$

Per la funzione di calibrazione lineare risulta la seguente equazione:

$$c = (k_1 \times I_{\text{eff}} + k_0)/V_{\text{campione}} \times N_V/N_P$$

Quando l'operatore diluisce un campione e inserisce il rapporto di diluizione nel software, questo calcola automaticamente la concentrazione del campione primario non diluito e la visualizza nel report di analisi.

3.7.2 Valore di bianco dell'eluato

Il valore di bianco dell'eluato è un valore di bianco speciale per i campioni derivanti dalla convalida della purificazione o dalla produzione di eluato. Corrisponde al contenuto di TOC dell'acqua ultrapura usata, per esempio, per l'estrazione/eluazione dei tamponi.

Il valore di bianco dell'eluato è un parametro fisso del metodo. L'operatore può attivare o disattivare il valore di bianco dell'eluato nel metodo. Può opzionalmente determinare il valore di bianco dell'eluato separatamente e inserirlo manualmente nel software.

Il valore di bianco può variare nel tempo e deve quindi essere rideterminato prima di iniziare una serie di misurazioni. Il software impiega altrimenti l'ultimo valore.

Il valore di bianco dell'eluato è sempre indicato come valore normalizzato a 1 ml.

Quando si esegue una calibrazione, il valore di bianco dell'eluato non viene preso in considerazione. La calibrazione viene effettuata con standard convenzionali per i quali si prende in considerazione solo il valore di bianco dell'acqua di preparazione.

Se i campioni vengono misurati con il cosiddetto metodo dell'eluato, il software sottrae automaticamente l'integrale del valore di bianco dall'integrale della misurazione del campione.

$$I_{\text{eff}} = I_{\text{grezzo}} - I_{\text{valore bianco eluato}}$$

I_{eff} : integrale effettivo

I_{grezzo} : integrale grezzo

$I_{\text{valore bianco eluato}}$: valore di bianco dell'eluato

3.7.3 Valore di bianco della navicella

Nel caso dei metodi per i solidi, l'operatore può determinare il valore di bianco della navicella. A questo proposito, introduce una navicella vuota o con aggiunte di campione nel fornetto di combustione e la analizza.

L'operatore può opzionalmente determinare il valore di bianco della navicella separatamente e inserirlo nel software di controllo e analisi.

Il valore di bianco della navicella può variare nel tempo e deve quindi essere rideterminato prima di iniziare una serie di misurazioni. Il software impiega altrimenti l'ultimo valore.

3.8 Test di idoneità del sistema

Nell'industria farmaceutica, i test di idoneità del sistema (System Suitability Test) sono utilizzati per convalidare metodi e dispositivi analitici al fine di documentare l'idoneità della procedura selezionata.

Per l'analisi del TOC nell'acqua ultrapura per usi farmaceutici, ad es. nell'acqua per iniezioni (WFI), il tasso di recupero di un composto difficilmente ossidabile viene determinato sulla base di un confronto con un composto facilmente ossidabile.

Gli standard di riferimento e le rispettive concentrazioni sono specificati nelle farmacopee, ad es. la farmacopea europea o la USP (United States Pharmacopeia), secondo le quali il saccarosio è definito come un composto facilmente ossidabile e il p-benzochinone è considerato come uno difficilmente ossidabile. Il rapporto tra il tasso di recupero del p-benzochinone e quello del saccarosio deve essere compreso nell'intervallo di 85 ... 115 %. Solo allora la procedura scelta è adatta.

Procedura

- ▶ Preparare una soluzione di riferimento di saccarosio e acqua TOC con una concentrazione di 500 µg/l. Questa corrisponde a una concentrazione di 1,19 mg/l Di saccarosio.
- ▶ Preparare una soluzione di p-benzochinone e acqua TOC per la verifica dell'idoneità del sistema, avente altrettanto una concentrazione di 500 µg/l. Questa corrisponde a una concentrazione di 0,75 mg/l di p-benzochinone.
- ▶ Determinare la concentrazione di TOC della soluzione di riferimento, della soluzione di idoneità del sistema e dell'acqua TOC nella modalità selezionata (metodo diretto o differenziale).

L'efficacia del sistema in percentuale si calcola con la seguente formula:

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

E: efficacia del sistema in %

r_s : TOC della soluzione di riferimento (saccarosio)

r_{ss} : TOC della soluzione di idoneità del sistema (p-benzochinone)

r_w : TOC dell'acqua TOC utilizzata (valore di bianco dell'acqua di preparazione)

4 Installazione e messa in funzione

4.1 Condizioni per la collocazione dell'apparecchio

4.1.1 Condizioni ambientali

- Questo apparecchio da laboratorio è destinato a essere utilizzato in ambienti interni.
- Evitare l'esposizione diretta dell'apparecchio alla luce solare e alle emissioni dei radiatori. Se necessario, assicurarsi che il locale di riferimento sia dotato di aria condizionata.
- Il luogo di collocazione dell'apparecchio deve essere privo di correnti d'aria, polvere e vapori corrosivi.
- L'aria interna deve essere il più possibile priva di TOC e NO_x.
- Evitare che l'apparecchio subisca vibrazioni e scuotimenti di natura meccanica.
- Non posizionare l'apparecchio nelle vicinanze di sorgenti di disturbi elettromagnetici.
- Posizionare l'apparecchio su una superficie resistente al calore e agli acidi.
- Sistemare l'apparecchio in una posizione che ne permetta un facile accesso da ogni lato.
- Tenere libere le fessure di ventilazione e non coprirle con altri dispositivi.

Il locale di utilizzo deve soddisfare le condizioni ambientali riportate di seguito.

Temperatura di esercizio	+10 ... 35 °C (climatizzazione raccomandata)
Umidità massima	90 % a 30 °C
Pressione atmosferica	0,7 ... 1,06 bar
Temperatura di conservazione	5 ... 55 °C
Umidità durante la conservazione	10 ... 30 % (impiego di essiccante)
Altitudine (massima)	2000 m

4.1.2 Disposizione dell'apparecchio e requisiti di spazio

L'apparecchio di base e i suoi moduli sono stati progettati come apparecchi da tavolo. Lo spazio richiesto dall'apparecchio dipende da tutti i componenti del luogo di misurazione.

Altri componenti del luogo di misurazione:

- Il PC, il monitor e la stampante possono trovare posto su un tavolino d'appoggio.
- Un contenitore per gli scarti resistente agli acidi è disposto sopra o sotto il tavolo.
- I campionatori AS 10e e AS 21hp sono montati sulla parete laterale destra dell'apparecchio di base. In alternativa, i campionatori possono essere posizionati accanto all'apparecchio.
- I campionatori AS vario, AS vario ER e EPA Sampler devono essere sistemati a sinistra dell'apparecchio.
Nel caso del modello multi N/C pharma HT, i campionatori devono essere sistemati a destra dell'apparecchio.
- Il rivelatore di azoto CLD è sistemato a destra dell'apparecchio di base.
Nel caso del modello multi N/C pharma HT, il rivelatore di azoto deve essere sistemato a sinistra dell'apparecchio.
- Il rivelatore di azoto ChD (di circa 0,5 kg) è installato nell'apparecchio di base.
- Il modulo per solidi integrato (Swab-Test Module) è montato sulla parete laterale sinistra dell'apparecchio di base.

- HT 1300 e il modulo manuale per solidi per il TIC sono collocati a destra dell'apparecchio di base. Il modulo per solidi HT 1300 può essere sistemato con il lato anteriore o il lato sinistro rivolti in avanti.
- Il campionatore per sostanze solide FPG 48 deve essere collocato davanti al modulo per solidi HT 1300.

Componente	Dimensioni (larghezza x altezza x profondità)	Peso
Apparecchio di base	513 x 464 x 550 mm	30 kg
Sistema di misurazione modulare multi N/C 3100 duo (apparecchio di base + campionatore AS vario ER + modulo per solidi HT 1300 + campionatore FPG 48)	2215 x 550 x 650 mm (come minimo)	85 kg
Campionatore AS 10e	260 x 390 x 320 mm	4,5 kg
Campionatore AS 21hp	260 x 390 x 320 mm	4,5 kg
Campionatore AS vario, AS vario ER	350 x 470 x 400 mm	15 kg
EPA Sampler	500 x 560 x 400 mm	15 kg
Rivelatore di azoto CLD	300 x 470 x 550 mm	12,5 kg
Swab-Test Module	300 x 80 x 80 mm	3 kg
Modulo per solidi HT 1300	510 x 470 x 550 mm	22 kg
Campionatore FPG 48	500 x 460 x 650 mm	20 kg
Modulo manuale per solidi per il TIC	300 x 470 x 550 mm	10 kg

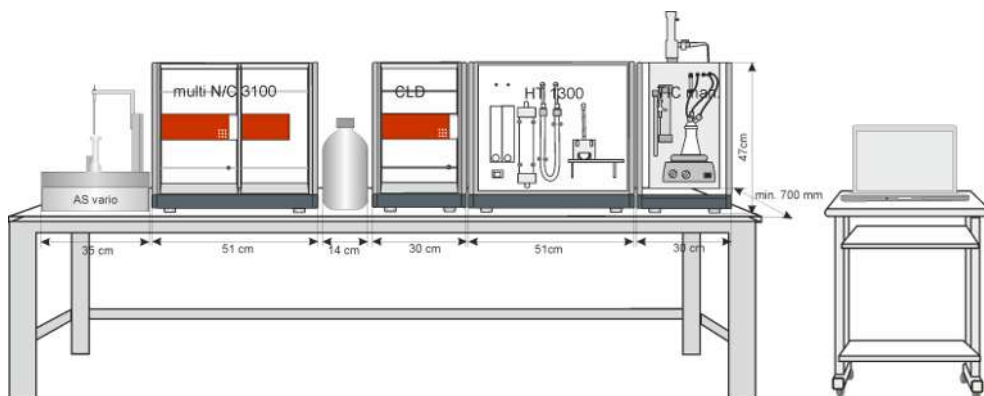


Fig. 19 Requisiti di spazio per multi N/C 3100 con i moduli

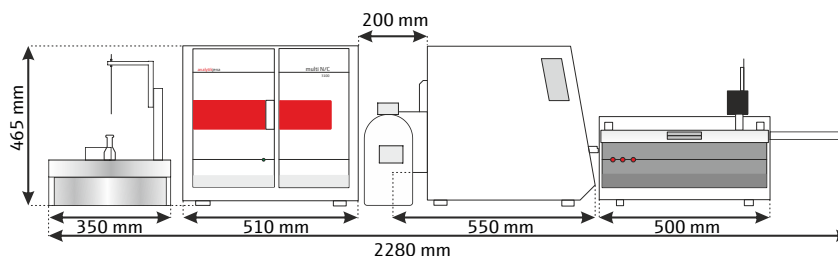


Fig. 20 Requisiti di spazio per il sistema di misurazione modulare multi N/C 3100 duo

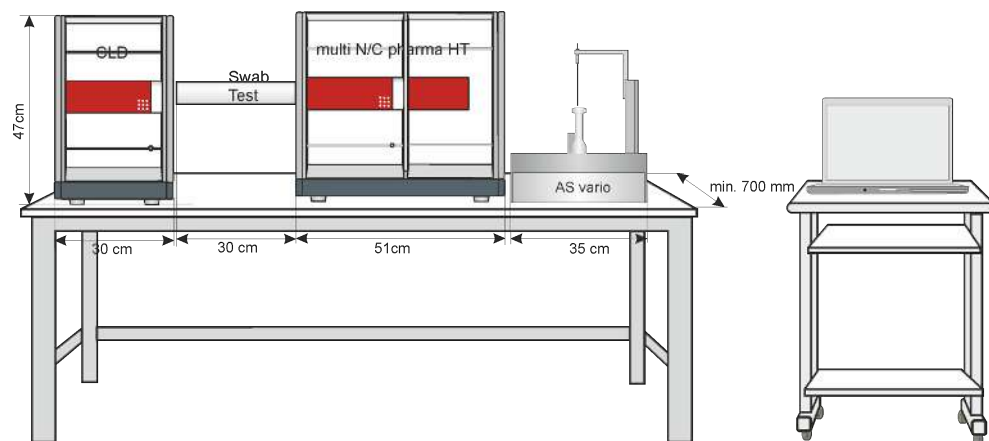


Fig. 21 Requisiti di spazio per multi N/C pharma HT con i moduli

4.1.3 Alimentazione elettrica



AVVERTENZA

Pericolo dovuto alla tensione elettrica

- Collegare l'apparecchio solo a una presa correttamente messa a terra secondo le specifiche di tensione riportate sulla targhetta.
- Non utilizzare adattatori nella linea di alimentazione elettrica.

L'apparecchio richiede una rete a corrente alternata monofase.

L'installazione dell'impianto elettrico del laboratorio deve essere conforme alla norma DIN VDE 0100. La corrente elettrica deve essere disponibile nel punto di collegamento secondo la norma IEC 60038.

4.1.4 Alimentazione di gas

L'operatore è responsabile dell'alimentazione del gas con i relativi collegamenti e riduttori di pressione.

Il tubo di collegamento è fornito in dotazione:

- diametro esterno 6 mm
- diametro interno 4 mm

4.2 Disimballaggio e sistemazione dell'apparecchio

L'apparecchio viene portato direttamente al luogo finale di collocazione da un'impresa di trasporti. La consegna da parte del vettore richiede la presenza di un responsabile per il posizionamento dell'apparecchio.

È assolutamente necessaria la presenza di tutte le persone interessate dall'utilizzo dell'apparecchio all'addestramento fornito dal tecnico del servizio di assistenza.

L'apparecchio deve essere posto nel luogo di installazione, installato e riparato solo dal personale del servizio di assistenza clienti di Analytik Jena GmbH+Co. KG oppure da persone autorizzate dalla stessa Analytik Jena GmbH+Co. KG.

Per l'installazione e la messa in funzione dell'apparecchio, attenersi alle indicazioni contenute nel paragrafo "Indicazioni di sicurezza". L'osservanza di queste indicazioni di sicurezza è un prerequisito fondamentale per un'installazione e un funzionamento senza anomalie della stazione di misurazione. Attenersi a tutte le avvertenze e alle indicazioni riportate sull'apparecchio stesso o visualizzate dal programma di controllo e analisi.

Per un funzionamento senza anomalie, fare in modo che siano rispettate le condizioni per la collocazione dell'apparecchio.

4.2.1 Sistemazione e messa in funzione dell'analizzatore

Dopo la prima messa in funzione può succedere che si voglia trasportare o conservare di nuovo l'apparecchio. Si può poi rimettere in funzione l'analizzatore nel modo indicato di seguito. Analytik Jena raccomanda sempre di incaricare il servizio di assistenza clienti della relativa sistemazione.

- ▶ Rimuovere con attenzione l'apparecchio di base, gli accessori e gli apparecchi complementari dagli imballaggi di trasporto, i quali vanno conservati per un eventuale trasporto successivo.
- ▶ Posizionare l'analizzatore nel luogo previsto.
- ▶ Rimuovere i nastri adesivi sugli sportelli e sulle pareti laterali.
- ▶ Rimuovere i nastri adesivi sulla copertura superiore. Rimuovere la copertura superiore.
- ▶ Aprire la parete laterale sinistra.
 - Svitare le quattro viti di fissaggio. Le viti sono imperdibili e rimangono nella parete.
 - Scollegare il terminale di messa a terra. Mettere al sicuro la parete laterale.
- ▶ Rimuovere tutti i nastri adesivi e i sacchetti protettivi rimanenti.
- ▶ Installare il fornello di combustione.
- ▶ Montare la serpentina di condensazione all'interno dell'apparecchio.
- ▶ Riempire il tubo di combustione. Inserire il tubo di combustione nel fornello di combustione.
- ▶ Richiudere la parete laterale sinistra dell'analizzatore.
 - Collegare il terminale di messa a terra alla parete laterale.
 - Stringere le viti sul lato inferiore e poi su quello superiore. Stringere le viti a turno.
- ▶ Aprire gli sportelli anteriori.
- ▶ Installare la trappola per alogeni e le trappole di condensazione.
- ▶ Montare il recipiente di condensazione per il TIC sul lato anteriore.
- ▶ Collegare le cannule ai tubi AA e 7. Serrare a mano i collegamenti Fingertight.
- ▶ Riposizionare la copertura superiore del fornello.
- ▶ Sistemare il flacone di reagente con la vaschetta di raccolta nell'analizzatore.
- ▶ Chiudere gli sportelli dell'analizzatore.
 - ✓ L'apparecchio è a questo punto sistemato.

Vedere a riguardo anche

 Manutenzione e cura [► 89]

4.2.1.1 Collegamento dell'analizzatore

il collegamento alla rete e i collegamenti per le sostanze si trovano sul lato posteriore dell'analizzatore.

Al centro è presente uno schema con la spiegazione dei diversi collegamenti.



Fig. 22 Retro dell'apparecchio

- | | |
|--|---|
| 1 Interruttore principale "power switch" | 2 Caricatore per fusibile di rete "FUSE" |
| 3 Collegamento alla rete "main plug" | 4 Raccordo per gas "analyte" |
| 5 Raccordo per gas "pump" | 6 Raccordo per gas "CLD" |
| 7 Ponte per il collegamento del gas del modulo per il POC | 8 Collegamento per il gas trasportatore "O ₂ /Air" |
| 9 Collegamento per il modulo per il POC (opzionale) | 10 Collegamento del conduttore neutro al campionatore |
| 11 Scarto "waste" | 12 RS 232 Interfaccia per campionatori "sampler" |
| 13 RS 232 Interfaccia per CLD e moduli per solidi "CLD/HT" | 14 USB 2.0 Interfaccia "PC" |

Predisposizione del collegamento alla rete



NOTA

Pericolo di danni alle parti elettroniche sensibili

- Collegare l'apparecchio e gli altri componenti alla rete solo quando sono spenti.
- Collegare e scollegare i cavi elettrici di collegamento tra i componenti di sistema solo quando sono spenti.



NOTA

Danni alle parti elettroniche a causa della condensa

Grandi sbalzi di temperatura possono causare la formazione di condensa, con conseguente danneggiamento delle parti elettroniche dell'apparecchio.

- In seguito allo stoccaggio o al trasporto a temperature inferiori, lasciare l'apparecchio a riposo a temperatura ambiente per almeno un'ora prima di metterlo in funzione.

-
- ▶ Attacare il cavo di collegamento al collegamento alla rete presente sul lato posteriore dell'analizzatore.
 - ▶ Collegare la spina di alimentazione a una presa con messa a terra.
 - ▶ Non accendere ancora l'apparecchio.

Collegamento dei gas

Sarete responsabili di predisporre il collegamento del gas in laboratorio. Assicurarsi che la pressione in ingresso sul riduttore di pressione sia impostata tra 400 ... 600 kPa.

- ▶ Collegare il gas trasportatore. A tal fine, collegare il tubo di collegamento in dotazione al riduttore di pressione dell'alimentazione del gas.
- ▶ Collegare il tubo del gas trasportatore al collegamento del gas "O₂/Air" sul lato posteriore dell'apparecchio.
 - Per questa operazione, inserire il tubo nel raccordo rapido.
 - Per staccare di nuovo il tubo in seguito, spingere l'anello rosso all'indietro e tirare il tubo fuori dal collegamento.

Collegamento degli accessori



AVVERTENZA

Pericolo di corrosione da acidi concentrati

Gli acidi concentrati sono altamente corrosivi e hanno in parte un effetto ossidante.

- Indossare occhiali e indumenti protettivi quando si maneggiano acidi concentrati. Lavorare sotto una cappa di estrazione.
- Seguire tutte le indicazioni e le specifiche riportate nelle schede di sicurezza.

Collegare il flacone di reagente e gli accessori nel modo indicato di seguito.

- ▶ Collegare il tubo per gli scarti all'attacco "waste" sulla parete posteriore dell'analizzatore. Infilare l'estremità libera del tubo in un contenitore adatto per gli scarti.
- ▶ Aprire gli sportelli anteriori dell'analizzatore.
- ▶ Riempire il flacone di reagente con acido fosforico (10 %). Sistemare il flacone con la vaschetta di raccolta nell'analizzatore.
- ▶ Collegare i tubi 4 e AC al flacone di reagente con l'acido fosforico.
 - ✓ L'analizzatore viene messo in funzione.

4.3 Collegamento degli accessori



NOTA

Pericolo di danni alle parti elettroniche sensibili

- Collegare l'apparecchio e gli altri componenti alla rete solo quando sono spenti.
- Collegare e scollegare i cavi elettrici di collegamento tra i componenti di sistema solo quando sono spenti.

4.3.1 Campionatore AS 10e e AS 21hp

Campionatore AS 10e

Il campionatore è dotato di un piattello portacampioni girevole per 10 provette con un volume di 50 ml. In alternativa si possono usare anche provette con un volume di 40 ml.



Fig. 23 Campionatore AS 10e

Il campionatore può essere equipaggiato con due cannule. Ciò gli consente di espellere automaticamente i campioni per l'analisi del NPOC.

Nell'**analisi del NPOC**, il campione viene acidificato all'esterno dell'analizzatore con acido diluito fino a un valore di pH <2. Il campionatore espelle i composti organici altamente volatili e la CO₂ formatasi dal campione con l'aiuto del gas trasportatore. L'analizzatore determina poi il carbonio organico rimanente.

Il campionatore funziona **in modo sequenziale** nel caso dell'analisi del NPOC.

- Il campionatore espelle prima i composti organici altamente volatili e la CO₂ da un campione.
- In una seconda fase, il campionatore prende il campione preparato e lo trasferisce all'analizzatore attraverso il tubo di aspirazione.

Campionatore AS 21hp

Il campionatore è dotato di un piattello portacampioni girevole per 21 provette con un volume di 50 ml. In alternativa si possono usare anche provette con un volume di 40 ml.

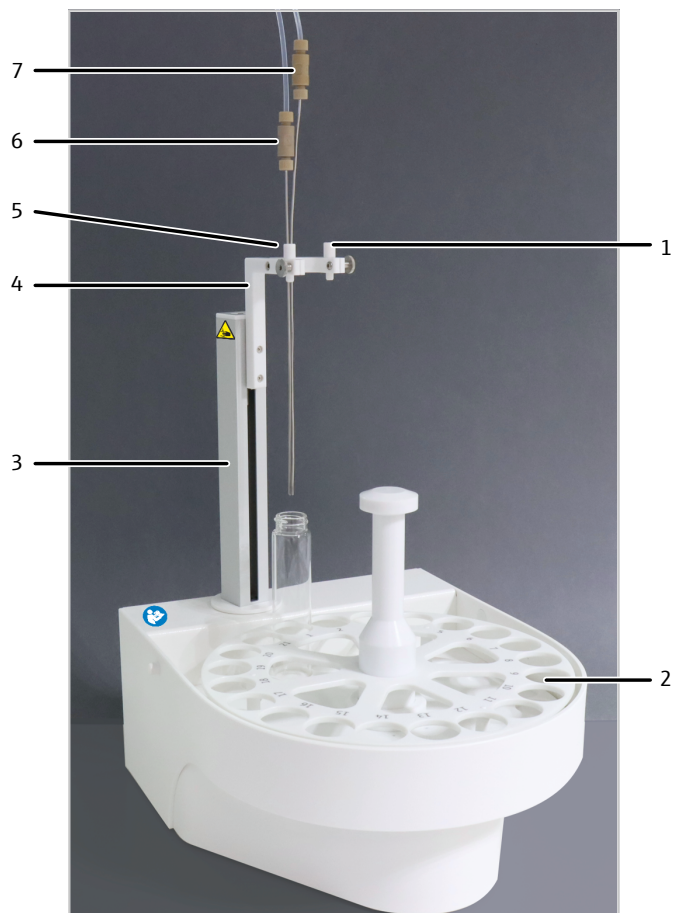


Fig. 24 Campionatore AS 21hp

- | | |
|--|--|
| 1 Manicotto (con 1 foro) per tenere la cannula di espulsione | 2 Piattello portacampioni (girevole, 21 campioni) |
| 3 Braccio del campionatore con azionamento Z | 4 Portacannule |
| 5 Manicotto (con 2 fori) | 6 Cannula di aspirazione del campione con raccordo filettato |
| 7 Cannula di espulsione con raccordo filettato | |

Il campionatore può essere equipaggiato con due cannule. Ciò gli consente di espellere automaticamente i campioni per l'analisi del NPOC.

Il campionatore viene fornito con un supporto per due cannule. Questo portacannule mantiene le due cannule distanziate. Ciò permette al campionatore di aspirare un campione ed espellerne un secondo in parallelo (**espulsione in parallelo**). In alternativa, nel caso dell'analisi del NPOC, il campionatore può anche funzionare in modo sequenziale.

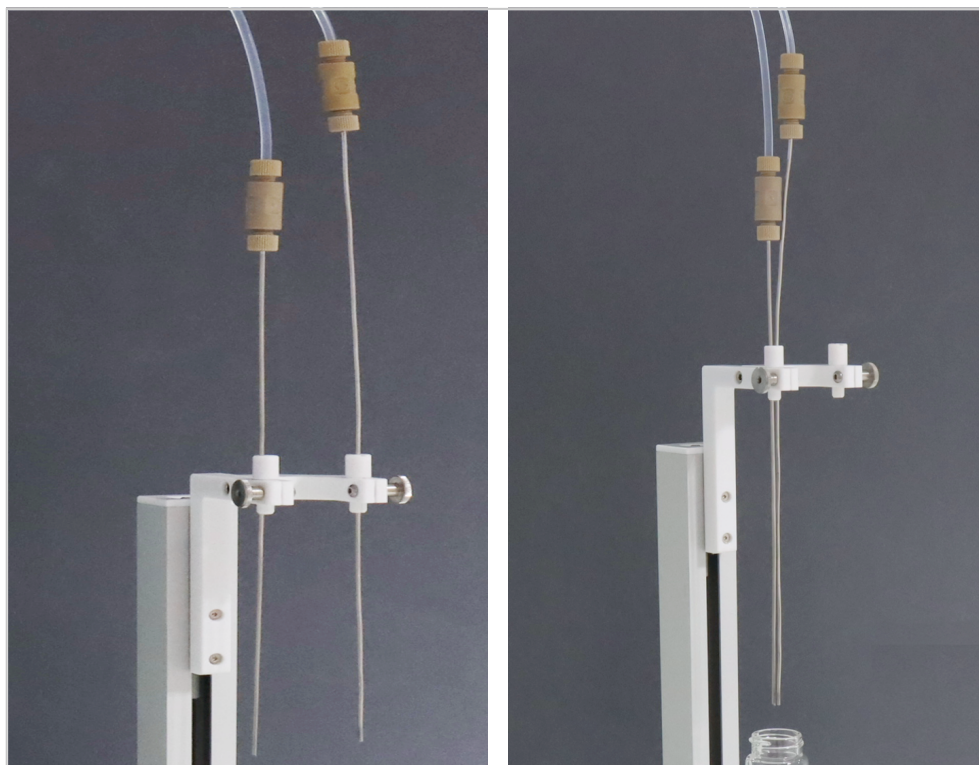


Fig. 25 Espulsione in parallelo (a sinistra) e espulsione sequenziale (a destra)

Il campionatore è dotato di un agitatore magnetico integrato. L'agitatore magnetico omogeneizza automaticamente i campioni con particelle prima del prelievo. È possibile impostare la velocità di agitazione nel software multiWin nel metodo nella parte relativa ai parametri di processo.

Campionatore in funzione

Entrambi i campionatori possono essere fissati sul lato destro dell'analizzatore, utilizzando il supporto fornito. In alternativa, i campionatori possono essere sistemati accanto all'analizzatore.



Fig. 26 Campionatore fissato all'analizzatore tramite l'apposito supporto

L'alimentatore esterno fornisce al campionatore la tensione di esercizio (24 V DC). I campionatori non hanno un interruttore di rete. Il collegamento all'analizzatore avviene tramite l'interfaccia RS 232 sul lato inferiore del campionatore.

Calotta di copertura (opzionale)

Per entrambi i campionatori è offerta come accessorio opzionale una calotta di copertura. La calotta di copertura protegge il vano campioni dalle influenze ambientali dell'atmosfera del laboratorio.

4.3.1.1 Sistemazione e messa in funzione del campionatore



ATTENZIONE

Pericolo di lesioni in corrispondenza di parti in movimento

C'è pericolo di lesioni nella zona di spostamento del braccio del campionatore. Per esempio, la mano o le dita possono essere schiacciate.

- Mantenere una certa distanza di sicurezza dal campionatore durante il funzionamento.



NOTA

Pericolo di danni all'apparecchio

Se il braccio del campionatore si blocca durante il funzionamento, gli azionamenti possono rovinarsi del tutto.

- Non toccare il braccio del campionatore durante il funzionamento.
 - Eseguire la regolazione manuale solo quando l'apparecchio è spento.
-
- ▶ Spegnere l'analizzatore prima di installare il campionatore.
 - ▶ Inserire il cavo di terra nell'attacco presente sul lato posteriore dell'analizzatore. Collegare il cavo di terra all'attacco presente sul lato inferiore del campionatore.
 - ▶ Collegare il cavo lato bassa tensione dell'alimentatore esterno all'attacco presente sul lato inferiore del campionatore. Aspettare a collegare l'alimentatore alla rete.
 - ▶ Collegare il campionatore all'analizzatore tramite il cavo di interfaccia (interfaccia sul lato inferiore del campionatore e interfaccia "sampler" sul lato posteriore dell'analizzatore).

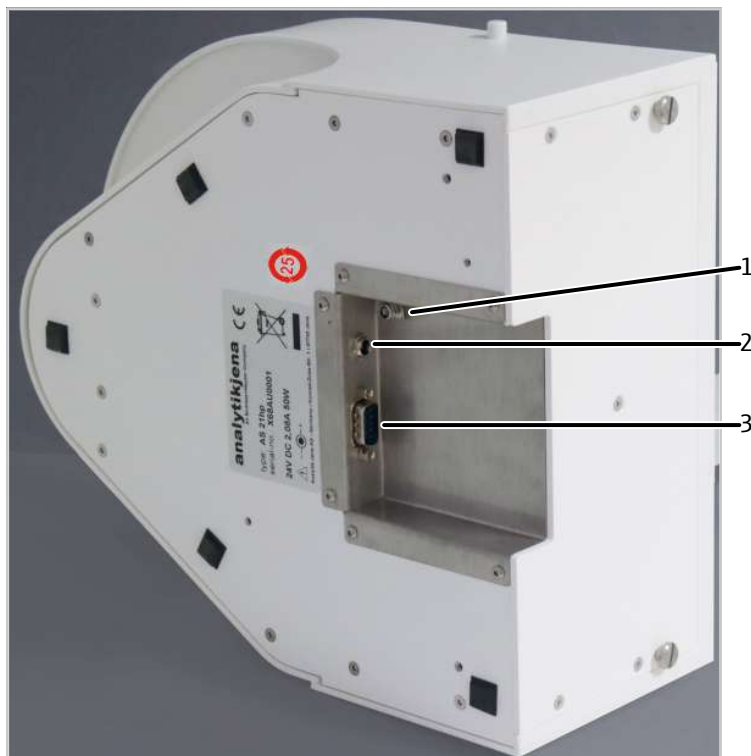


Fig. 27 Collegamenti sul lato inferiore del campionatore

- 1 Collegamento del cavo equipotenziale (cavo di terra)
- 2 Collegamento del cavo di rete
- 3 Interfaccia con l'analizzatore
- Fissare il campionatore con il supporto al lato dell'analizzatore.
 - Avvitare il supporto sul lato destro dell'analizzatore, utilizzando le due viti a testa zigrinata.
 - Agganciare il campionatore al supporto. Per questa operazione, inserire le due viti a testa zigrinata sul lato posteriore del campionatore nelle fessure del supporto.

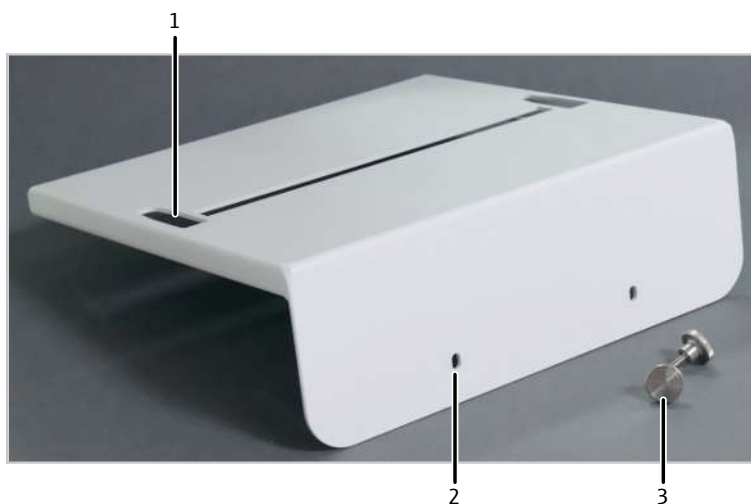


Fig. 28 Supporto

- 1 Fessura per l'aggancio del campionatore
- 2 Foro per il fissaggio sull'analizzatore
- 3 Vite a testa zigrinata
- **In alternativa:** sistemare il campionatore a sinistra dell'analizzatore.

- ▶ Posizionare il piattello portacampioni sul campionatore. Assicurarsi che scatti in posizione.
- ▶ Posizionare un recipiente per il campione nella posizione 1 del piattello portacampioni.
Solo nel caso dei campionatori AS 21hp: Posizionare un'ancoretta magnetica nel recipiente del campione.
- ▶ Inserire le cannule nel portacannule. Per questa operazione, passare le due cannule attraverso il manicotto con i due fori (per un'espulsione sequenziale).
- ▶ Regolare l'altezza delle cannule manualmente in modo che, nella posizione più alta del braccio del campionatore, le relative punte siano 1-2 cm sopra il bordo dei recipienti e non li sfiorino quando il piattello portacampioni gira.
- ▶ Fissare le cannule stringendo leggermente il dado zigrinato.
- ▶ Collegare i tubi che vanno dall'analizzatore alle cannule, usando dei collegamenti Fingertight:
 - tubo AA – tubo di aspirazione del campione
 - tubo 7 – tubo di espulsione per le misurazioni del NPOC
 - Per questa operazione, far passare il tubo attraverso la vite cava (vedere l'illustrazione).
 - Spingere il cono di tenuta sul tubo con la parte conica rivolta verso la vite cava. Il cono di tenuta e il tubo devono essere a filo.
 - Riavvitare bene il collegamento Fingertight.

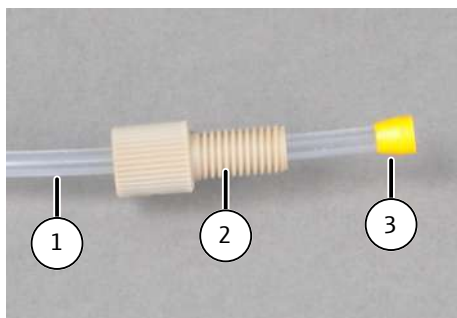


Fig. 29 Collegamento Fingertight

- | | |
|------------------|-------------|
| 1 Tubo | 2 Vite cava |
| 3 Cono di tenuta | |

- ▶ Collegare l'alimentatore alla rete.
- ▶ Accendere l'analizzatore. Avviare il programma multiWin e inizializzare il sistema di analisi.
- ▶ Controllare la configurazione dell'apparecchio tramite il comando di menu **Instrument | System-Information** nella schermata **multiWin set-up info**.
- ▶ Se necessario, cambiare la configurazione.
 - Uscire dal programma multiWin.
 - Sull'interfaccia di Windows, avviare il tool di configurazione tramite **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - Selezionare il tipo di campionatore dall'elenco **Sampler**.
 - Uscire dalla schermata **multiWin set-up tool** con **[Create]**.
 - Avviare il programma multiWin e inizializzare il sistema di analisi.
 - Tramite il comando di menu **Configuration | Edit options**, aprire la schermata **Options**. Andare sulla scheda **Analyzer components**.

Controllo e modifica della configurazione

- Nel gruppo **Sampler**, selezionare la grandezza appropriata per il vassoio e il recipiente.

► Uscire dalla schermata con **[OK]**.

Regolazione del campionatore

Durante la regolazione vengono sistemate le cannule che portano al piattello portacampioni, in modo che siano immerse in modo ottimale nelle provette. Si deve procedere a una regolazione sia durante la messa in funzione che dopo una modifica, il trasporto o la conservazione.

- Regolare tramite software la profondità di immersione delle cannule nel recipiente (direzione z).
 - Tramite il comando di menu **Instrument | Sampler Alignment**, aprire l'omonima schermata.

multiWin Demo-Version - Alignment - sampler

Fig. 30 Schermata Alignment - sampler

- Nel gruppo **Please select position needing adjustment**, selezionare la voce **Position 1**.
 - Cliccare su **[Position 1 adjust]**. Il braccio del campionatore abbassa le cannule nel recipiente fino alla posizione 1.
 - Se necessario, aumentare o diminuire i valori z. Dopo ogni modifica, cliccare su **[Position 1 adjust]** per controllarla.
 - Nel caso del campionatore AS 21hp, mantenere una distanza di circa 0,5 cm dall'ancoretta magnetica in modo che questa possa muoversi liberamente e non danneggi le cannule.
 - Una volta completata la regolazione, chiudere la schermata con **[Save]**.
- ✓ Il campionatore è pronto per l'uso.

4.3.1.2 Modifica per l'espulsione in parallelo (AS 21hp)

Il campionatore AS 21hp è dotato di un portacannule che può alloggiare due cannule e ha la funzione di mantenerle distanziate. Il campionatore può essere facilmente modificato per la funzione "espulsione in parallelo", riposizionando le cannule.

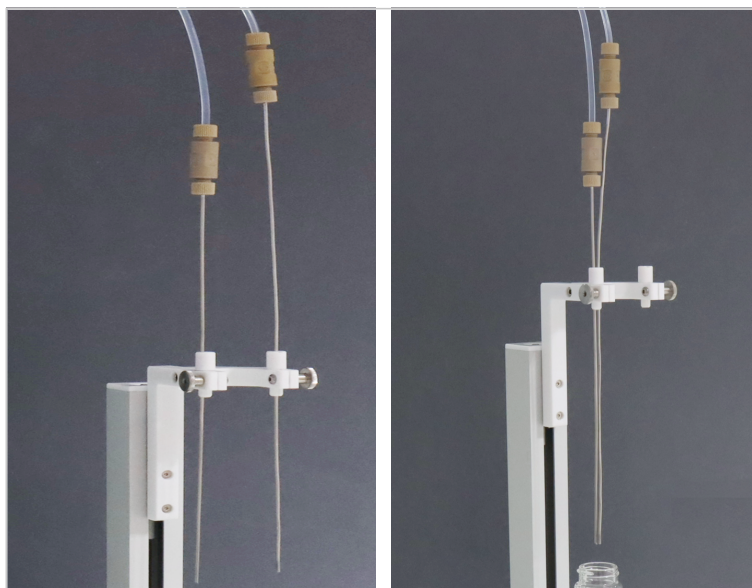


Fig. 31 Espulsione in parallelo (a sinistra) e espulsione sequenziale (a destra)

- ▶ Sistemare le cannule nelle due posizioni del portacannule secondo l'illustrazione (a sinistra). Fissare le cannule solo leggermente con le viti a testa zigrinata.
- ▶ Posizionare due provette nelle posizioni 1 e 2 del piattello portacampioni sotto le due cannule.
- ▶ Posizionare le ancorette magnetiche nei recipienti.
- ▶ Regolare l'altezza delle cannule manualmente in modo che, nella posizione più alta del braccio del campionatore, le relative punte siano 1-2 cm sopra il bordo dei recipienti e non possano sfiorarli quando il piattello portacampioni gira.
- ▶ Fissare le cannule stringendo leggermente i dadi zigrinati.
- ▶ Attaccare i tubi alle cannule tramite dei collegamenti Fingertight:
tubo di aspirazione del campione AA – collegamento alla cannula tramite la posizione 1
tubo di espulsione per le misurazioni del NPOC 7 – collegamento alla cannula tramite la posizione 2
- ▶ Controllare la configurazione e regolare il campionatore. Sistemazione e messa in funzione del campionatore

Vedere a riguardo anche

📄 Sistemazione e messa in funzione del campionatore [▶ 47]

4.3.2 Campionatore AS vario



ATTENZIONE

Pericolo di lesioni in corrispondenza di parti in movimento

C'è pericolo di lesioni nella zona di spostamento del braccio del campionatore. Per esempio, la mano o le dita possono essere schiacciate.

- Mantenere una certa distanza di sicurezza dal campionatore durante il funzionamento.



NOTA

Danni all'apparecchio causati da una messa in funzione con il dispositivo di fissaggio per il trasporto ancora attaccato!

Se si avvia l'apparecchio con il dispositivo di fissaggio per il trasporto inserito, gli azionamenti si possono danneggiare.

- Rimuovere il dispositivo di fissaggio per il trasporto prima della messa in funzione.



NOTA

Pericolo di danni all'apparecchio

Se il braccio del campionatore si blocca durante il funzionamento, gli azionamenti possono rovinarsi del tutto.

- Non toccare il braccio del campionatore durante il funzionamento.
- Eseguire la regolazione manuale solo quando l'apparecchio è spento.

Sono disponibili diversi tipi di vassoi per campioni per il campionatore 6. Per ogni vassoio di campioni c'è un portacannule adatto. Prima di prelevare il campione, la/e cannula/e può/possono essere risciacquata/e dall'interno aspirando il campione o l'acqua ultrapura.

Per il modello AS vario ER sono disponibili 4 vassoi per campioni.

Piattello portacampioni

Numero massimo di campioni	Recipiente del campione	AS vario	AS vario ER
20	100 ml	sì	no
47	12 ml + 50 ml	sì	sì
52	100 ml	sì	no
72	40 ml + 50 ml	sì	sì
100	20 ml	sì	sì
146	12 ml	sì	sì

Dati tecnici

Tensione di esercizio	24 V DC tramite un alimentatore esterno
Potenza assorbita	50 VA
Tensione di rete dell'alimentatore esterno	100 ... 240 V, 50/60 Hz (autosensing)
Dimensioni (L x A x P)	350 x 470 x 400 mm

Il campionatore viene posizionato accanto all'analizzatore. Può essere equipaggiato con 2 cannule.

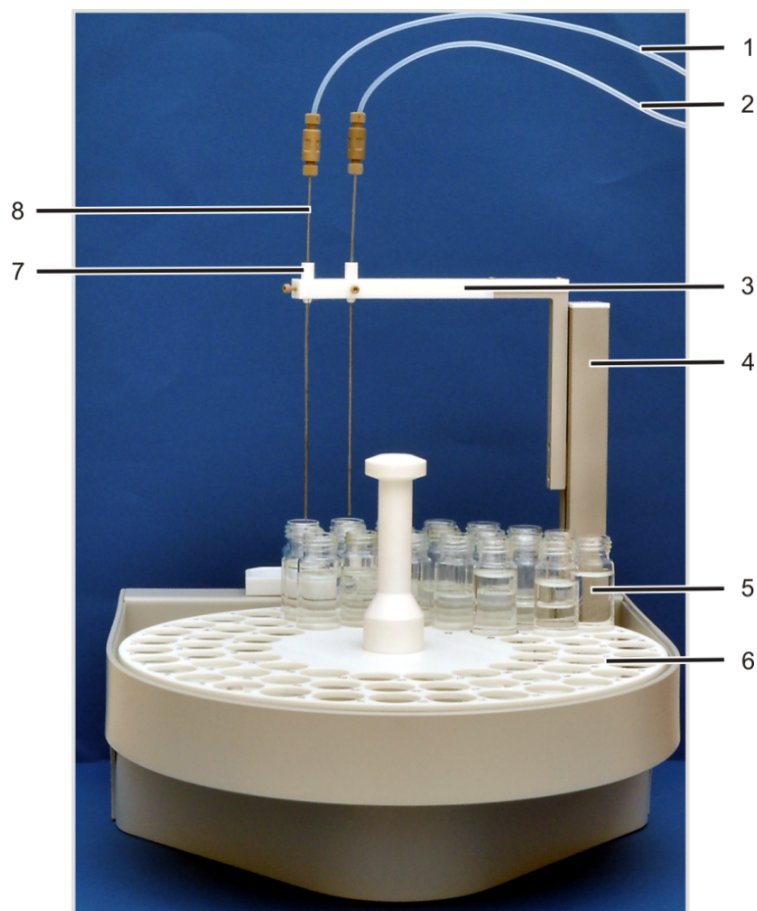


Fig. 32 Struttura del campionatore AS vario

- | | |
|--|---|
| 1 Tubo di collegamento all'analizzatore
(tubo di espulsione per le misurazioni
del NPOC) | 2 Tubo di collegamento all'analizzatore
(tubo di aspirazione del campione) |
| 3 Portacannule | 4 Braccio del campionatore |
| 5 Recipiente del campione | 6 Piattello portacampioni |
| 7 Manicotto | 8 Cannula |

Il modello AS vario ER è particolarmente adatto quando si devono esaminare campioni liquidi con un alto contenuto di particelle solide. Il modello è dotato di un ulteriore sistema di lavaggio delle cannule con cui la/le cannula/e vengono sciacquate dall'esterno con acqua ultrapura. Quando si mette in funzione il campionatore, deve essere installato anche il sistema di alimentazione dell'acqua ultrapura per il sistema di lavaggio delle cannule. Può essere utilizzato per tutti i metodi di misurazione e in particolare per l'analisi del NPOC con la modalità di espulsione in parallelo. Quando si usano altri piattelli portacampioni, il blocco con i recipienti di lavaggio viene semplicemente tolto dal campionatore e cambiato.



Fig. 33 Struttura del campionatore AS vario ER

- | | |
|---|---|
| 1 Cannula per il collegamento al tubo di aspirazione del campione | 2 Portacannule (qui con il n. 72) |
| 3 Piattello portacampioni per 72 | 4 Flacone di acqua ultrapura |
| 5 Sistema di lavaggio delle cannule | 6 Cannula per il collegamento al tubo di espulsione per le misurazioni del NPOC |

Rimozione del dispositivo di fissaggio per il trasporto

Per il trasporto, il campionatore è fissato per il trasporto con una vite di bloccaggio sul lato inferiore. Conservare il dispositivo di sicurezza per un eventuale trasporto successivo.

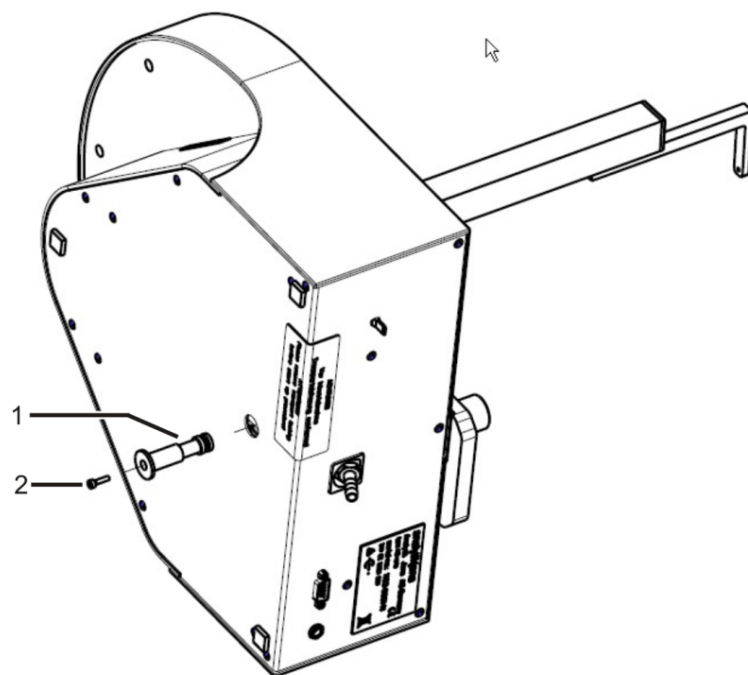


Fig. 34 Dispositivo di fissaggio per il trasporto

- | | |
|---|--------------|
| 1 Dispositivo di fissaggio per il trasporto | 2 Vite M3x12 |
|---|--------------|
- Girare il campionatore su un lato e metterlo al sicuro.

Messa in funzione del campionatore

- ▶ Svitare la vite con la chiave a brugola fornita. Rimuovere il dispositivo di fissaggio per il trasporto (pezzo di plastica rosso).
- ▶ Risistemare il campionatore sulla piastra di base.
- ▶ Spegnere l'analizzatore prima di installare il campionatore.
- ▶ Inserire il cavo di terra nell'attacco presente sul lato posteriore dell'analizzatore. Collegare il cavo di terra all'attacco presente sul lato posteriore del campionatore.
- ▶ Collegare il cavo lato bassa tensione dell'alimentatore esterno all'attacco presente sul lato posteriore del campionatore. Aspettare a collegare l'alimentatore alla rete.
- ▶ Collegare il campionatore all'analizzatore tramite il cavo di interfaccia (interfaccia sul lato posteriore del campionatore e interfaccia "sampler" sul lato posteriore dell'analizzatore).
- ▶ Collegare il tubo di scarico al raccordo di scarico sul lato posteriore del campionatore. Inserire l'altra estremità del tubo nell'apertura del coperchio del flacone degli scarti. **i** **NOTA!** Il tubo di scarico deve avere una pendenza continua. Eventualmente, accorciare il tubo. Il tubo non deve essere immerso nel liquido.
- ▶ Posizionare il vassoio dei campioni sul campionatore. Assicurarsi che scatti in posizione.
- ▶ Controllare che sul braccio del campionatore sia installato il portacannule appropriato. A tal fine, il numero inciso sul lato inferiore deve corrispondere al numero massimo di provette sul vassoio portacampioni.
- ▶ Inserire le cannule con il manicotto corrispondente nel portacannule.
- ▶ Nel caso delle misurazioni del NPOC con un'espulsione parallela: inserimento di una cannula con manicotto in ciascuna delle due posizioni del portacannule (Fig. 32 e 53).
- ▶ Nel caso delle misurazioni del NPOC con un'espulsione non parallela: inserimento di entrambe le cannule in un manicotto con due fori nella giusta posizione (vedere sotto, non adatto per AS vario ER).



Fig. 35 Manicotto con due cannule per un'espulsione non parallela

- ▶ Regolare l'altezza delle cannule manualmente in modo che, nella posizione più alta del braccio del campionatore, le relative punte siano 1-2 cm sopra il bordo dei recipienti e non li sfiorino quando il piattello portacampioni gira.
- ▶ Fissare le cannule stringendo leggermente il dado zigrinato.
- ▶ Collegare i tubi che vanno dall'analizzatore alle cannule, usando dei collegamenti Fingertight:
 - tubo AA – tubo di aspirazione del campione
 - tubo 7 – tubo di espulsione per le misurazioni del NPOC
 - Per questa operazione, far passare il tubo attraverso la vite cava (vedere l'illustrazione).
 - Spingere il cono di tenuta sul tubo con la parte conica rivolta verso la vite cava. Il cono di tenuta e il tubo devono essere a filo.
 - Riavvitare bene il collegamento Fingertight.

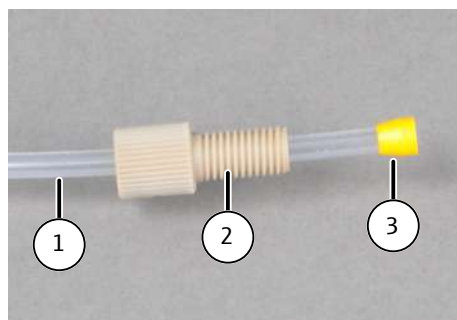


Fig. 36 Collegamento Fingertight

- | | |
|------------------|-------------|
| 1 Tubo | 2 Vite cava |
| 3 Cono di tenuta | |

► Collegare l'alimentatore alla rete.

Controllo e modifica della configurazione

- Accendere l'analizzatore. Avviare il programma multiWin e inizializzare il sistema di analisi.
- Controllare la configurazione dell'apparecchio tramite il comando di menu **Instrument | System-Information** nella schermata **multiWin set-up info**.
- Se necessario, cambiare la configurazione.
 - Uscire dal programma multiWin.
 - Sull'interfaccia di Windows, avviare il tool di configurazione tramite **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - Selezionare il tipo di campionatore dall'elenco **Sampler**.
 - Uscire dalla schermata **multiWin set-up tool** con **[Create]**.
 - Avviare il programma multiWin e inizializzare il sistema di analisi.
 - Tramite il comando di menu **Configuration | Edit options**, aprire la schermata **Options**. Andare sulla scheda **Analyzer components**.
 - Nel gruppo **Sampler**, selezionare la grandezza appropriata per il vassoio e il recipiente.
- Uscire dalla schermata con **[OK]**.

Installazione del sistema di lavaggio delle cannule

Per ogni vassoio di campioni c'è un portacannule corrispondente e un blocco con recipienti di lavaggio. Il vassoio, il portacannule e il blocco sono contrassegnati con il numero del numero massimo di campioni, ad es. 72.



Fig. 37 Sistema di lavaggio delle cannule sul modello AS vario ER

- 1 Collegamento per l'acqua ultrapura 2 Collegamento per gli scarti
3 Blocco rimovibile con recipienti di lavaggio

- ▶ Posizionare sul campionatore il blocco adatto con i recipienti di lavaggio.
 - Per facilitare il montaggio, inumidire l'O-ring sul fondo del blocco con l'acqua.
 - Fissare il blocco al campionatore con le due viti a brugola.
 - ▶ Avvitare il raccordo per l'acqua ultrapura nell'attacco (1) e immergere l'estremità del tubo nel flacone di acqua ultrapura.
 - ▶ Collegare il tubo per gli scarti all'attacco (2). Immergere l'estremità del tubo nel contenitore per gli scarti.
- i** **NOTA!** Il tubo di scarico deve avere una pendenza continua. Eventualmente, accorciare il tubo. Il tubo non deve essere immerso nel liquido.
- ▶ Regolare il campionatore prima del primo avvio.

Attivazione del sistema di lavaggio delle cannule per le misurazioni

Determination	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Rinse cycles	3	1	1							
Reverse rinse	1									
2. Purging										
TIC Control										

Fig. 38 Attivazione del sistema di lavaggio delle cannule nel metodo

- ▶ Creare un nuovo metodo.
- ▶ Attivare l'opzione **Reverse rinse** in **Variable method criteria**.
- ▶ Nella tabella, impostare il numero di cicli di lavaggio inserendo un numero ≥ 1 . Un ciclo di lavaggio è di solito sufficiente.

Vedere a riguardo anche

Regolazione del campionatore AS vario [► 91]

4.3.3 EPA Sampler



ATTENZIONE

Pericolo di lesioni in corrispondenza di parti in movimento

C'è pericolo di lesioni nella zona di spostamento del braccio del campionatore. Per esempio, la mano o le dita possono essere schiacciate.

- Mantenere una certa distanza di sicurezza dal campionatore durante il funzionamento.



NOTA

Pericolo di danni all'apparecchio

Se il braccio del campionatore si blocca durante il funzionamento, gli azionamenti possono rovinarsi del tutto.

- Non toccare il braccio del campionatore durante il funzionamento.
- Eseguire la regolazione manuale solo quando l'apparecchio è spento.

Il campionatore ha una funzione di perforazione per le provette con tappo con setto. Il campionatore può essere equipaggiato con cannule 1 ... 2.

Il modello speciale POC Sampler è utilizzato per le misurazioni del POC. Questo modello viene usato insieme al modulo per il POC nella modalità di funzionamento automatico (POC-Modul "automatic"). A questo scopo, il campionatore è dotato di 1 cannula speciale.

Dati tecnici

Numero massimo di campioni	64
Numero massimo di campioni (POC Sampler)	61
Recipienti per campioni	40 ml
Tensione di esercizio	24 V DC, tramite alimentatore esterno
Potenza assorbita	30 VA
Tensione di rete dell'alimentatore esterno	100 ... 240 V, 50/60 Hz (autosensing)
Dimensioni (L x A x P)	500 x 560 x 400 mm

Struttura



Fig. 39 Campionatore EPA Sampler

- 1 Tubi di collegamento all'analizzatore

3 Recipiente di lavaggio

5 Cannula particolare
- 2 Vassoio dei campioni

4 Dispositivo di fissaggio

6 Braccio del campionatore con portacannule

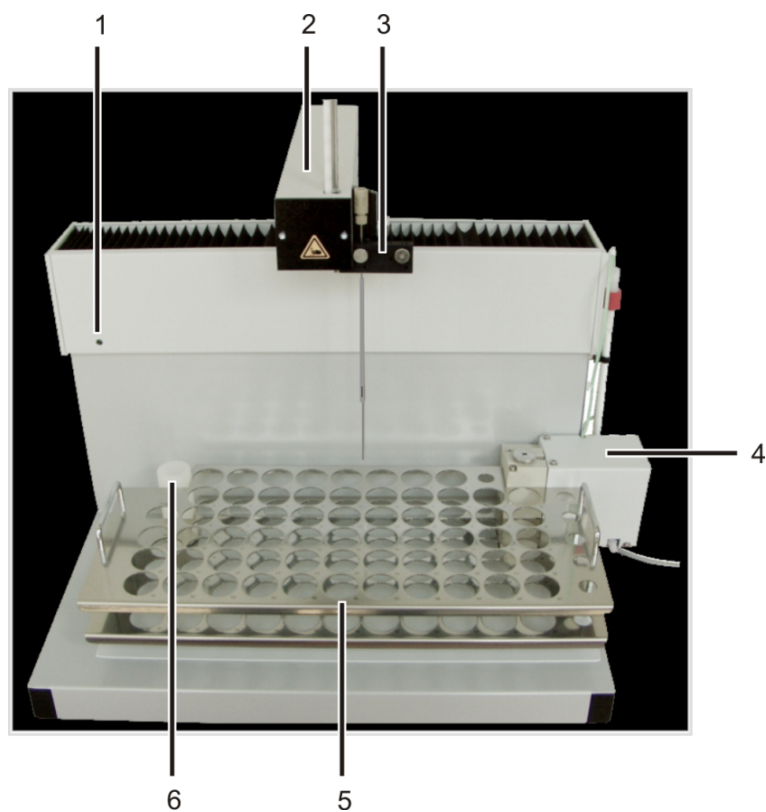


Fig. 40 Campionatore POC Sampler

- | | |
|----------------------------|----------------------------|
| 1 LED di stato | 2 Braccio del campionatore |
| 3 Portacannule con cannula | 4 Modulo per il POC |
| 5 Vassoio dei campioni | 6 Recipiente di lavaggio |

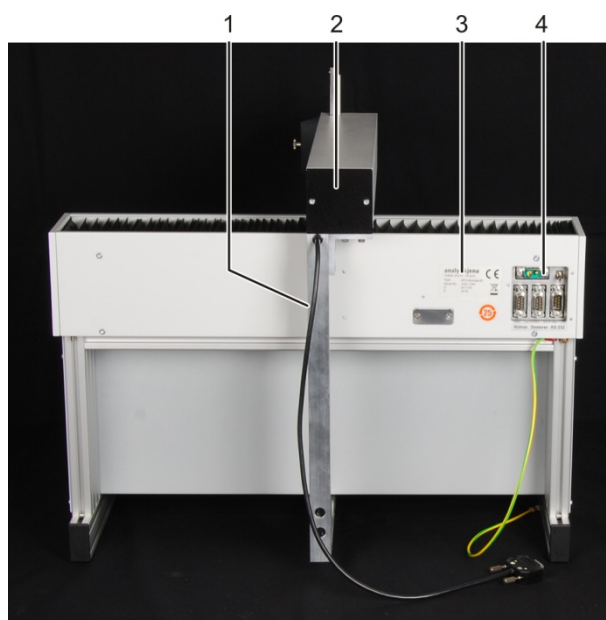


Fig. 41 Lato posteriore del campionatore

- | | |
|-------------------------|----------------------------|
| 1 Staffa dell'agitatore | 2 Braccio del campionatore |
| 3 Targhetta indicatrice | 4 Collegamenti elettrici |

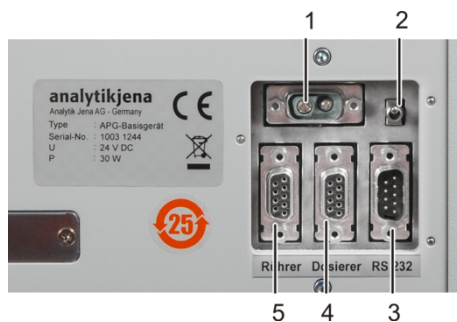


Fig. 42 Collegamenti elettrici

- | | |
|---------------------------------|---------------------------------|
| 1 Collegamento all'alimentatore | 2 Interruttore dell'apparecchio |
| 3 Collegamento all'analizzatore | 4 Non utilizzato |
| 5 Collegamento all'agitatore | |

Messa in funzione del campionario

- Rimuovere il dispositivo di fissaggio per il trasporto.
 - Rimuovere le due viti a testa svasata con la chiave a brugola da 3 mm, fornita in dotazione.
 - Rimuovere completamente la staffa di fissaggio per il trasporto e conservarla per il trasporto successivo.



Fig. 43 Dispositivo di fissaggio per il trasporto

- | | |
|----------------------------|--|
| 1 Braccio del campionatore | 2 Staffa di fissaggio per il trasporto |
| 3 Viti | |
- Montare la staffa di agitazione.
 - Montare la staffa di agitazione sul supporto angolare presente sul lato posteriore del braccio del campionatore.
 - Avvitare la staffa con le viti a testa svasata fornite in dotazione (M4x10), utilizzando la chiave a brugola (da 2,5 mm).
 - Stringere le viti in modo uniforme in modo da allineare la staffa.
 - Collegare il cavo per la funzione di agitazione all'interfaccia "agitatore" sul lato posteriore del campionatore.

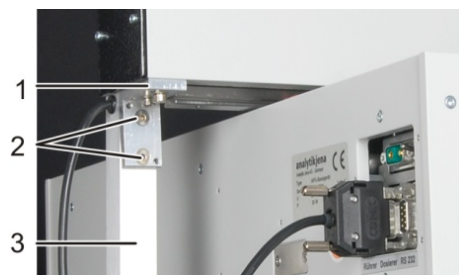


Fig. 44 Montaggio della staffa di agitazione

- | | |
|--|------------------------|
| 1 Supporto angolare sul braccio del campionatore | 2 Viti a testa svasata |
| 3 Staffa dell'agitatore | |

- ▶ Posizionare il campionatore accanto all'analizzatore. Sistemare il campionatore in modo tale che ci sia anche spazio sufficiente dietro l'apparecchio per lo spostamento del relativo braccio.
- ▶ Collegare il cavo lato bassa tensione dell'alimentatore da tavolo sul lato posteriore del campionatore. Aspettare a collegare l'alimentatore alla rete.
- ▶ Collegare il cavo dati seriale in dotazione all'interfaccia "sampler" sul lato posteriore dell'analizzatore. Collegare l'altra estremità del cavo dati all'interfaccia del campionatore.
- ▶ Inserire il cavo di terra nell'attacco presente sul lato posteriore dell'analizzatore.
- ▶ Collegare il tubo per gli scarti al recipiente di lavaggio del campionatore e a un contenitore degli scarti adatto o a uno scarico.

i **NOTA!** Il tubo di scarico deve avere una pendenza continua. Eventualmente, accorciare il tubo. Il tubo non deve essere immerso nel liquido.
- ▶ Montare il recipiente di lavaggio sul campionatore.
- ▶ Posizionare il vassoio dei campioni sulla superficie prevista.
- ▶ Fare attenzione al posizionamento del vassoio. L'etichettatura deve essere leggibile quando ci si trova di fronte all'apparecchio. I due perni di centraggio neri sulla superficie d'appoggio del campionatore sporgono nei fori della base del vassoio.
- ▶ Introdurre le cannule perforanti e il dispositivo di fissaggio nel braccio del campionatore.
- ▶ Bloccare le cannule nel supporto così in alto da fare in modo che le rispettive punte non si immergano nei recipienti (posizione di base).

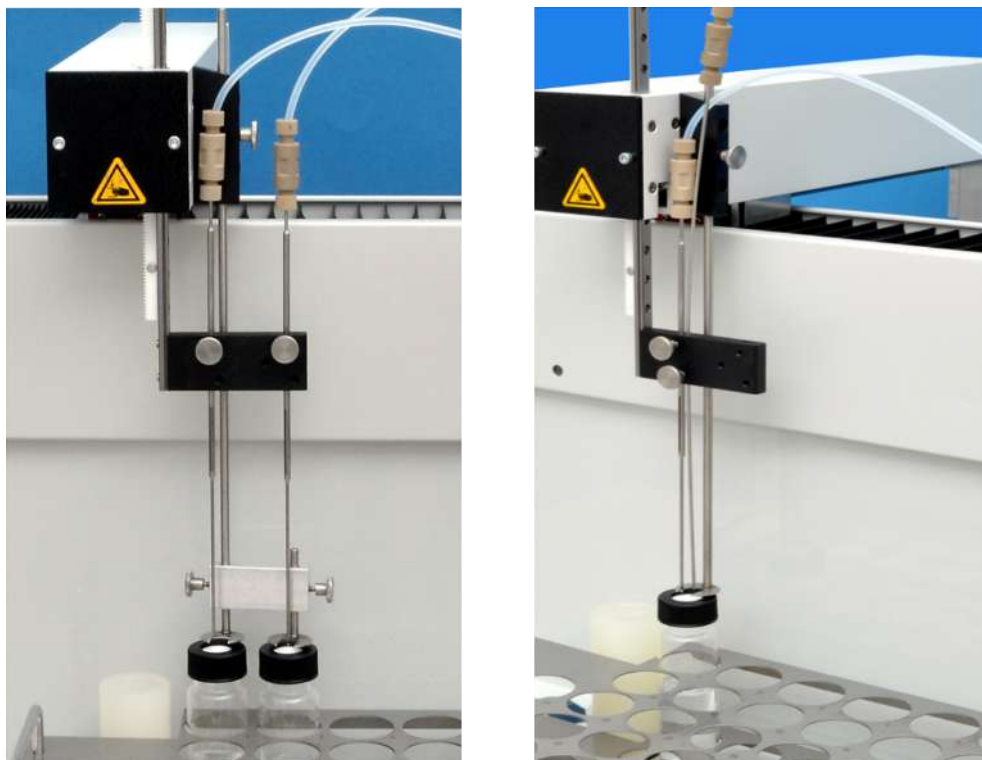


Fig. 45 Posizione delle cannule per le misurazioni del NPOC con modalità di espulsione in parallelo (a sinistra) e non in parallelo (a destra)

- ▶ Fissare le cannule stringendo leggermente il dado zigrinato.
- ▶ Collegare i tubi che vanno dall'analizzatore alle cannule, usando dei collegamenti Fingertight:
 - tubo AA – tubo di aspirazione del campione
 - tubo 7 – tubo di espulsione per le misurazioni del NPOC
 - Per questa operazione, far passare il tubo attraverso la vite cava (vedere l'illustrazione).
 - Spingere il cono di tenuta sul tubo con la parte conica rivolta verso la vite cava. Il cono di tenuta e il tubo devono essere a filo.
 - Riavvitare bene il collegamento Fingertight.

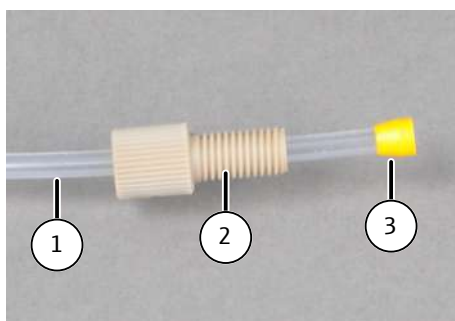


Fig. 46 Collegamento Fingertight

- | | |
|------------------|-------------|
| 1 Tubo | 2 Vite cava |
| 3 Cono di tenuta | |

- ▶ Alternativa nel caso di POC Sampler: montare il modulo per il POC con una cannula speciale.
- ▶ Collegare l'alimentatore alla rete. Accendere il campionatore.

Controllo e modifica della configurazione

- ▶ Accendere l'analizzatore. Avviare il programma multiWin e inizializzare il sistema di analisi.
- ▶ Controllare la configurazione dell'apparecchio tramite il comando di menu **Instrument | System-Information** nella schermata **multiWin set-up info**.
- ▶ Se necessario, cambiare la configurazione.
 - Uscire dal programma multiWin.
 - Sull'interfaccia di Windows, avviare il tool di configurazione tramite **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - Selezionare il tipo di campionatore dall'elenco **Sampler**.
 - Uscire dalla schermata **multiWin set-up tool** con **[Create]**.
 - Avviare il programma multiWin e inizializzare il sistema di analisi.
 - Tramite il comando di menu **Configuration | Edit options**, aprire la schermata **Options**. Andare sulla scheda **Analyzer components**.
 - Nel gruppo **Sampler**, selezionare la grandezza appropriata per il vassoio e il recipiente.
- ▶ Uscire dalla schermata con **[OK]**.
- ▶ Regolare il campionatore prima del primo avvio.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Regolazione di EPA Sampler [▶ 93]
- 📖 Installazione del modulo per il POC [▶ 66]

4.3.4 Modulo per il POC

Il modulo per il POC è disponibile in due versioni:

- POC-Modul "basic" per il funzionamento manuale
- POC-Modul "automatic" per il funzionamento automatico con POC Sampler

Dati tecnici

Parametri	POC
Principio della decomposizione	Espulsione e successiva ossidazione termocatalitica
Volume campione	1 ml
Caricamento del campione	Iniezione in flusso, manuale o automatica

Struttura

I moduli per il POC sono costituiti dai seguenti componenti:

- reattore POC con setto
- gruppo valvole per il funzionamento automatico con campionatore
- cannula di aspirazione del campione, appositamente concepita per Septum Vials
- Assorbitore della CO₂ con LiOH
- Vassoio per campioni con 61 posizioni (incluso nel materiale fornito in dotazione con il campionatore)

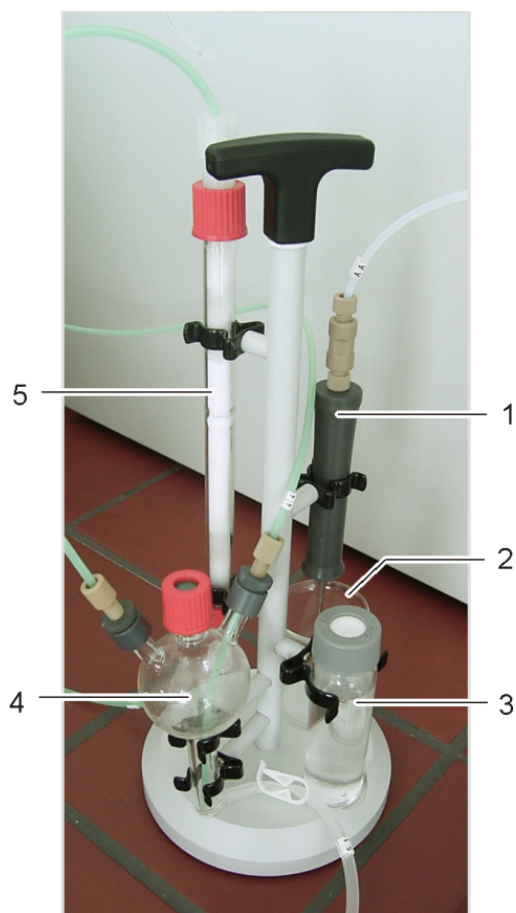


Fig. 47 Modulo per il POC per il funzionamento manuale

- | | |
|-------------------------------------|----------------------------|
| 1 Cannula con presa | 2 Contenitore degli scarti |
| 3 Recipiente del campione con setto | 4 Reattore POC |
| 5 Tubo di assorbimento con LiOH | |

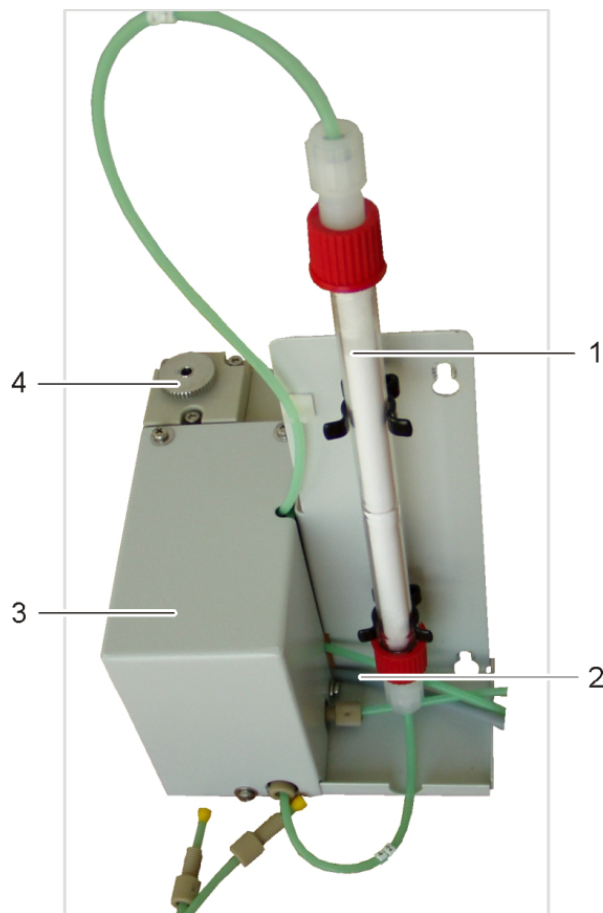


Fig. 48 Modulo per il POC per il funzionamento automatico

- | | |
|---------------------------------|---|
| 1 Tubo di assorbimento con LiOH | 2 Collegamento elettrico all'analizzatore |
| 3 Gruppo valvole | 4 Reattore POC |

4.3.4.1 Installazione del modulo per il POC

Un'installazione errata può comportare pericoli notevoli. Se i gas sono collegati in modo errato, si può verificare una scossa elettrica o innescare un'esplosione.

- L'installazione e la messa in funzione dell'apparecchio e dei rispettivi componenti di sistema devono generalmente essere eseguite solo dal servizio di assistenza clienti della società Analytik Jena GmbH+Co. KG o da personale specializzato da essa autorizzato e appositamente formato.
- Non sono ammessi lavori di montaggio e installazione di propria iniziativa.

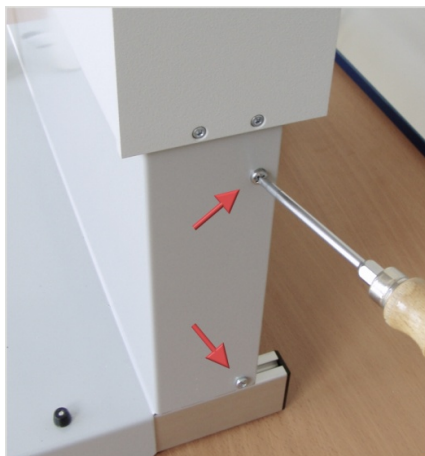
C'è pericolo di lesioni a causa della presenza di parti non fissate correttamente.

- Quando si trasportano i componenti dell'apparecchio, fissarli nel modo previsto dalle istruzioni per l'uso.
- Le parti sciolte vanno rimosse dai componenti del sistema e imballate separatamente.

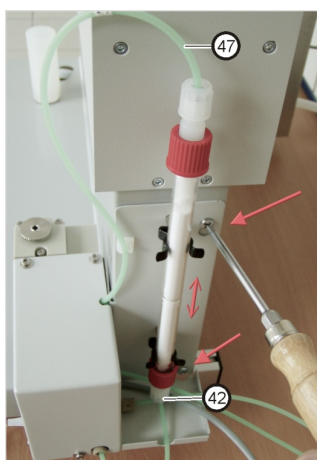
Installazione del POC-Modul "automatic"

Dopo aver collegato il modulo per il POC per il funzionamento automatico, il gas trasportatore scorre solo attraverso il reattore POC quando si misura in modalità POC.

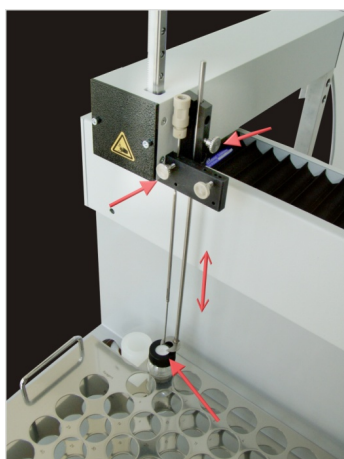
In tutte le altre modalità di funzionamento (TC, NPOC, ...), il flusso del gas trasportatore viene deviato direttamente nel tubo di combustione dell'analizzatore.



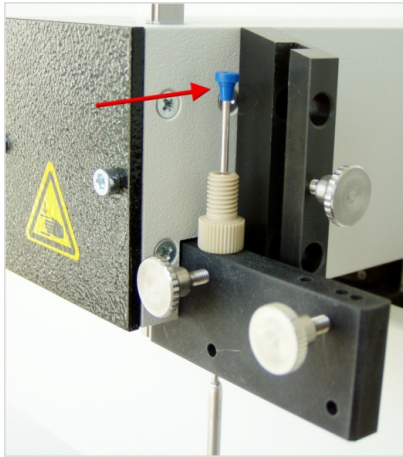
- ▶ Spegnere l'analizzatore con l'interruttore principale sul lato posteriore dell'apparecchio. Scollegare la spina di alimentazione dalla presa elettrica. Spegnere il campionatore.
- ▶ Allentare le viti dell'alloggiamento sul lato destro del campionatore.



- ▶ Montare il tubo di assorbimento della CO₂, riempito, tra il tubo 47 e 42.
- ▶ Premere il tubo di assorbimento nei morsetti del modulo per il POC.
- ▶ Agganciare il modulo per il POC con le viti dell'alloggiamento. Stringere di nuovo le viti.



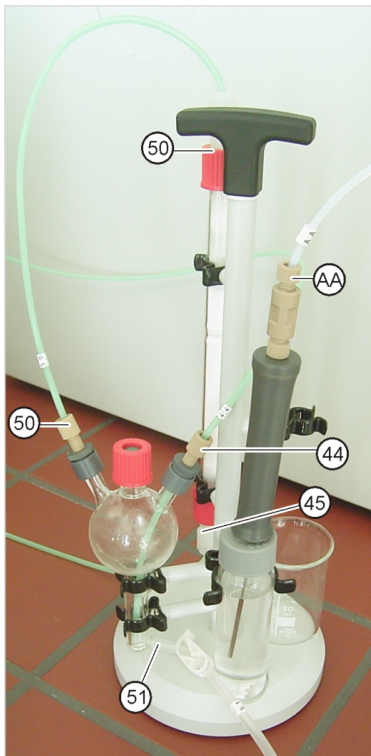
- ▶ Spingere il portacannule del campionatore verso l'alto.
- ▶ Bloccare la cannula speciale con fessura di aerazione nel portacannule del campionatore.
- ▶ Installare il dispositivo di fissaggio. Il dispositivo di fissaggio e le cannule devono trovarsi a circa 3 mm al di sopra delle provette quando il portacannule viene spinto verso l'alto.



- ▶ Sostituire la cannula di aspirazione standard con quella speciale sul tubo AA. Posizionare il collegamento Fingertight e le ghiere come mostrato nella figura a fianco.
- ▶ Collegare il modulo per il POC all'analizzatore. Rimuovere il ponticello per tubi dai collegamenti del gas del modulo per il POC sul lato posteriore dell'analizzatore.
- ▶ Collegare il tubo 44 del modulo per il POC all'attacco 44 dell'analizzatore.
- ▶ Collegare il tubo 45 del modulo per il POC al collegamento 45 dell'analizzatore.
- ⚠ **AVVERTENZA!** Fare attenzione a non confondere i collegamenti del gas!
- ▶ Collegare l'attacco elettrico del modulo per il POC all'attacco "POC" sul lato posteriore dell'analizzatore.



- ▶ Collegare il tubo per gli scarti all'apposito raccordo del modulo per il POC. Collegare il tubo a un contenitore per gli scarti adatto o a uno scarico.
- i** **NOTA!** Il tubo per gli scarti deve avere una pendenza continua! Se necessario, accorciare il tubo. Il tubo non deve essere immerso nel liquido.
- ▶ Regolare il campionatore.
- ▶ Controllare che il sistema non abbia perdite.



Installazione del POC-Modul "basic"

Dopo aver collegato il modulo per il POC per il funzionamento manuale, il gas trasportatore scorre continuamente attraverso il reattore POC nel tubo di combustione dell'analizzatore.

È meglio rimuovere il reattore quando si misura in altre modalità di funzionamento (TC, NPOC, ...).

- ▶ Posizionare il modulo a sinistra dell'analizzatore.
- ▶ Installare il tubo di assorbimento della CO_2 tra il tubo 50 (estremità superiore del tubo di assorbimento) e il tubo 45 (estremità inferiore).
- ▶ Collegare il tubo 50 al reattore POC.
- ▶ Collegare il modulo per il POC all'analizzatore. Rimuovere il ponticello per tubi dai collegamenti del gas del modulo per il POC sul lato posteriore dell'analizzatore.
- ▶ Collegare il tubo 44 con il reattore POC e il collegamento 44 dell'analizzatore. Il tubo arriva quasi fino al fondo del reattore POC.
- ▶ Collegare il tubo 45 del modulo per il POC all'attacco 45 dell'analizzatore.
- ⚠ **AVVERTENZA!** Fare attenzione a non confondere i collegamenti del gas.
- ▶ Collegare il tubo per gli scarti 51 all'estremità inferiore del reattore per il TIC. Il tubo per gli scarti è bloccato con una fascetta.
- ▶ Sostituire la cannula di aspirazione standard sul tubo AA con quella speciale con fessura di aerazione.

Vedere a riguardo anche

- 📄 Controllo della tenuta del sistema [▶ 104]
- 📄 Regolazione del campionatore [▶ 95]

4.3.4.2 Calibrazione POC

Raccomandazione: eseguire una calibrazione con il saccarosio.

- Procedura
- ▶ Creare un metodo POC.
 - ▶ Aprire un metodo NPOC. Calibrare il metodo NPOC con standard di saccarosio.
 - ▶ Abbinare la calibrazione misurata al metodo POC.
 - ▶ Dopo la calibrazione, rispondere di no alla seguente query: "Abbinare al metodo calibrato?"
 - ▶ Si apre l'elenco dei metodi. Selezionare il metodo POC nell'elenco dei metodi.
 - ▶ Utilizzando il pulsante **[Accept values]**, riprendere i dati di calibrazione attuali nel metodo POC.

Si può anche eseguire la calibrazione con standard di diclorometano. Tuttavia, l'alta volatilità del diclorometano può portare a risultati imprecisi. Raccomandazione: calibrare il metodo POC pipettando direttamente standard di diclorometano nel modulo per il POC.

4.3.5 Rivelatore a chemiluminescenza (CLD)

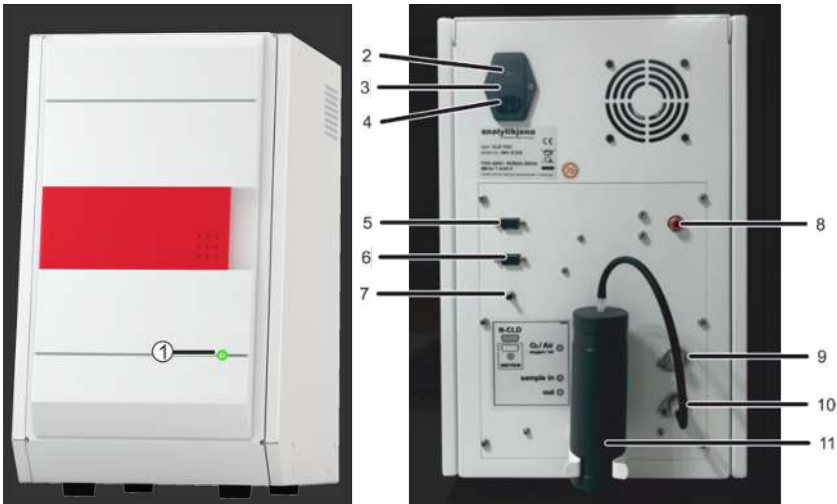


Fig. 49 Rivelatore a chemiluminescenza (CLD)

- 1 LED di stato

2 Interruttore di rete

3 Collegamento fusibile

4 Collegamento alla rete

5 Collegamento RS 232 per l'analizzatore

6 Collegamento per il servizio di assistenza

7 Interruttore di programmazione (solo per il servizio di assistenza)

8 Collegamento per il gas trasportatore (O₂, aria sintetica/purificata)

9 Collegamento del gas per l'analizzatore "sample in"

10 Uscita del campione (gas) "out"

11 Cartuccia assorbente (rimozione di NO_x dall'aria di scarico)

Dati tecnici

Principio di rilevamento	Rivelatore a chemiluminescenza
Parametri	TN _b (azoto totale legato)
Campo di misura	0 ... 20000 mg/l di TN _b
Limite di rilevamento	0,05 mg/l TN _b
Tempo di analisi	3 ... 5 min

Gas per la generazione di ozono	Alimentazione del gas come per l'apparecchio di base 60 ml/min, 400 ... 600 kPa
(L x A x P)	300 x 470 x 550 mm , 12,5 kg
Collegamento elettrico	110 ... 240 V, 50/60 Hz
Sistema di protezione	2 T4,0 A H
Tipica potenza assorbita media	200 VA
Interfaccia con l'analizzatore	RS 232



ATTENZIONE

Pericolo di avvelenamento da ozono

Il generatore di ozono incluso nell'apparecchio produce ozono (O₃). Se usato come previsto, il distruttore di ozono presente a valle ha il compito di abbattere il gas tossico. Sono previste varie misure di sicurezza, che portano allo spegnimento automatico del generatore di ozono. Ciononostante vale quanto indicato di seguito.

- Se c'è un odore pungente di ozono, spegnere immediatamente l'apparecchio e informare il servizio di assistenza clienti.
- Per garantire un funzionamento corretto e sicuro, Analytik Jena raccomanda una verifica e una manutenzione annuali da parte del servizio di assistenza clienti.

Installazione sull'analizzatore

- ▶ Posizionare il rivelatore accanto all'analizzatore.
- ▶ Collegare il gas trasportatore mediante il collegamento del gas con l'attacco rapido.
- ▶ Effettuare il collegamento del gas tra il rivelatore e l'analizzatore:
 - collegamento "sample in" sul rivelatore
 - collegamento "CLD" sull'analizzatore
- ▶ Collegare l'interfaccia "CLD/HT" sul lato posteriore dell'analizzatore all'interfaccia RS 232 del rivelatore, utilizzando il cavo dati seriale fornito in dotazione.
- ▶ Accendere il rivelatore. Il LED di stato indica che è pronto per il funzionamento.

Controllo e modifica della configurazione

- ▶ Accendere l'analizzatore e il rivelatore. Avviare il programma multiWin e inizializzare il sistema di analisi.
- ▶ Controllare la configurazione dell'apparecchio tramite il comando di menu **Instrument | System-Information** nella schermata **multiWin set-up info**.
- ▶ Se necessario, cambiare la configurazione.
 - Uscire dal programma multiWin.
 - Sull'interfaccia di Windows, avviare il tool di configurazione tramite **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - Nell'elenco **N-measurement**, selezionare il rivelatore (**CLD-TOC**).
 - Uscire dalla schermata **multiWin set-up tool** con **[Create]**.
 - Avviare il programma multiWin e inizializzare il sistema di analisi.
 - Tramite il comando di menu **Configuration | Edit options**, aprire la schermata **Options**. Andare sulla scheda **Analyzer components**.
- ▶ Nel gruppo **Sensors**, attivare la misurazione dell'azoto tramite l'opzione **N-measurement aktive**.
- ▶ Uscire dalla schermata con **[OK]**.

4.3.6 Modulo per solidi esterno



NOTA

Seguire attentamente le istruzioni per l'uso degli accessori!

Per gli accessori ci sono delle istruzioni per l'uso a parte, che contengono importanti informazioni e misure per evitare eventuali pericoli.

- Quando si procede all'installazione, seguire le istruzioni per l'uso degli accessori, disponibili separatamente.

L'installazione del sistema di misurazione modulare multi N/C 3100 duo per l'analisi automatizzata dei solidi è descritta nelle istruzioni per l'uso del modulo per solidi HT 1300, fornite a parte.

Collegamento all'analizzatore

- ▶ Posizionare il modulo per solidi accanto all'analizzatore.
- ▶ Collegare l'attacco "analyte" sul modulo per solidi all'attacco "analyte" sulla parete posteriore dell'analizzatore.
- ▶ Collegare l'attacco "pump" sul modulo per solidi all'attacco "pump" sulla parete posteriore dell'analizzatore.
- ▶ Collegare il tubo di collegamento per l'ossigeno al riduttore di pressione dell'alimentazione del gas e al collegamento del gas "oxygen" sul lato posteriore del modulo per solidi. Impostare sul riduttore di pressione una pressione in ingresso di 200 ... 400 kPa.
- ▶ Collegare il cavo dati seriale in dotazione all'interfaccia "CLD/HT" sul lato posteriore dell'analizzatore. Collegare l'altra estremità del cavo dati al modulo per solidi.
- ▶ Avviare il programma multiWin. Accendere i componenti del sistema di analisi. Inizializzare il sistema di analisi.
- ▶ Tramite il comando di menu **Configuration | Edit options**, aprire la schermata **Options**. Andare sulla scheda **Analyzer components**.
- ▶ Attivare l'opzione **External solids module**.
- ▶ Uscire dalla schermata con **[OK]**.



Fig. 50 Collegamenti sulla parete posteriore del modulo per solidi

- | | |
|---------------------------------------|---|
| 1 Interfaccia con l'analizzatore | 2 Collegamento alla rete |
| 3 Uscita del gas di misurazione "OUT" | 4 Ingresso dell'ossigeno "O ₂ " |
| 5 Collegamento della pompa "pump" | 6 Collegamento del gas di misurazione "analyte" |

5 Funzionamento

5.1 Indicazioni generali



AVVERTENZA

Pericolo di corrosione da acidi concentrati

Gli acidi concentrati sono altamente corrosivi e hanno in parte un effetto ossidante.

- Indossare occhiali e indumenti protettivi quando si maneggiano acidi concentrati. Lavorare sotto una cappa di estrazione.
 - Seguire tutte le indicazioni e le specifiche riportate nelle schede di sicurezza.
-
- Quando si analizzano campioni fortemente acidi e salini, nel recipiente di condensazione per il TIC si possono formare degli aerosol. La capacità della trappola per alogeni si esaurisce rapidamente. Inoltre, la trappola di condensazione si intasa. Entrambi i componenti devono poi essere cambiati frequentemente. Se possibile, diluire tali campioni prima della misurazione, ad es. 1:10.
 - Nel caso di un'eccessiva formazione di aerosol, l'analizzatore viene immediatamente protetto dalla trappola per aerosol incorporata (trappola di condensazione); l'alimentazione del gas trasportatore viene automaticamente interrotta. Inoltre, per proteggere l'analizzatore, scollegare il tubo dalla trappola di condensazione nella parte anteriore.
 - Per l'acidificazione dei campioni, utilizzare l'acido puro per analisi (HCl (2 mol/l)) e procedere alla preparazione con acido concentrato e acqua TOC.
 - Per la determinazione del TIC, utilizzare solo acido ortofosforico (H₃PO₄, 10 %), preparato con acido concentrato (p.a.) e acqua TOC.
 - Gli standard adatti sono soluzioni con le seguenti sostanze: biftalato di potassio, carbonato di sodio/bicarbonato di sodio, saccarosio.
 - Per la preparazione e la conservazione delle soluzioni, utilizzare solo recipienti di vetro puliti e privi di particelle (matraci, recipienti per campioni).
 - Quando si preparano e si conservano soluzioni con concentrazioni molto basse (<1 mg/l), si deve tenere presente che i componenti dell'aria del laboratorio (CO₂, vapori organici) fanno variare la loro concentrazione. Per contrastare questo fenomeno, sono indicate le seguenti misure indicate di seguito.
 - Mantenere il volume libero sopra i liquidi, il cosiddetto spazio di testa, il più piccolo possibile.
 - In modalità di funzionamento con campionatore, coprire i recipienti sul vassoio dei campioni con una pellicola. Questo è particolarmente importante nella modalità differenziale, perché i campioni rimangono più a lungo sul relativo vassoio.
 - Eliminare la fonte di provenienza dei vapori organici.
 - In alternativa: riempire lo spazio di testa sopra i campioni con gas inerte.

5.2 Accensione dell'analizzatore



NOTA

Pericolo di danneggiamento dell'apparecchio in caso di consumo della lana di rame

Danni causati da prodotti di combustione aggressivi ai componenti ottici ed elettronici dell'analizzatore in caso di consumo della lana di rame nella trappola per alogeni!

- Utilizzare l'apparecchio solo con una trappola per alogeni ben funzionante!
- Sostituire l'intero contenuto della trappola per alogeni se la metà della lana di rame o la lana di ottone si è scolorita!

Prima di accendere l'analizzatore, controllare quanto indicato di seguito.

- Il tubo per gli scarti è collegato a un contenitore degli scarti adatto o a uno scarico. È garantito un flusso libero. Il contenitore degli scarti ha una capacità sufficiente.
- L'alimentazione del gas è collegata secondo le norme e la pressione in ingresso è di 400 ... 600 kPa.
- C'è abbastanza acido fosforico nel flacone di reagente. Per ogni determinazione del TIC è necessario un volume di 0,5 ml di acido.
- La trappola per alogeni è collegata e riempita con lana di rame e ottone. La lana di rame e di ottone non si è consumata.
- Tutti i tubi sono collegati correttamente e risultano a posto.
- Tutti gli accessori opzionali (campionatore, moduli per solidi, ecc.) sono collegati.

Predisporre i campioni e accendere l'analizzatore nel modo indicato di seguito.

- ▶ Aprire la valvola del riduttore di pressione dell'alimentazione del gas.
- ▶ Accendere il PC.
- ▶ Accendere gli altri componenti opzionali.
- ▶ Accendere l'analizzatore con l'interruttore principale. Il LED di stato sullo sportello anteriore sinistro si accende di verde.
- ▶ Avviare il software di controllo e analisi sul PC. Effettuare il login con nome operatore e password.
- ▶ Rispondere alla query **Initialize analyzer?** con **[Yes]**.
 - ✓ Una volta effettuato il login, il software inizializza il sistema di analisi e interroga i componenti collegati. Il flusso del gas di misurazione raggiunge il suo setpoint (160 ml/min) dopo un tempo di circa 1 ... 2 min.
- ▶ Se l'analizzatore non è pronto per una misurazione dopo 30 min e uno o più componenti sono ancora visualizzati in rosso nella schermata **System state**:
 - Controllare la tenuta dei collegamenti dei tubi e procedere a una risoluzione dei problemi.
- ▶ Per le misurazioni del NPOC: impostare il flusso di espulsione del NPOC. Il flusso di espulsione del NPOC è preimpostato a 50 ... 160 ml/min. Il flusso di espulsione può essere aumentato o diminuito a seconda del compito di misurazione.
 - ✓ L'analizzatore è pronto per una misurazione.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Eliminazione delle anomalie [▶ 122]
- 📖 Impostazione del flusso di espulsione del NPOC [▶ 98]

5.3 Spegnimento dell'analizzatore

Passaggio alla modalità standby

Raccomandazione: Impostare l'analizzatore in modalità standby se ci sono pause di misurazione superiori a 30 minuti.

- ▶ Cliccate sul pulsante **[Exit]** nell'interfaccia software.
 - ✓ Si apre la schermata **Program End**.
- ▶ Lavaggio dell'analizzatore, nel caso di misurazioni senza un campionatore
 - Attivare l'accesa di controllo **Reverse Rinse Analyzer**. Prima del controlavaggio, posizionare la cannula di aspirazione del campione nel contenitore degli scarti.
- ▶ Lavaggio dell'analizzatore, nel caso di misurazioni con un campionatore AS vario, EPA Sampler
 - Attivare l'accesa di controllo **Reverse Rinse Analyzer**. Il contenuto del tubo di aspirazione del campione viene automaticamente risciacquato nel recipiente di lavaggio.
- ▶ Lavaggio dell'analizzatore, nel caso di misurazioni con un campionatore AS 10e, AS 21hp
 - Misurare un campione di acqua ultrapura alla fine della sequenza. (I campionatori non hanno un recipiente di lavaggio, che è necessario per il controlavaggio.)
 - Attivare l'accesa di controllo **Reverse Rinse Analyzer**.
- ▶ Attivare l'opzione **Stand-by Analyzer** e confermare con **[OK]**.
 - ✓ L'analizzatore rimane in modalità standby.

Quando il controlavaggio è attivato, il tubo di aspirazione del campione viene lavato con acqua ultrapura. Il flusso di gas viene disattivato e viene impostata la temperatura di standby.

Spegnimento prima di un non utilizzo prolungato

Raccomandazione: spegnere l'analizzatore prima di un non utilizzo prolungato (weekend, vacanze).

- ▶ Cliccate sul pulsante **[Exit]** nell'interfaccia software.
 - ✓ Si apre la schermata **Program End**.
- ▶ Lavaggio dell'analizzatore, nel caso di misurazioni senza un campionatore
 - Attivare l'accesa di controllo **Reverse Rinse Analyzer**. Prima del controlavaggio, posizionare la cannula di aspirazione del campione nel contenitore degli scarti.
- ▶ Lavaggio dell'analizzatore, nel caso di misurazioni con un campionatore AS vario, EPA Sampler
 - Attivare l'accesa di controllo **Reverse Rinse Analyzer**. Il contenuto del tubo di aspirazione del campione viene automaticamente risciacquato nel recipiente di lavaggio.
- ▶ Lavaggio dell'analizzatore, nel caso di misurazioni con un campionatore AS 10e, AS 21hp
 - Misurare un campione di acqua ultrapura alla fine della sequenza. (I campionatori non hanno un recipiente di lavaggio, che è necessario per il controlavaggio.)
 - Attivare l'accesa di controllo **Reverse Rinse Analyzer**.
- ▶ Attivare l'opzione **Switch off Analyzer** e confermare con **[OK]**.
 - ✓ L'analizzatore viene spento.

Quando il controlavaggio è attivato, il tubo di aspirazione del campione viene sottoposto a un controlavaggio con acqua ultrapura. Il recipiente di condensazione per il TIC viene scaricato. L'analizzatore si spegne. Il flusso di gas viene disattivato e il fornello si raffredda.

5.4 Esecuzione della calibrazione

5.4.1 Preparazione e avvio della calibrazione

Il software di controllo e analisi offre la possibilità di adattare individualmente l'analisi al compito di misurazione, selezionando il metodo. Una misurazione ottimale con il metodo associato richiede una determinata calibrazione per ogni parametro di analisi e ogni canale di misurazione. Tuttavia, non tutti i parametri devono necessariamente essere calibrati in un metodo.

Tre funzioni di calibrazione possono essere memorizzate in un metodo per ogni parametro.

Eseguire la calibrazione nel modo indicato di seguito.

- ▶ Nella schermata **System state**, selezionare il tipo di alimentazione del campione: **[manual]** o **[Sampler]**.
 - ✓ A questo punto ha luogo l'inizializzazione dell'analizzatore.
- ▶ attivare il comando di menu **Measurement | Calibration**.
- ▶ Nella query successiva, selezionare il metodo da calibrare o caricare una tabella di calibrazione già esistente.
- ▶ Seguire le ulteriori istruzioni del software.
 - ✓ Si apre la schermata **Calibration - Data of new calibration**.

multiWin® Demo-Version - Calibration - Data of new calibration

CalibrationTable Help

Calibration: **Cal_liquid-NPOC-TN_190313_1115**

Calibration settings

Method: liquid-NPOC-TN

Calibration parameters:

Type:

- ☒ Calibration with fixed sample volume
- ☐ Calibration with fixed concentration

Number of standards: 8

Analysis parameters:

- ☐ IC
- ☒ NPOC
- ☒ TN
- ☐ TOC(NPOC+)

Constant sample volume: 500 µl

Preparation blank:

- ☒ measure
- ☐ enter

No.	Rep.	c (NPOC) [mg/l]
2	1	0,000
3	1	0,000
4	1	0,000
5	1	10,000
6	1	20,000
7	1	30,000
8	1	40,000

Measurement

Fig. 51 Dati sulla nuova calibrazione

- ▶ Selezionare il tipo di calibrazione nel gruppo **Calibration Parameters**.
 - Eseguire preferibilmente calibrazioni multipunto con un **volume di campione costante** e concentrazioni variabili. Il volume impostato nel metodo viene immesso automaticamente nel campo di inserimento **constant sample volume**. Modificare l'impostazione predefinita solo se il volume di iniezione degli standard è diverso da quello impostato nel metodo.

- ▶ Per le calibrazioni con una **concentrazione costante**, immettere nel campo di inserimento la concentrazione dello standard.
- ▶ Immettere il numero di punti di calibrazione nel campo di inserimento **Number of standards**.
- ▶ Nell'area **Analysis parameters**, selezionare i parametri di analisi del metodo caricato, che sono da calibrare.
 - Per la calibrazione del parametro NPOC plus e concentrazioni più elevate di $c > 0,5$ mg/l, attivare i parametri IC e TC individualmente.
- ▶ Applicare la calibrazione per il parametro TOC/NPOC plus per il range di bassa concentrazione, per il quale basta una calibrazione a punto singolo.
- ▶ In **Sample introduction**, il software mostra il tipo di alimentazione del campione. L'indicazione è solo informativa e non può essere modificata in questa parte.
- ▶ Nel gruppo **Preparation blank**, selezionare come deve essere considerato il valore di bianco dell'acqua di preparazione degli standard.
 - Campo di selezione **Measure**
Il contenuto dell'acqua di preparazione viene misurato separatamente immediatamente prima della calibrazione. A tal proposito, preparare un recipiente con l'acqua di preparazione sul campionatore nella prima posizione.
Nel caso di un caricamento manuale del campione, il software chiede di predisporre l'acqua di preparazione.
 - Campo di selezione **Enter**
Inserire il contenuto dell'acqua di preparazione con un valore.
Specificare il valore di bianco standardizzato dell'acqua di preparazione **1 ml**. Se il valore di bianco dell'acqua di preparazione non viene preso in considerazione, immettere **"0"** nel campo di inserimento.
- ▶ Compilare la tabella di calibrazione per ogni parametro in base alle soluzioni standard predisposte.
- ▶ Nella colonna **Rep.**, il software inserisce automaticamente il numero di misurazioni ripetute impostato nel metodo. Se la selezione dei valori anomali è stata attivata nel metodo, verrà inserito il numero massimo di misurazioni ripetute.
Se necessario, modificare manualmente il numero di misurazioni ripetute per ogni standard.
- ▶ Se la tabella di calibrazione deve essere riutilizzata in seguito: salvare la tabella di calibrazione con i comandi di menu **CalibrationTable | Save CalibrationTable** o **Save CalibrationTable as**.
Le tabelle di calibrazione ricevono automaticamente l'estensione *.kaltab e sono memorizzate in ...\\Calibration\\Tables.
- ▶ Cliccare sul pulsante **Start measurement**. Seguire le ulteriori istruzioni del software.
 - ✓ A seconda del metodo selezionato e del tipo di caricamento del campione appaiono altre query. Nel caso di un caricamento del campione con un campionatore si apre la schermata **Current sample data**.

Pos.	Activation	State sample	Sample ID	Method	Dimension	Sample type	San
1			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz00	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Preparation blank	15C
2			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz01	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
3			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz02	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
4			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz03	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
5			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz04	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
6			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz05	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
7			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz06	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
8			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz07	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
9			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz08	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
10			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz09	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
11			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz10	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
12			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz11	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
13							
14							
15							
16							
17							
18							
19							
20							

Fig. 52 Dati attuali sui campioni

- ▶ Abilitare gli standard di calibrazione nella schermata **Current sample data**. Poi uscire dalla schermata con il pulsante [✓].
- ▶ Si apre la schermata **Measurement**. Cliccare sul pulsante [Start F2].
 - ✓ Il processo di calibrazione ha inizio.

5.4.2 Visualizzazione dei risultati di calibrazione

Dopo aver elaborato tutte le misurazioni di calibrazione, il software apre automaticamente il report di calibrazione nella schermata **Calibration - Calibration Settings**. Il report di calibrazione può essere modificato. Il report di calibrazione può essere aperto anche in seguito tramite il comando di menu **Data Evaluation | CalibrationReport | Selection CalibrationReport**.

La schermata **Calibration - Calibration Settings** presenta la scheda **Calibration data** e la scheda **Calibration results**.

La scheda **Calibration data** mostra le impostazioni per la calibrazione. È possibile inserire una nota tramite il pulsante [Comment]. Firmare la calibrazione con [Signature]. Nel software per il settore farmaceutico multiWin, solo le calibrazioni con lo stato di firma "authorized" possono essere abbinate a un metodo.

La scheda **Calibration results** presenta i risultati per ogni parametro calibrato.

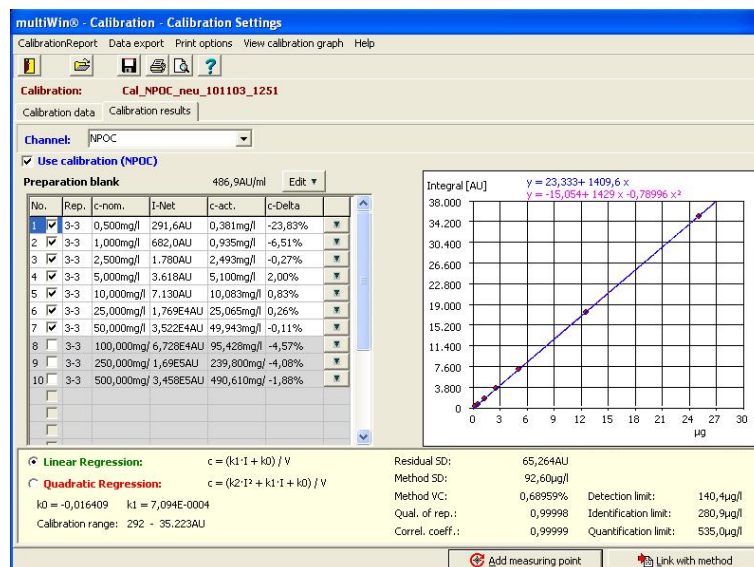


Fig. 53 Dati sulla calibrazione eseguita

Scheda Calibration results

Tabella dei risultati	Indicazione di: ■ numero di determinazioni ■ concentrazione nominale impiegata (con un volume di campione costante) o ■ volume di campione utilizzato (con una concentrazione costante) ■ valori medi degli integrali di superficie ■ valori medi delle concentrazioni calcolate ■ deviazione percentuale della concentrazione calcolata e di quella nominale
Linear Regression/Quadratic Regression	A seconda della metodologia scelta, il software calcola l'equazione di regressione e i dati caratteristici della procedura con i singoli valori o i valori medi degli integrali netti. Il software visualizza i coefficienti di calibrazione per il tipo di regressione selezionato.
Diagramma di calibrazione	Nel menu View calibration graph si può cambiare la visualizzazione del diagramma di calibrazione: ■ asse x – massa, asse y – integrale (determinazione dei coefficienti di calibrazione) ■ asse x – integrale, asse y – massa (determinazione dei dati caratteristici della procedura)
Dati caratteristici della procedura	Limite di rivelabilità/rilevamento e determinazione Il software calcola i dati caratteristici della procedura in base alla norma DIN 32645 (funzione di calibrazione) con un livello di significatività pari a P = 95 %. Il software rileva il limite di determinazione per un'incertezza relativa del risultato di 33,3 % (con un fattore k = 3).

5.4.3 Modifica della calibrazione

È possibile modificare una calibrazione.

- Selezione del tipo di regressione

Si può scegliere tra regressione lineare e quadratica. Il software visualizza i coefficienti di calibrazione e i dati caratteristici della procedura per il tipo di regressione selezionato.

- Disattivazione dei singoli punti di misurazione

Nel calcolo della regressione sono inclusi tutti i punti di misurazione attivati con un segno di spunta nella colonna **No.** nella tabella dei risultati. È possibile disattivare un punto di misurazione rimuovendo il rispettivo segno di spunta. Per questa operazione, cliccare nella colonna **No.**

Se si disattivano tutti i punti di misurazione, il software rimuove il segno di spunta per l'intero canale di calibrazione.

- Disattivazione di singoli valori di misura

È possibile visualizzare i singoli valori di misura cliccando sul pulsante alla fine di ogni riga. Si possono poi disattivare i singoli valori di misura rimuovendo il segno di spunta nella colonna **use**.

- Attivazione/disattivazione dei valori di misura per l'acqua di preparazione

È possibile osservare i singoli valori di misura determinati per l'acqua di preparazione, cliccando sul pulsante **[Edit]**. È quindi possibile attivare o disattivare i singoli valori di misura.

- Aggiunta di punti di misurazione

È possibile aggiungere ulteriori punti di misurazione a una calibrazione esistente. Eseguire una misurazione di calibrazione con lo stesso metodo. Al termine della misurazione, selezionare il report di calibrazione con il pulsante **[Add measuring point]**. Aggiungere alla calibrazione i nuovi punti di misurazione individualmente.

Il software ricalcola i coefficienti di calibrazione, i dati caratteristici della procedura e il grafico di regressione dopo ogni modifica.

5.4.4 Abbinamento della calibrazione al metodo

Abbinare i parametri di calibrazione a un metodo nel modo indicato di seguito.

- ▶ Selezionare l'intervallo di calibrazione per i rispettivi parametri (ad es. NPOC).
A un metodo si possono abbinare fino a tre **intervalli di calibrazione lineari** per ogni parametro. Gli intervalli devono confluire fra di loro e non ci devono essere dei vuoti. Nel caso delle **funzioni di calibrazione quadratiche** si può abbinare al metodo solo un intervallo di calibrazione.
- ▶ Per ogni intervallo di calibrazione e parametro di analisi da abbinare a un metodo, attivare il campo **Use calibration** con un segno di spunta.
Non tutti i parametri calibrati devono essere ripresi nel metodo.
- ▶ Cliccare sul pulsante **[Link with method]**.
- ▶ Rispondere alla seguente query: **Link with the calibration method?**
 - **[Yes]** (caso normale). Il software abbina la calibrazione al metodo calibrato.
 - **[No]**. Il software abbina la calibrazione a qualsiasi metodo scelto. Il software non controlla se i parametri del metodo di calibrazione corrispondono al metodo selezionato.
- ✓ Si apre la schermata **Link with method: (...)**.

La schermata mostra i coefficienti di calibrazione finora attuali (colonna di destra) e i coefficienti di calibrazione appena determinati (colonna di sinistra). È possibile cambiare la visualizzazione dei parametri (ad es. IC/NPOC).

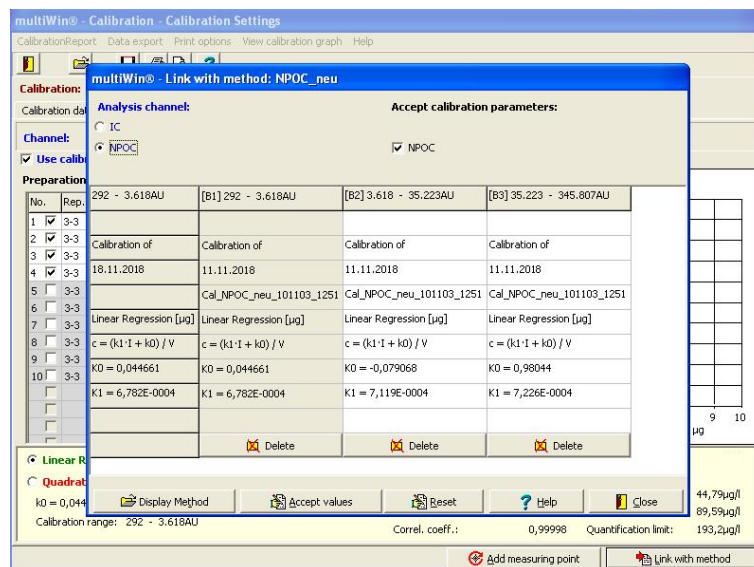


Fig. 54 Abbinamento di una calibrazione a un metodo (3 intervalli di calibrazione)

L'applicazione degli intervalli di calibrazione dipende dagli intervalli di calibrazione già memorizzati nel metodo e dal nuovo intervallo di calibrazione.

Mancanza di un intervallo di calibrazione	Accettare i dati di calibrazione attuali con il pulsante [Accept values]. Gli stessi coefficienti di calibrazione appaiono nelle colonne di sinistra e di destra.
Disponibilità di uno o due intervalli di calibrazione	Ampliare gli intervalli di calibrazione esistenti. - Accettare i nuovi dati di calibrazione con il pulsante [Accept values]. Il software provvede a collocare il nuovo intervallo in quelli esistenti. - Controllare se gli intervalli sono ben abbinati senza dei vuoti. Sostituire gli intervalli di calibrazione esistenti. - Cancellare l'intervallo di calibrazione. - Accettare i dati di calibrazione attuali con [Accept values].
Disponibilità di tre intervalli di calibrazione	In un metodo sono possibili massimo tre intervalli di calibrazione per ogni parametro. Se esistono già tre intervalli di calibrazione, si può solo sostituirli. - Cancellare l'intervallo desiderato nella colonna di destra con il pulsante [Delete]. - Accettare i dati di calibrazione attuali con [Accept values]. - Controllare se gli intervalli sono ben abbinati senza dei vuoti.

In generale vale quanto indicato di seguito.

- Dopo aver cliccato su **[Accept values]**, il software assegna automaticamente gli intervalli di calibrazione.
- Cliccando su **[Delete]**, si fa una preselezione di quale intervallo deve essere sostituito.
- Per abbinamento senza dei vuoti si intende che l'area più grande di un intervallo di calibrazione corrisponde all'area più piccola di quello successivo.
- Il software riprende i parametri di calibrazione per tutte le analisi successive che si eseguono con il metodo dato.

5.4.5 Gestione dei dati di calibrazione

- Stampa dei dati di calibrazione
- ▶ Nella schermata **Calibration - Calibration Settings**, attivare l'opzione **Use calibration**.
 - ▶ Impostare il volume di stampa nel menu **Print options**:
 - stampare il diagramma di calibrazione e/o
 - stampare i singoli integrali per ogni canale calibrato.
 - ▶ Avviare la stampa con il comando di menu **CalibrationReport | Print**.
- Esportazione dei dati di calibrazione
- I dati di calibrazione possono essere esportati tramite il menu **Data export** nella schermata **Calibration - Calibration Settings**. Per l'esportazione dei dati di calibrazione sono disponibili le opzioni indicate di seguito.
- Report di calibrazione in un file di esportazione
Il report di calibrazione (con estensione *.ajc) viene salvato nella directory di esportazione ...\\Calibration.
 - Esportazione in un file CSV (con estensione *.csv)
Il file CSV è memorizzato nella directory predefinita (di default, ...\\multiWin\\CSV).
La directory viene selezionata nella schermata **Options**, scheda **Files and Directories**. Aprire la schermata tramite il comando di menu **Configuration | Edit options**.
 - Esportazione nella memoria temporanea ("Appunti")
- Riapertura del report di calibrazione
- ▶ Nella schermata principale, attivare il comando di menu **Data Evaluation | CalibrationReport**.
 - ▶ Nella schermata **Selection CalibrationReport**, selezionare il report di calibrazione. Se necessario: impostare il filtro nella schermata **Selection CalibrationReport**. Altrimenti, ordinare i record di dati cliccando in una riga di intestazione.
 - ▶ Selezionare il report di calibrazione e cliccare sul pulsante **[OK]**.
✓ Viene visualizzato il report di calibrazione.

5.5 Esecuzione di una misurazione

Nota: Nel software per il settore farmaceutico multiWin, per la misurazione si possono applicare solo i metodi con lo stato di firma **authorized**.

5.5.1 Misurazione con caricamento manuale del campione

- ▶ Introdurre nel campione la cannula di aspirazione del campione e la cannula di espulsione per le misurazioni del NPOC.
- ▶ Creare un nuovo metodo con il comando di menu **Method | New**.
- ▶ In alternativa: caricare un metodo esistente. Tramite il comando di menu **Method | Load**, aprire la schermata **Method selection**. Selezionare il metodo desiderato. Confermare la selezione cliccando su **[OK]**.
- ▶ Nella schermata **System state**, selezionare il caricamento manuale del campione cliccando su **[manual]**.
✓ Il software inizializza l'analizzatore.
- ▶ Nella schermata **System state**, controllare le seguenti indicazioni:
 - banco ottico

- rivelatore di azoto
- flusso di gas
- temperatura
- ▶ Quando un'indicazione è segnata in rosso: procedere a una risoluzione dei problemi.
- ▶ Avviare la misurazione. Cliccare su **Start measurement**. In alternativa: attivare il comando di menu **Measurement | Measurement start**.
 - ✓ Si apre la schermata **Measurement start**.
- ▶ Inserire l'ID campione e, se lo si desidera, un nome per la tabella delle analisi. Se necessario, inserire la diluizione, il tipo di campione, l'apparecchio e un commento.
- ▶ Aprire con **[Start]** la schermata **Measurement**.
- ▶ Avviare la misurazione cliccando su **[Start F2]**. Seguire le istruzioni del software.
- ▶ Al termine della misurazione, i risultati appaiono nel report di analisi o nella tabella delle analisi selezionata.

Nella schermata **Options**, nella scheda **FreeStrings**, è possibile definire ulteriori campi per l'inserimento di informazioni sui campioni per le misurazioni manuali, come ad es. le informazioni sul campionamento.

I nuovi campi sono visualizzati nella schermata **Measurement start**, nella scheda **FreeStrings**. È possibile riempire i campi con le informazioni sui campioni.

Vedere a riguardo anche

📖 Eliminazione delle anomalie [▶ 122]

5.5.2 Misurazione con un campionatore



NOTA

Pericolo di danni all'apparecchio

Se il campionatore non è regolato oppure lo è non correttamente, lo strumento di caricamento del campione può colpire una superficie dura durante il funzionamento. Questo può distruggere lo strumento di caricamento del campione e l'azionamento.

- Regolare il campionatore prima della prima operazione e dopo ogni modifica, nonché dopo il trasporto e la conservazione.

- ▶ Creare un nuovo metodo con il comando di menu **Method | New**.
- ▶ In alternativa: caricare un metodo esistente. Tramite il comando di menu **Method | Load**, aprire la schermata **Method selection**. Selezionare il metodo desiderato. Confermare la selezione cliccando su **[OK]**.
- ▶ Nella schermata **System state**, selezionare il caricamento automatico del campione cliccando su **[Sampler]**.
 - ✓ Il software inizializza l'analizzatore.
- ▶ Nella schermata **System state**, controllare le seguenti indicazioni:
 - banco ottico
 - rivelatore di azoto
 - flusso di gas
 - temperatura
- ▶ Quando un'indicazione è segnata in rosso: Procedere a una risoluzione dei problemi.

- ▶ Riempire le fiale con il liquido del campione. Collocare le fiale sul vassoio dei campioni.
- ▶ Per le misurazioni del NPOC con AS vario: il campionatore può acidificare automaticamente i campioni. Per questa operazione, riempire il recipiente dell'acido con HCl (2 mol/l). Collocare il recipiente dell'acido nella posizione dell'acido del vassoio dei campioni:
 - posizione 28 sul vassoio dei campioni 47
 - posizione 42 sul vassoio dei campioni 52
 - posizione 55 sul vassoio dei campioni 72
 - posizione 85 sul vassoio dei campioni 100
 - posizione 131 sul vassoio dei campioni 146
 - Il campionatore non può acidificare e diluire automaticamente i campioni allo stesso tempo. Per l'acidificazione automatica: in **Options | Process control**, disattivare la voce di menu **Use dilution algorithm**.
Se l'algoritmo di diluizione è attivato, acidificare i campioni manualmente.
- ▶ Per le misurazioni del NPOC con il campionatore EPA: collocare il recipiente dell'acido nella posizione 54 sul vassoio dei campioni.
- ▶ Per le misurazioni del NPOC con il campionatore POC: collocare il recipiente dell'acido nella posizione 51 sul vassoio dei campioni.
- ▶ Avviare la misurazione. Cliccare su **Start measurement**. In alternativa: attivare il comando di menu **Measurement | Measurement start**.
 - ✓ Si apre la schermata **Measurement start**.
- ▶ Inserire un nome per una nuova tabella delle analisi nella schermata **Measurement start**. In alternativa: selezionare una tabella delle analisi esistente con **[Edit]**.
- ▶ Aprire con **[Start]** la schermata **Current sample data**.
- ▶ Aprire e ampliare una tabella rack esistente.
Altrimenti: nella nuova tabella rack, inserire l'ID campione nella colonna **Sample ID**. Controllare quanto è occupato il vassoio dei campioni. Se richiesto, inserire la diluizione, il tipo di campione, l'apparecchio ed eventuali commenti.
- ▶ Abilitare con **[>]** tutti i campioni oppure ogni campione individualmente.
- ▶ Confermare quanto inserito con **[✓]**.
 - ✓ La tabella rack viene chiusa. Segue una query per stabilire se la tabella rack debba essere salvata.
- ▶ Se la tabella rack deve essere riutilizzata in seguito: rispondere con **[Yes]**. Nella schermata standard di salvataggio dei file, salvare la tabella rack.
- ▶ Nella schermata **Measurement**, avviare la misurazione con **[Start F2]**. Seguire le istruzioni del software.
 - ✓ Al termine della misurazione, la tabella delle analisi mostra i risultati della misurazione.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Eliminazione delle anomalie [▶ 122]

5.6 Diluizione

L'analizzatore può diluire automaticamente i campioni sul campionatore. Questo richiede un campionatore speciale con un particolare vassoio per campioni: campionatore AS vario, vassoio 47.

In caso di retrofit, con la consegna dell'unità di diluizione viene fornito anche un KeyCode. Dopo ogni modifica o ampliamento del sistema di analisi è necessaria una nuova abilitazione con il KeyCode.

- ▶ Nel software, effettuare il login come amministratore.
- ▶ Attivare il comando di menu **Configuration | KeyCode**.
 - ✓ Il software si chiude automaticamente.
- ▶ Al riavvio del programma: inserire il KeyCode nell'apposita query.
 - ✓ L'analizzatore è abilitato alla diluizione automatica.

5.6.1 Diluizione automatica per il TC

Impiegare la diluizione automatica se si vuole esaminare campioni con un contenuto di TC molto alto o in una matrice sconosciuta molto contaminata.

La diluizione automatica presenta i vantaggi indicati di seguito.

- Non sollecitare inutilmente il reattore con contenuti elevati di sali inorganici e acidi. Così facendo, si aumenta la sua durata utile.
- In questo modo si risparmia tempo di lavoro prezioso grazie all'automazione.
- Non è necessario eseguire una calibrazione extra per il range di alta concentrazione.

Impiegare la diluizione automatica nel modo indicato di seguito.

- ▶ Posizionare lo speciale vassoio per campioni di diluizione (47) e installare il porta-cannule corrispondente sul campionatore.
- ▶ Tramite il comando di menu **Configuration | Edit options**, aprire la schermata **Options**, scheda **Analyzer components**.
- ▶ Nel gruppo **Sampler**, selezionare la grandezza del vassoio 47.
- ▶ Abilitare la diluizione nella scheda **Process control**. Per questa operazione, attivate il campo **Use dilution algorithm** con un segno di spunta.
- ▶ Attivare l'opzione **Automatic dilution**.
- ▶ Caricare il vassoio dei campioni con fiale vuote (50 ml).
- ▶ Mettere i campioni da diluire nelle fiale (12 ml). Caricare il vassoio con i campioni.
- ▶ Mettere i campioni da diluire nelle fiale (50 ml).
- ▶ Versare acqua ultrapura nel relativo flacone.
- ▶ Tramite il comando di menu **Instrument | Sampler Alignment**, aprire l'omonima schermata.
- ▶ Regolare la cannula di aspirazione del campione sul vassoio dei campioni.
- ▶ Attivare il campo **Dluent position**. Regolare la posizione 1 in una fiala grande (50 ml).
- ▶ Controllare la posizione 1 in una fiala piccola (12 ml).

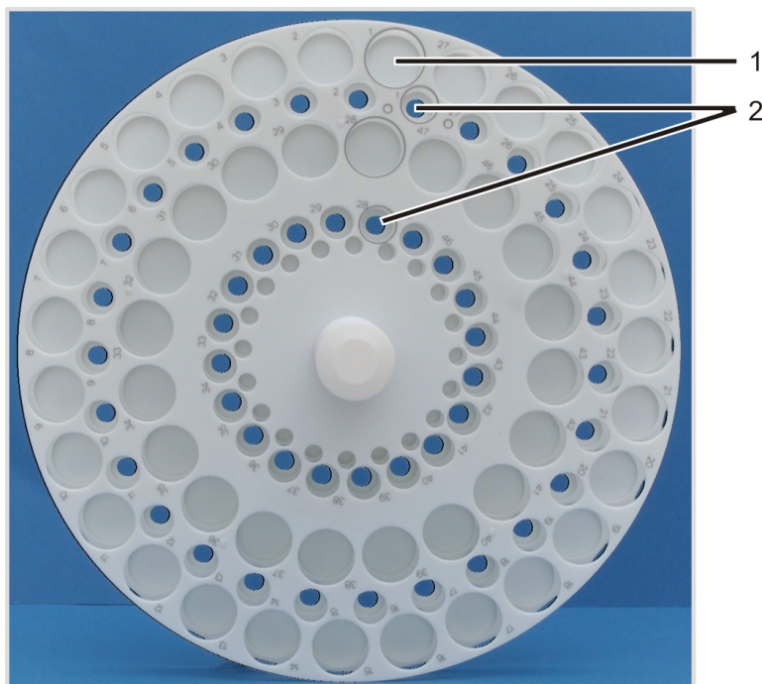


Fig. 55 Vassoio per la diluizione

1 Posizione 1 ... 47 per i recipienti (50 ml) 2 Posizione 1 ... 47 per i recipienti (12 ml)

- ▶ Se necessario, attivare il comando di menu **Measurement | Preparation blank**. Determinare il valore di bianco dell'acqua di diluizione.
 - ✓ La procedura viene definita internamente. L'acqua per la determinazione del valore di bianco viene presa dal flacone di acqua ultrapura.
- ▶ Ricreare la tabella rack. Altrimenti: Caricare una tabella rack esistente.
- ▶ Selezionare il rapporto di diluizione desiderato nel campo **Dilution**. Sono possibili le seguenti diluizioni: **1 in 5, 1 in 10, 1 in 25, 1 in 50, 1 in 100**.
- ▶ Avviare la misurazione.

Per la diluizione automatica, osservare quanto indicato di seguito.

- Il campionatore diluisce i campioni originali nel rapporto di diluizione selezionato nelle fiale predisposte (50 ml).
- Quando si lavora in modalità NPOC, il campionatore diluisce i campioni di un'intera serie e poi li analizza. Il campionatore espelle i campioni diluiti.
- Se l'algoritmo di diluizione è attivato, l'opzione per acidificare automaticamente un campione è disattivata nel software. Nel caso dei metodi NPOC è quindi necessario acidificare manualmente i campioni originali. In alternativa, si può pipettare l'acido nelle fiale grandi nelle quali il campionatore diluisce i campioni.

In entrambi i casi, controllare che il valore di pH dei campioni sia <2 . Solo allora il campionatore può rimuovere completamente i composti di carbonio inorganici (TIC) nella fase di espulsione.

- Il numero di determinazioni multiple possibili dipende dal metodo scelto, dal volume di iniezione e dal numero di cicli di lavaggio. Deve essere possibile almeno una determinazione tripla.

Il software visualizza un messaggio di errore se il volume del campione diluito non è sufficiente. Poi modificare le impostazioni del metodo.

- La concentrazione del campione primario è indicata nel report di analisi. Tuttavia, il report di analisi mostra gli integrali di superficie misurati per il campione diluito.

Vedere a riguardo anche

📄 Regolazione del campionatore AS vario [► 91]

5.6.2 Diluizione smart per il TN

Diluire i campioni altamente concentrati per la determinazione dell'azoto in modo da migliorare il tasso di recupero.

In modalità di diluizione, l'analizzatore diluisce automaticamente i campioni con un contenuto di $TN_b > 12$ mg/l. La diluizione smart è particolarmente interessante per campioni di concentrazione sconosciuta o campioni in una matrice sconosciuta.

Nel caso della diluizione smart, l'analizzatore misura il campione originale. Dopo la prima determinazione, l'analizzatore considera il contenuto di TN_b per decidere se diluire automaticamente il campione o continuare con le misurazioni ripetute.

Per la diluizione smart si applicano i seguenti valori di soglia:

- da circa $TN_b > 12$ mg/l: diluizione automatica 1 in 10
- da circa $TN_b > 120$ mg/l: diluizione automatica 1 in 20

Il valore di soglia esatto dipende da:

- matrice del campione
- tipo di composti dell'azoto
- volume campione
- condizione di invecchiamento del tubo di combustione

Per lavorare in modalità diluizione, calibrare il metodo fino a $TN_b = 15$ mg/l. Valutare la qualità della funzione di calibrazione in base al coefficiente di regressione. Assicurarsi inoltre che le concentrazioni effettive si discostino al massimo del 5 % da quelle nominali su tutto l'intervallo di calibrazione. Questo è l'unico modo per ottenere dei risultati esatti.

Utilizzare la diluizione smart nel modo indicato di seguito.

- ▶ Posizionare lo speciale vassoio per campioni di diluizione (47) e installare il portacannule corrispondente sul campionatore.
- ▶ Tramite il comando di menu **Configuration | Edit options**, aprire la schermata **Options**, scheda **Analyzer components**.
- ▶ Nel gruppo **Sampler**, selezionare la grandezza del vassoio 47.
- ▶ Abilitare la diluizione nella scheda **Process control**. Per questa operazione, attivate il campo **Use dilution algorithm** con un segno di spunta.
- ▶ Selezionare l'opzione **Intelligent dilution**.
- ▶ Mettere i campioni nelle fiale (50 ml). Caricare il vassoio dei campioni con le fiale.
- ▶ Posizionare le fiale vuote (12 ml) sul vassoio dei campioni.
- ▶ Versare acqua ultrapura nel relativo flacone.
- ▶ Tramite il comando di menu **Instrument | Sampler Alignment**, aprire l'omonima schermata.
- ▶ Regolare la cannula di aspirazione del campione sul vassoio dei campioni.
- ▶ Attivare il campo **Dluent position**. Regolare la posizione 1 in una fiala grande (50 ml).
- ▶ Controllare la posizione 1 in una fiala piccola (12 ml).

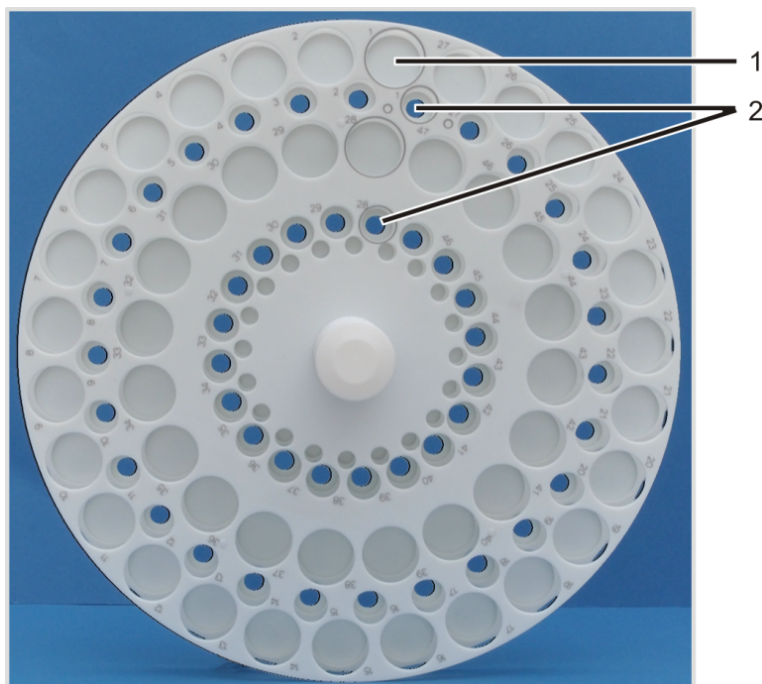


Fig. 56 Vassoio per la diluizione

1 Posizione 1 ... 47 per i recipienti (50 ml) 2 Posizione 1 ... 47 per i recipienti (12 ml)

- ▶ Se necessario, attivare il comando di menu **Measurement | Preparation blank**. Determinare il valore di bianco dell'acqua di diluizione.
 - ✓ La procedura viene definita internamente. L'acqua per la determinazione del valore di bianco viene presa dal flacone di acqua ultrapura.
- ▶ Ricreare la tabella rack. Altrimenti: Caricare una tabella rack esistente.
- ▶ Le diluizioni inserite nella tabella rack non si riferiscono alla diluizione smart e non hanno alcuna influenza su di essa.
Se si vuole diluire i campioni, indipendentemente dalla diluizione smart: diluire i campioni manualmente prima della misurazione. Inserire il rapporto di diluizione nella colonna **Dilution** della tabella rack. Il software calcola poi automaticamente la concentrazione dei campioni non diluiti.
- ▶ Avviare la misurazione.

Per la diluizione smart, osservare quanto indicato di seguito.

- Il numero di determinazioni multiple possibili dipende dal metodo scelto, dal volume di iniezione e dal numero di cicli di lavaggio. Deve essere possibile almeno una determinazione tripla.

Il software visualizza un messaggio di errore se il volume del campione diluito non è sufficiente. Poi modificare le impostazioni del metodo.

- La concentrazione del campione primario è indicata nel report di analisi. Tuttavia, il report di analisi mostra gli integrali di superficie misurati per il campione diluito.
- Quando l'analizzatore procede alla diluizione smart di un campione, per il campione diluito viene aggiunta un'appendice all'ID campione originariamente assegnato:
 - `_iV_1_10` per le diluizioni 1 in 10
 - `_iV_1_20` per le diluizioni 1 in 20

Il campione diluito appare nella tabella delle analisi immediatamente dopo il campione originale.

- La diluizione smart è intesa solo per la determinazione del TN_b e non per la determinazione del TC. La diluizione smart viene attivata solo dai valori di soglia per il TN. Anche se nel metodo è stata selezionata la determinazione del carbonio, se i valori

di soglia vengono superati, l'analizzatore determina il contenuto di carbonio (TC) solo una volta con il campione originale. Il TC viene poi determinato con i campioni diluiti.

- I campioni diluiti non vengono espulsi. Per la determinazione esatta del TC o del TOC, eseguire un'analisi separata senza diluizione o con diluizione automatica (TC).
- Non determinare il TOC in modalità differenziale contemporaneamente alla diluizione smart. Il volume del campione nelle fiale piccole (12 ml) non è sufficiente per una determinazione tripla in modalità differenziale.

Vedere a riguardo anche

-  Regolazione del campionatore AS vario [► 91]

6 Manutenzione e cura

L'utilizzatore non deve provvedere alla cura o alla manutenzione dell'apparecchio e dei suoi componenti in modo diverso da quanto qui indicato.

Per tutti i lavori di manutenzione, attenersi alle indicazioni contenute nel paragrafo "Indicazioni di sicurezza". L'osservanza delle indicazioni di sicurezza è un prerequisito fondamentale per un funzionamento senza anomalie. Attenersi sempre a tutte le avvertenze e alle indicazioni riportate sull'apparecchio stesso o visualizzate dal software di controllo.

Per garantire un funzionamento corretto e sicuro, Analytik Jena accomanda una verifica e una manutenzione annuali da parte del servizio di assistenza clienti.

6.1 Panoramica della manutenzione

Analizzatore

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
Ogni settimana	■ Pulire e mantenere a posto l'apparecchio. ■ Pulire il flacone di reagente e la vaschetta di raccolta. ■ Controllare il serraggio delle viti di fissaggio.
Ogni 12 mesi	■ Sostituire la batteria del rivelatore elettrochimico di NO (ChD, opzionale) nella parte laterale destra dell'analizzatore.

Sistema di caricamento dei campioni e campionatore

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
Ogni trimestre	■ Controllare che la pompa a siringa non abbia perdite.
Ogni 12 mesi	■ Pulire la siringa dosatrice (anche prima, se necessario).
Al bisogno	■ Al primo avvio, cambio del vassoio dei campioni o rimessa in funzione dopo il trasporto e la conservazione: regolare il campionatore.

Sistema di tubi flessibili

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
Ogni giorno	■ Controllare l'indicatore di flusso del gas nella finestra di dialogo System state.
Ogni settimana	■ Controllare la tenuta dei collegamenti dei tubi.
Ogni trimestre	■ Controllare la tenuta della pompa del condensato e dell'acido fosforico.
Ogni 12 mesi	■ Sostituire il tubo flessibile della pompa.

sistema di combustione

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
Ogni 12 mesi	■ Sostituire il tubo di combustione (anche prima, se necessario). ■ Per la sostituzione del tubo di combustione: sostituire il catalizzatore.
All'occorrenza	■ Al più tardi dopo il messaggio del software: controllare l'efficienza del catalizzatore e sostituirlo. ■ Quando si cambia il catalizzatore: controllare che il tubo di combustione non sia danneggiato e pulirlo.

Sistema di essiccazione e purificazione del gas di misurazione

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
Ogni giorno	■ Controllare il contenuto della trappola per alogeni. ■ Se la metà della lana di rame o la lana di ottone si è scolorita, sostituire il contenuto.
Ogni trimestre	■ Controllare che il recipiente di condensazione per il TIC e la serpentina di condensazione non siano fessurati o danneggiati.
Ogni 6 mesi	■ Sostituire le trappole di condensazione sul lato anteriore e sulla box del gas.
Ogni 12 mesi	■ Pulire il recipiente di condensazione per il TIC e la serpentina di condensazione (anche prima, se necessario).

Modulo per il POC

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
Ogni mese, anche prima, se necessario	■ Controllare il funzionamento dell'assorbitore. ■ Controllare la tenuta del modulo. ■ Sostituire il setto sull'attacco POC.
All'occorrenza	■ Se il materiale dell'assorbitore ha una consistenza grumosa, sostituire l'assorbitore.

Rivelatore a chemiluminescenza (CLD)

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
Ogni 12 mesi	■ Sostituire la cartuccia adsorbente.

6.2 Regolazione e impostazione

6.2.1 Indicazioni generali sulla regolazione del campionatore

Durante la regolazione vengono sistemate le cannule che portano al vassoio dei campioni, in modo che siano immerse in modo ottimale nelle provette e/o nei recipienti di lavaggio.

È necessario regolare il campionatore:

- prima del primo avvio

- dopo ogni cambio del vassoio dei campioni
- sulla rimessa in funzione dopo il trasporto o la conservazione

La regolazione dei campionatori AS 10e e AS 21hp è descritta nell'installazione e nella messa in funzione.

Vedere a riguardo anche

📄 Sistemazione e messa in funzione del campionatore [▶ 47]

6.2.2 Regolazione del campionatore AS vario



NOTA

Pericolo di una piegatura

Le cannule possono piegarsi durante la regolazione.

- Prima della regolazione, allentare i raccordi filettati sulle cannule.

- ▶ Avviare il software. Attendere l'inizializzazione dell'apparecchio.
- ▶ Tramite il comando di menu **Instrument | Sampler Alignment**, aprire l'omonima schermata.
- ▶ Nel gruppo **Please select position needing adjustment**, selezionare la voce **needle** nella casella di riepilogo.
 - ✓ Il braccio del campionatore si sposta sui punti di regolazione sul vassoio dei campioni.

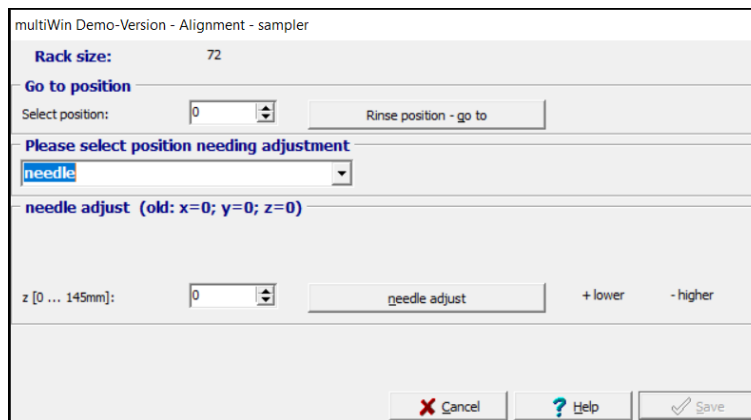


Fig. 57 Regolazione del campionatore

- ▶ Aumentare o diminuire i valori z finché le cannule non si trovano a circa 2 cm al di sopra dei punti di regolazione. Cliccare sul pulsante **[needle adjust]**.
- ▶ Allineare le cannule ai due punti di regolazione, piegandole con attenzione.



Fig. 58 Punti di regolazione sul vassoio dei campioni

- ▶ Regolare la profondità di immersione della cannula di aspirazione del campione nel recipiente di lavaggio e in una provetta nella posizione 1 del vassoio dei campioni.
- ▶ Per questa operazione, selezionare la voce **Rinse position** o la voce **Position 1** nella casella di riepilogo del gruppo **Please select position needing adjustment**.
- ▶ Per regolare la posizione 1, mettere la fiala del campione con un'ancoretta magnetica sul vassoio dei campioni.
- ▶ Per regolare la posizione di lavaggio o la posizione 1, aumentare o diminuire i valori z.
- ▶ Sistemare le cannule nella posizione di lavaggio in modo che siano immerse almeno 1 cm nel recipiente di lavaggio.
- ▶ Nel caso del campionatore AS vario ER: impostare il valore z massimo di 145 mm nella posizione di lavaggio. Quindi le cannule si immergono sufficientemente in profondità nel recipiente di lavaggio durante il lavaggio.
- ▶ Regolare l'altezza delle cannule in posizione 1 in modo che l'ancoretta possa ruotare senza difficoltà (circa 5 mm di distanza).
- ▶ Dopo ogni modifica, cliccare sul pulsante **[Rinse position adjust]** o **[Position 1 adjust]**.
 - ✓ Il campionatore si sposta nella nuova posizione.
- ▶ Ripetere i passaggi indicati fino a quando la posizione della cannula è ottimale.
- ▶ Cliccare sul pulsante **[Save]** per accettare i valori di regolazione.
- ▶ Aprire di nuovo la schermata **Sampler Alignment**. Per controllare, passare alla posizione di lavaggio e alla posizione 1 usando i pulsanti.
 - ✓ Il campionatore è regolato.

Regolazione del campionatore per l'acidificazione automatica

Il campionatore può acidificare automaticamente i campioni per le misurazioni del NPOC. La profondità di immersione della cannula nella fiala dipende dalla regolazione in direzione z nella posizione 1.

- ▶ Regolare la cannula in posizione 1.
- ▶ Controllare i valori di regolazione facendo una misurazione di prova.
- ▶ Assicurarsi che durante l'acidificazione la cannula buchi il tappo del campione, ma non finisca nel liquido del campione.

6.2.3 Regolazione di EPA Sampler



NOTA

Pericolo di una piegatura

Le cannule possono piegarsi durante la regolazione.

- Prima della regolazione, allentare i raccordi filettati sulle cannule.

Bloccare entrambe le cannule nel supporto così in alto da fare in modo che le rispettive punte non si immergano nei recipienti (posizione di base).

Durante la regolazione, la cannula di aspirazione del campione deve essere regolata sulla posizione di risciacquo e sulla posizione 1 del campione sul vassoio dei campioni. L'allineamento avviene aumentando o diminuendo i valori x, y e z.

Per le provette con tappo con setto sono necessarie speciali cannule di aspirazione e soffiaggio del campione, aventi anche una funzione di perforazione: aghi di perforazione con fessura di aerazione.

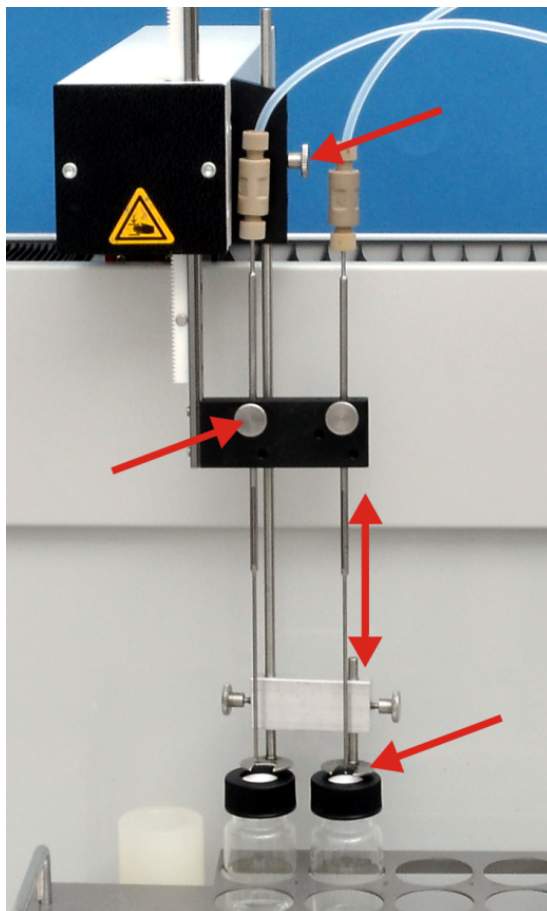


Fig. 59 Installazione delle cannule (in questa immagine: 2 cannule per la modalità di espulsione in parallelo)

- ▶ Installare il dispositivo di fissaggio e le cannule di aspirazione dei campioni nel porta-cannule. Allentare le viti di bloccaggio delle cannule prima della regolazione. Bloccare le cannule nel supporto in modo che la rispettiva punta non si immerga nella provetta.
- ▶ Tramite il comando di menu **Instrument | Sampler Alignment**, aprire l'omonima schermata.
- ▶ Regolare la profondità di immersione della cannula di aspirazione del campione nel recipiente di lavaggio e in una provetta nella posizione 1 del vassoio dei campioni.
- ▶ Per questa operazione, selezionare la voce **Rinse position** o la voce **Position 1** nella casella di riepilogo del gruppo **Please select position needing adjustment**.

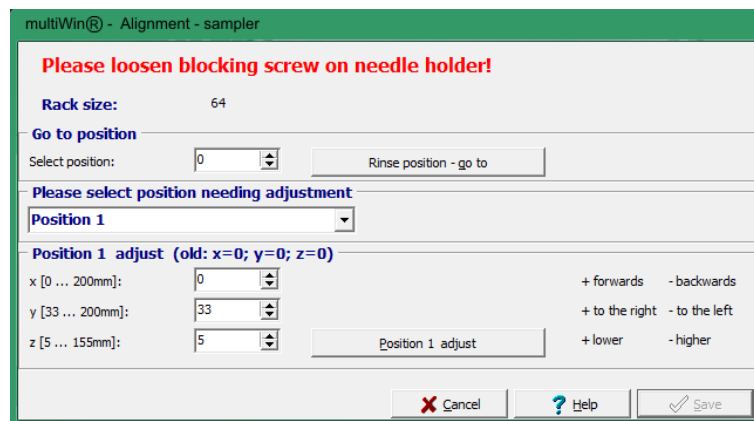


Fig. 60 Regolazione del campionatore

- ▶ Per allineare la posizione di lavaggio o la posizione 1, aumentare o diminuire i valori x, y e z:
 - direzione x: movimento in avanti o indietro
 - direzione y: movimento a destra o a sinistra
 - direzione z: movimento verso l'alto o verso il basso



Fig. 61 Regolazione della posizione 1

- ▶ Regolare la posizione 1: rimuovere la fiala per regolare la posizione x e y. Spostarsi in posizione. Sistemare l'ancoretta magnetica sul vassoio dei campioni in tale posizione. Se la cannula è al centro della posizione, significa che è regolata correttamente.
 - Per garantire un funzionamento corretto, il valore y non deve essere inferiore a 33 mm.
- ▶ Per regolare la posizione z, inserire la fiala del campione con tappo a vite e tappo con setto, ad es. una fiala EPA, nel vassoio dei campioni.

- ▶ Regolare la cannula speciale in direzione z in modo che circa 2 cm della fessura di aerazione siano visibili al di sopra del setto.
La fessura di aerazione ci deve essere sopra e sotto il setto. In caso contrario non è possibile una compensazione della pressione all'interno della fiala.
- ▶ Regolare la posizione di lavaggio: regolare le posizioni x e y in modo che la cannula sia al centro del recipiente di lavaggio.
- ▶ Regolare la cannula speciale in direzione z in modo che la fessura di aerazione sia visibile sul bordo superiore del recipiente di lavaggio.
- ▶ Dopo ogni modifica, cliccare sul pulsante **[Rinse position adjust]** o **[Position 1 adjust]**.
 - ✓ Il campionatore si sposta nella nuova posizione.
- ▶ Ripetere i passaggi indicati fino a quando la posizione della cannula è ottimale.
- ▶ Cliccare sul pulsante **[Save]** per accettare i valori di regolazione.
- ▶ Aprire di nuovo la schermata **Sampler Alignment**. Per controllare, passare alla posizione di lavaggio e alla posizione 1 usando i pulsanti.
 - ✓ Il campionatore è regolato.

Regolazione del campionatore per l'acidificazione automatica

Il campionatore può acidificare automaticamente i campioni per le misurazioni del NPOC. La profondità di immersione della cannula nella fiala dipende dalla regolazione in direzione z nella posizione 1.

- ▶ Regolare la cannula in posizione 1.
- ▶ Controllare i valori di regolazione facendo una misurazione di prova.
- ▶ Assicurarsi che durante l'acidificazione la cannula buchi il tappo del campione, ma non finisca nel liquido del campione.

6.2.4 Regolazione del campionatore



NOTA

Pericolo di una piegatura

Le cannule possono piegarsi durante la regolazione.

- Prima della regolazione, allentare i raccordi filettati sulle cannule.

Durante la regolazione, la cannula di aspirazione del campione deve essere regolata sulla posizione di risciacquo, sulla posizione 1 del campione e sulla posizione del reattore POC sul vassoio dei campioni. L'allineamento avviene aumentando o diminuendo i valori x, y e z.

Per le provette con tappo con setto è necessaria una speciale cannula di aspirazione del campione, avente anche una funzione di perforazione: Ago di perforazione con fessura di aerazione.

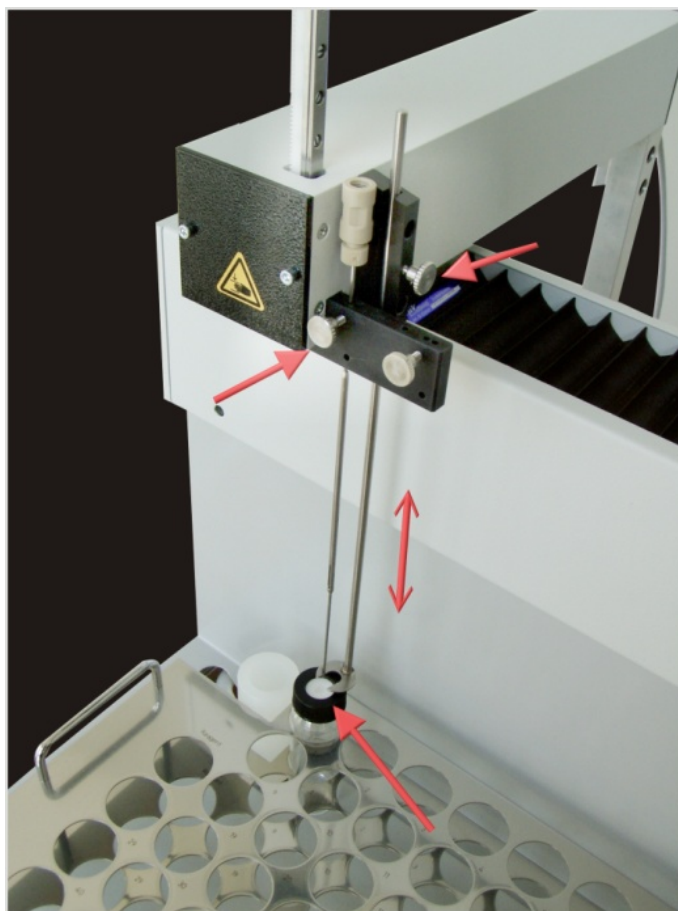


Fig. 62 Installazione della cannula e del dispositivo di fissaggio

- ▶ Installare il dispositivo di fissaggio e la cannula di aspirazione del campione nel portacannule. Allentare le viti di fissaggio delle cannule prima della regolazione. Bloccare la cannula nel supporto in modo che la rispettiva punta non si immerga nella provetta.
- ▶ Tramite il comando di menu **Instrument | Sampler Alignment**, aprire l'omonima schermata.
- ▶ Per questa operazione, selezionare la voce **Rinse position**, la voce **Position 1** o **Position POC reactor** nella casella di riepilogo del gruppo **Please select position needing adjustment**.

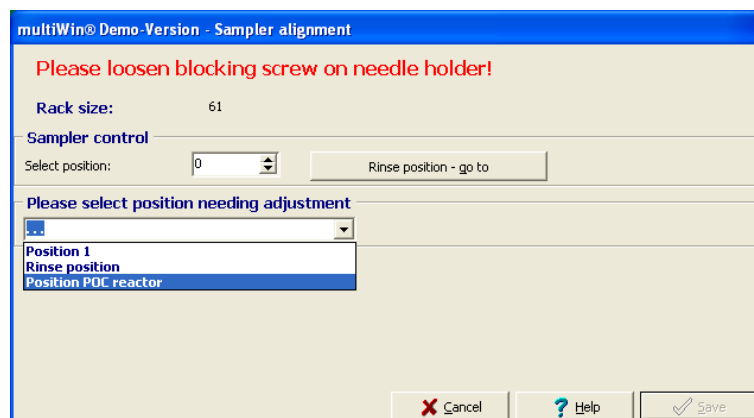


Fig. 63 Regolazione del campionatore

- ▶ Per allineare la posizione di lavaggio o la posizione 1, aumentare o diminuire i valori x, y e z:

- direzione x: movimento in avanti o indietro
- direzione y: movimento a destra o a sinistra
- direzione z: movimento verso l'alto o verso il basso

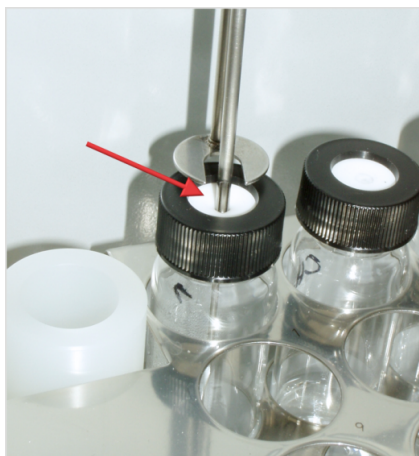


Fig. 64 Regolazione della posizione 1

- ▶ Regolare la posizione 1: rimuovere la fiala per regolare la posizione x e y. Spostarsi in posizione. Sistemare l'ancoretta magnetica sul vassoio dei campioni in tale posizione. Se la cannula è al centro della posizione, significa che è regolata correttamente.
 - Per garantire un funzionamento corretto, il valore y non deve essere inferiore a 33 mm.
- ▶ Per regolare la posizione z, inserire la fiala del campione con tappo a vite e tappo con setto, ad es. una fiala EPA, nel vassoio dei campioni.
- ▶ Regolare la cannula speciale in direzione z in modo che circa 2 cm della fessura di aerazione siano visibili al di sopra del setto. La fessura di aerazione ci deve essere sopra e sotto il setto. In caso contrario non è possibile una compensazione della pressione all'interno della fiala.
- ▶ Regolare la posizione di lavaggio: regolare le posizioni x e y in modo che la cannula sia al centro del recipiente di lavaggio.
- ▶ Regolare la cannula speciale in direzione z in modo che la fessura di aerazione sia visibile sul bordo superiore del recipiente di lavaggio.

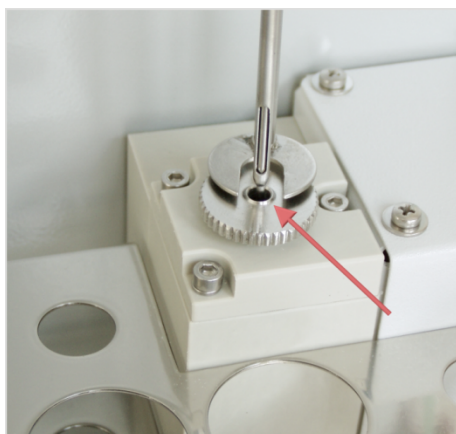


Fig. 65 Regolazione della cannula sul reattore POC

- ▶ Regolare la posizione del reattore POC. Regolare la cannula il più accuratamente possibile in direzione x e y.

- ▶ Regolare la cannula particolare in direzione z in modo che l'intero stelo spesso dell'ago, compresa la fessura di aerazione, sia visibile sopra l'attacco del reattore POC.
- ▶ Dopo ogni modifica, cliccare sul pulsante **[Rinse position adjust]**, **[Position 1 adjust]** o **[Position POC reactor adjust]**.
 - ✓ Il campionatore si sposta nella nuova posizione.
- ▶ Ripetere i passaggi indicati fino a quando la posizione della cannula è ottimale.
- ▶ Cliccare sul pulsante **[Save]** per accettare i valori di regolazione.
- ▶ Aprire di nuovo la schermata **Sampler Alignment**. Per controllare, spostarsi con i pulsanti nelle posizioni regolate.
 - ✓ Il campionatore è regolato.

6.2.5 Impostazione del flusso di espulsione del NPOC



ATTENZIONE

Pericolo di ustioni sul fornello!

Per regolare il flusso di espulsione del NPOC, si deve aprire la parete laterale dell'analizzatore. C'è pericolo di lesioni sul fornello molto caldo.

- Quando si regola il flusso di espulsione del NPOC sulla scatola del gas, mantenere una certa distanza di sicurezza dal fornello a combustione molto caldo.

Il flusso di espulsione del NPOC è preimpostato a circa 100 ml/min. A seconda del compito di misurazione, è possibile aumentare o diminuire il flusso di espulsione del NPOC tramite la valvola a spillo per il NPOC. La valvola a spillo per il NPOC si trova dietro la parete laterale sinistra, a sinistra del fornello di combustione.

Regolare il flusso di espulsione del NPOC nel modo indicato di seguito.

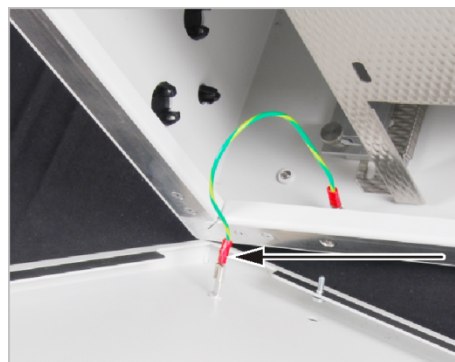


Fig. 66 Collegamento del terminale di messa a terra sulla parete laterale

- ▶ Aprire la parete laterale sinistra dell'analizzatore. Se necessario, spostare di lato i moduli degli accessori. Fate attenzione a non piegare i tubi di collegamento.
 - Allentare le quattro viti di fissaggio. Le viti sono imperdibili e rimangono nella parete.
 - Scollegare il terminale di messa a terra. Mettere al sicuro la parete laterale.
- ▶ Tramite il comando di menu **Instrument | Device control**, aprire l'omonima schermata.

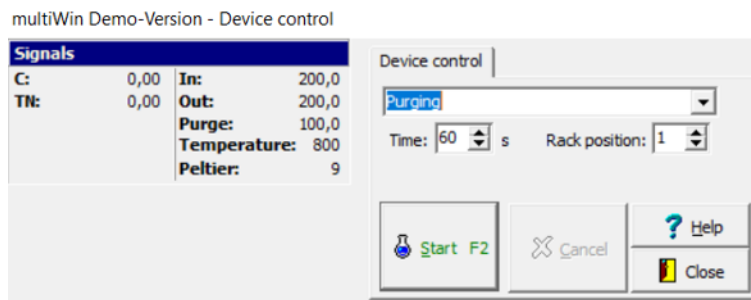


Fig. 67 Regolazione dell'espulsione

- ▶ Nella casella di riepilogo, selezionare l'opzione **Purging**.
- ▶ Selezionare il tempo di espulsione nel campo **Time** in base all'intervallo di 1 ... 900 s.
- ▶ Nel caso di un caricamento del campione con il campionatore: nel campo **Rack position**, selezionare sul vassoio dei campioni una qualsiasi posizione rispetto alla quale si deve osservare il flusso di espulsione.
- ▶ Mettere una fiala di campione con acqua ultrapura su questa posizione.
- ▶ Nel caso di un caricamento manuale del campione: inserire il tubo di espulsione 7 in una provetta riempita di acqua ultrapura.
- ▶ Cliccare sul pulsante **[Start F2]**.
- ▶ Allentare la vite di regolazione in corrispondenza della valvola a spillo per il NPOC.
- ▶ Impostare il flusso di espulsione del NPOC desiderato.
 - Aumentare il flusso di espulsione del NPOC: girare la valvola a spillo a sinistra.
 - Ridurre il flusso di espulsione del NPOC: girare la valvola a spillo a destra.
- ▶ Controllare l'indicazione del flusso nella schermata **System state**. L'attuale flusso di espulsione del NPOC viene visualizzato in **Purge**.
- ▶ Stringere bene di nuovo la vite di regolazione in corrispondenza della valvola a spillo.
- ▶ Chiudere la parete laterale.
 - Inserire il terminale di messa a terra sulla parete laterale sinistra.
 - Stringere leggermente le viti prima sul lato inferiore e poi su quello superiore. Stringere le viti a turno.

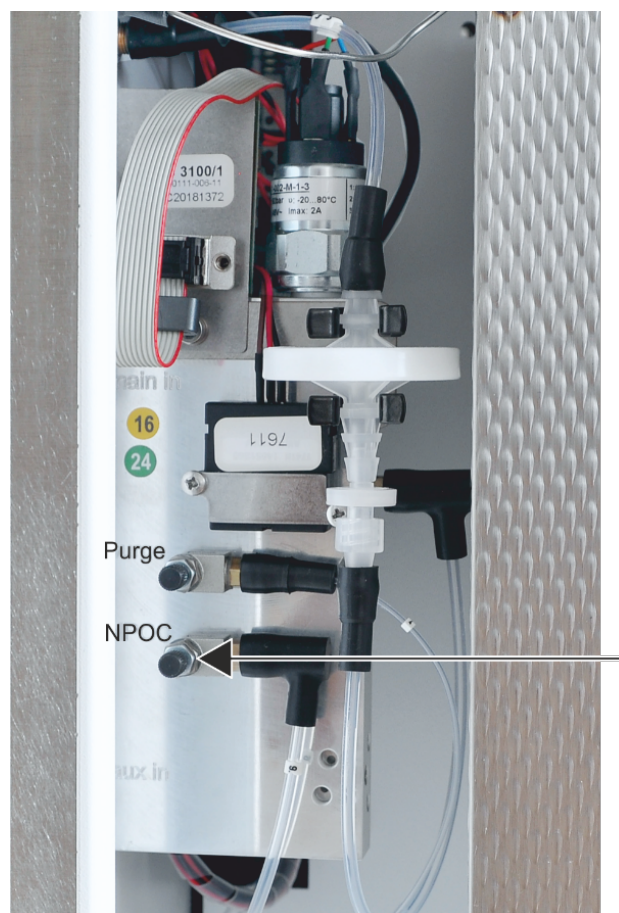
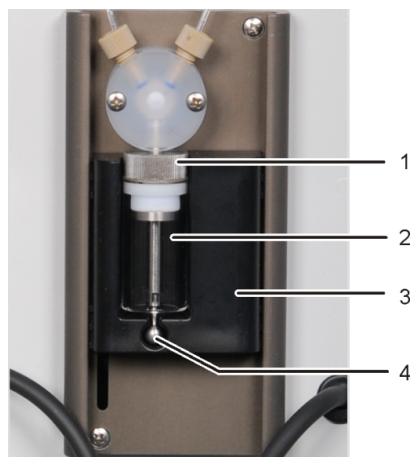


Fig. 68 Impostazione del flusso di espulsione del NPOC

6.3 Manutenzione della pompa a siringa

Pulire o sostituire la siringa dosatrice della pompa a siringa, procedendo nel modo indicato di seguito.



- ▶ Aprire gli sportelli dell'analizzatore.
- ▶ Svuotare la pompa a siringa tramite software.
 - Con il comando di menu **Instrument | Device control**, aprire l'omonima schermata.
 - Selezionare l'Opzione **Change syringe** e cliccare su **[Start F2]**.
 - ✓ La siringa viene svuotata e spostata nella posizione di sostituzione.
- ▶ Svitare la siringa dosatrice in corrispondenza della valvola (1) e rimuoverla dall'azionamento (3).
- ▶ Smontare e pulire il cilindro di vetro (2) e lo stantuffo (4).
- ▶ Inserire l'asta dello stantuffo della siringa dosatrice nell'azionamento.
- ▶ Avvitare il cilindro di vetro sulla valvola.
 - ✓ L'analizzatore è di nuovo pronto per l'uso.

6.4 Sostituzione del tubo della pompa



ATTENZIONE

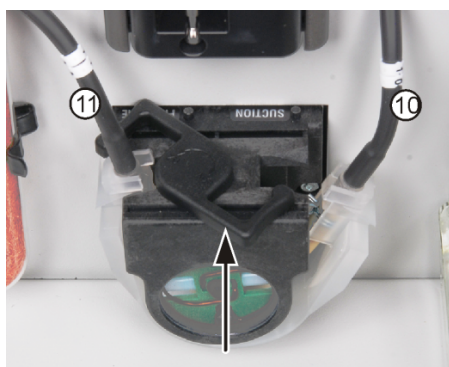
Pericolo di corrosione nella fase di sostituzione di un tubo

Nei tubi ci possono essere ancora piccole quantità di soluzioni acide.

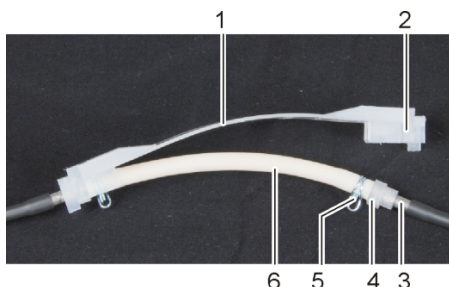
- Indossare guanti e indumenti protettivi quando si cambiano i tubi.
- Raccogliere con un panno assorbente il liquido che fuoriesce.

Controllare la tenuta dei tubi della pompa ogni 3 mesi e sostituirli al più tardi dopo 12 mesi.

Pompa del condensato



- ▶ Chiudere il software di controllo e analisi o spegnere il flusso di gas cliccando su **[OK]** accanto a **Gas flow** nella schermata **System state**.
- ▶ Aprire gli sportelli dell'analizzatore.
- ▶ Premere a sinistra la staffa della pompa del condensato.
- ▶ Rimuovere i tubi 10 e 11 dai collegamenti.



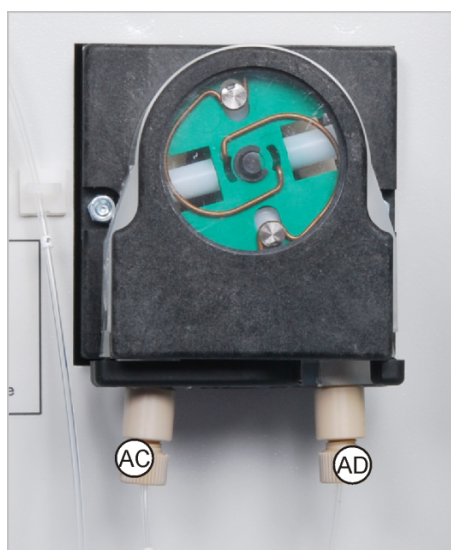
- 1 Nastro
- 2 Scanalatura
- 3 Raccordo in metallo
- 4 Guida per tubo
- 5 Fascetta stringitubo
- 6 Tubo della pompa

- ▶ Rimuovere il nastro con il tubo dal corpo della pompa.
- ▶ Controllare che il tubo della pompa e i collegamenti non siano fortemente usurati o fessurati. Se l'umidità fuoriesce dal tubo della pompa o dai collegamenti, sostituirlo.
- ▶ Pulire con acqua ultrapura il corpo della pompa e il supporto a rulli.
- ▶ Controllare il corpo della pompa e il supporto a rulli per verificare che non vi siano tracce di usura.
- ▶ Premere nel nastro il tubo della pompa ancora intatto o quello nuovo. Allineare le fascette stringitubo verso il basso durante l'installazione.
- ▶ Introdurre la guida per tubo nella scanalatura del nastro.

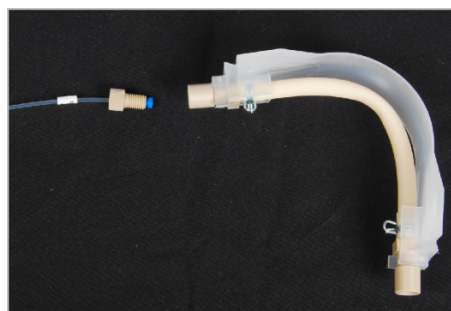


- ▶ Sistemare il nastro intorno al corpo della pompa.
- ▶ Premere il nastro verso l'alto con una mano. Poi girare con l'altra la staffa verso destra finché non scatta in posizione.
- ▶ Spingere di nuovo il tubo 10 e 11 sui raccordi.
- ▶ Riaccendere l'alimentazione del gas e controllare la tenuta del sistema.
 - ✓ La pompa è di nuovo pronta per l'uso.

Pompa per l'acido fosforico



- ▶ Chiudere il software di controllo e analisi o spegnere il flusso di gas cliccando su [OK] accanto a **Gas flow** nella schermata **System state**.
- ▶ Rimuovere il tubo della pompa come nel caso della pompa del condensato.



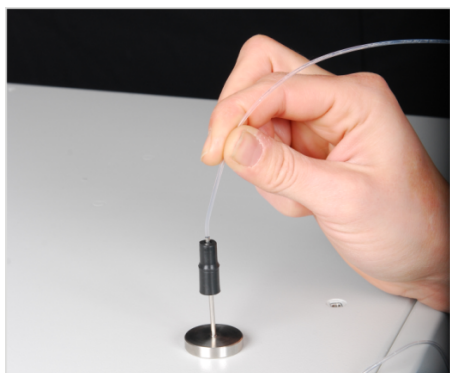
- ▶ I tubi AC e AD sono collegati alla pompa tramite collegamenti Fingertight. Staccare dalla pompa i tubi con i collegamenti Fingertight, svitandoli.
- ▶ Controllare che il tubo non sia fortemente usurato o fessurato.
- ▶ Installare il tubo della pompa come descritto. Riavvitare sulla pompa i tubi AC e AD.
- ▶ Riaccendere l'alimentazione del gas e controllare la tenuta del sistema.
 - ✓ La pompa è di nuovo pronta per l'uso.

6.5 Sostituzione dei collegamenti dei tubi

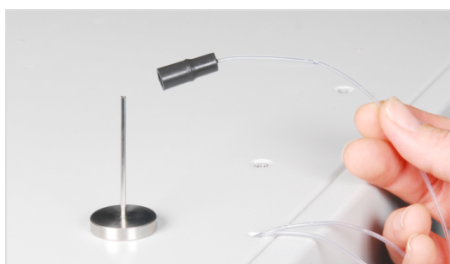
I connettori FAST collegano i tubi con le parti in vetro. Per infilare i tubi sottili nei connettori, è disponibile un ausilio di inserimento fornito in dotazione con l'analizzatore. Dopo aver sostituito un tubo, controllare la tenuta del sistema.



- Spingere il connettore FAST sulla cannula dell'ausilio di inserimento. Il foro più stretto punta verso l'alto.



- Infilare il tubo nella cannula dell'ausilio di inserimento.



- Spingere il connettore FAST dalla cannula sul tubo.
- Estrarre il tubo dalla cannula dell'ausilio di inserimento. Estrarre il tubo dal connettore FAST finché non sporge più nel foro più largo.

Connettori FAST a gomito

Nel caso dei connettori FAST a gomito, non spingere le estremità del tubo oltre la lunghezza dello stelo del connettore. In caso contrario, il flusso di gas sarà ostacolato.

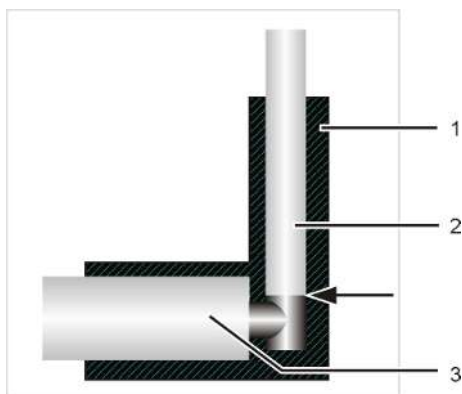


Fig. 69 Connettore FAST, a gomito

- 1 Connettore FAST a gomito
- 2 Tubo
- 3 Raccordo di vetro

Collegamenti Fingertight

- Quando si sostituiscono i collegamenti Fingertight, utilizzare solo estremità di tubo tagliate dritte, rotonde e non schiacciate.
- Spingere il cono di tenuta sul tubo con la parte conica rivolta verso la vite cava. Il cono di tenuta e l'estremità del tubo devono essere a filo.
- Non inclinare la vite cava quando la si inserisce e stringerla solo a mano.

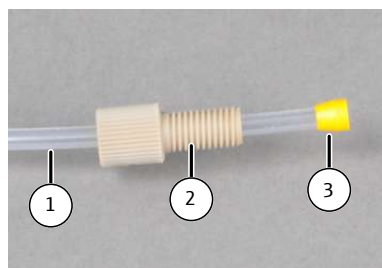


Fig. 70 Sostituzione del collegamento Fingertight

- | | |
|-------------------------------------|-------------|
| 1 Tubo | 2 Vite cava |
| 3 Cono di tenuta con profilo conico | |

6.6 Controllo della tenuta del sistema



NOTA

Pericolo di una perdita di gas

Se il flusso in uscita è significativamente inferiore a quello in ingresso, significa che c'è una perdita di gas nel sistema dell'apparecchio.

- Controllare tutti i giunti, ad es. con una soluzione a base di tensioattivi dal potere schiumogeno.
- Non mettere in funzione l'apparecchio finché la perdita di gas non sia stata eliminata.

La tenuta del sistema viene controllata automaticamente all'uscita del gas dell'analizzatore.

- ▶ Accendere l'analizzatore.
- ▶ Aprire l'alimentazione del gas trasportatore sul riduttore di pressione.
- ▶ Avviare il software di controllo e analisi.
- ▶ Controllare l'indicazione del flusso nella schermata **System state**:
 - **In** (flusso in ingresso): 160 ml/min
 - **Out** (flusso in uscita): 160 ± 10 ml/min

6.7 Sostituzione del catalizzatore

Se il catalizzatore perde di efficacia, bisogna riempire il tubo di combustione con del nuovo catalizzatore.

Il software indica quando l'intervallo di manutenzione del catalizzatore è scaduto dopo un massimo di 1500 iniezioni. Poi bisogna controllare se è necessario sostituire il catalizzatore.

Smaltire il vecchio catalizzatore attenendosi alle disposizioni vigenti in materia di smaltimento.

Vedere a riguardo anche

📖 Smaltimento [▶ 138]

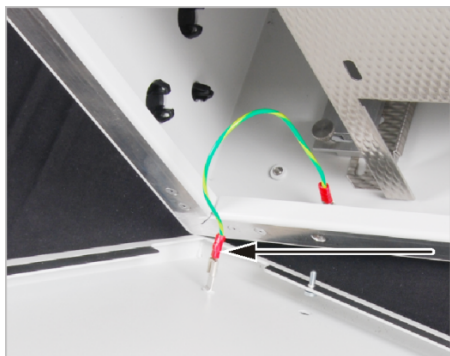
6.7.1 Rimozione del tubo di combustione



ATTENZIONE

Pericolo di ustioni in corrispondenza del fornello molto caldo

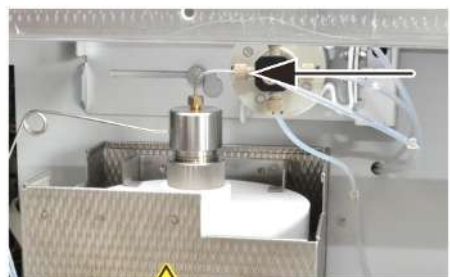
- Spegner l'apparecchio e lasciarlo raffreddare prima di effettuare la manutenzione.



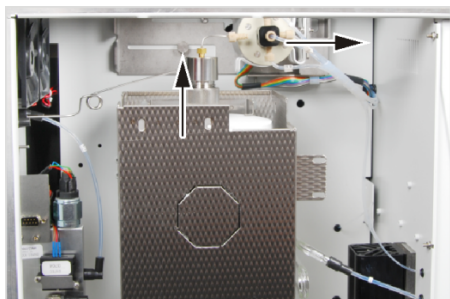
- ▶ Spegner l'analizzatore con l'interruttore principale. Togliere la spina di alimentazione dalla presa. Interrompere l'alimentazione del gas in laboratorio, agendo sul riduttore di pressione.
- ▶ Aprire la parete laterale sinistra dell'analizzatore. Se necessario, spostare di lato i moduli degli accessori. Fate attenzione a non piegare i tubi di collegamento.
 - Allentare le quattro viti di fissaggio. Le viti sono imperdibili e rimangono nella parete.
 - Scollegare il terminale di messa a terra. Mettere al sicuro la parete laterale.



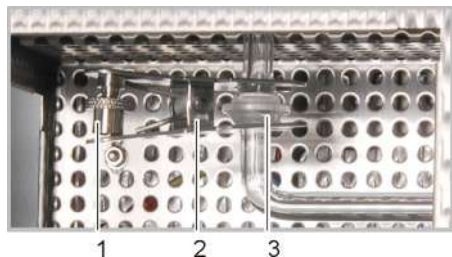
- ▶ Estrarre la cannula del gas trasportatore dal connettore FAST nella parete laterale sinistra.



- ▶ Svitare dalla valvola di commutazione il collegamento Fingertight della cannula della fornello.



- ▶ Allentare la vite a testa zigrinata sul supporto della valvola di commutazione.
- ▶ Spingere la valvola di commutazione verso destra. In questo modo, la cannula del fornello viene tirata fuori dalla valvola di commutazione.



- ▶ Allentare il collegamento sferico (3) presente sul fondo del fornello di combustione, che collega il tubo di combustione alla serpentina di condensazione.
- ▶ Per questa operazione, allentare la vite a testa zigrinata (1) e rimuovere il morsetto a forcina (2).

- ▶ Rimuovere con cautela il tubo di combustione dal fornello, spostandolo verso l'alto.
- ▶ Svitare la testa del fornello dal tubo di combustione. Rimuovere il dado di raccordo, l'anello di pressione e i tre anelli di tenuta.
- ▶ Rimuovere il riempimento del catalizzatore esaurito. Controllare il tubo di combustione per verificare che non siano presenti segni di forte cristallizzazione, crepe e parti scheggiate. Riutilizzare solo tubi di combustione intatti.
- ▶ Sciacquare accuratamente il tubo di combustione vuoto con acqua ultrapura e lasciarlo asciugare bene.

6.7.2 Riempimento del tubo di combustione



NOTA

Per via della traspirazione delle mani si riduce la durata utile del tubo di combustione.

A causa dei sali alcalini presenti nel sudore delle mani si verificano delle cristallizzazioni nel vetro di quarzo quando il fornello di combustione viene riscaldato. Si abbrevia quindi la durata utile del tubo di combustione.

- Se possibile, non toccare con le mani il tubo di combustione pulito quando lo si riempie. Indossare guanti protettivi.
- Riempire solo tubi di combustione completamente asciutti.
- Eliminare eventuali impronte delle dita con un panno inumidito di alcol puro.



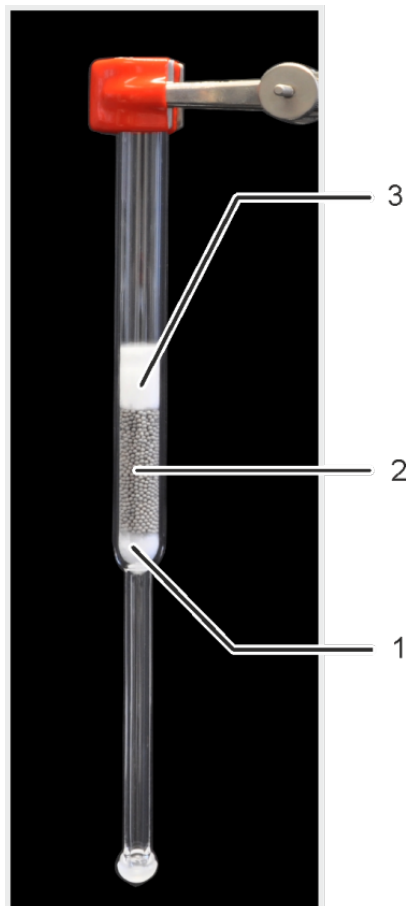
NOTA

Pericolo di danni al rivelatore

Il catalizzatore può produrre durante il riscaldamento iniziale del gas riconoscibile da un certo annebbiamento nel recipiente di condensazione per il TIC.

- Durante il riscaldamento iniziale, sterilizzare a caldo il catalizzatore alla temperatura di esercizio per circa 30 min.
- Nel frattempo, interrompere il percorso del gas in corrispondenza delle trappole di condensazione sul lato anteriore in modo da proteggere il rivelatore dai gas.

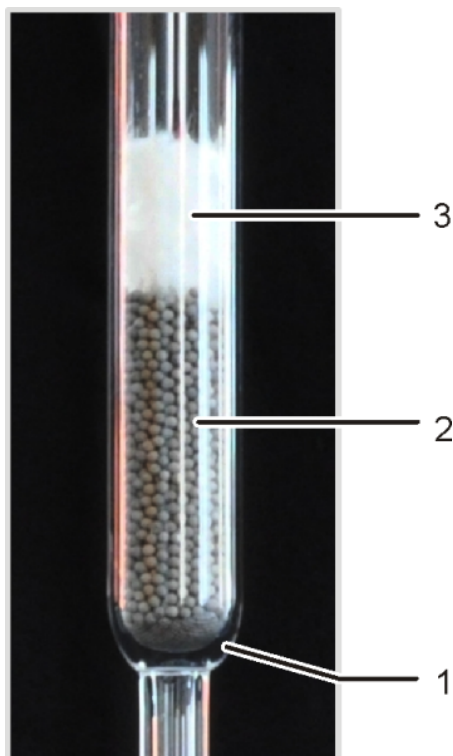
Riempimento del tubo di combustione, per campioni convenzionali



- ▶ Per il riempimento, fissare il tubo di combustione su un supporto.
- ▶ Riempire la lana di vetro di quarzo (1) a circa 1 cm di altezza nel tubo di combustione, spingerla con attenzione verso il basso e comprimerla delicatamente con una bacchetta di vetro.
La lana di vetro trattiene il catalizzatore. Assicurarsi che il catalizzatore non possa finire nel percorso del gas. Non riempire nemmeno troppa lana di vetro!
- ▶ Stendere con cura il catalizzatore di platino (2) sulla lana di vetro di quarzo, formando uno strato di circa 4 cm di altezza.
- ▶ Arrotolare il feltro HT (3) partendo dalla parte sottile.
Il rotolino dovrà avere un diametro di circa 13 mm e un'altezza di 2 cm in modo che possa essere facilmente spinto dentro nel tubo di combustione.
- ▶ Introdurre il feltro HT arrotolato nel tubo di combustione e spingerlo verso il basso con una bacchetta di vetro fino a coprire il catalizzatore.
- ▶ Il feltro va premuto solo leggermente sul catalizzatore.

La temperatura di lavoro raccomandata per questo tipo di riempimento è di 800 °C.

Riempimento del tubo di combustione, per campioni con elevati contenuti salini



Nel caso di campioni con elevati contenuti salini, il catalizzatore viene riempito usando una rete di platino.

- ▶ Per il riempimento, fissare il tubo di combustione su un supporto.
- ▶ Inserire la rete di platino nel tubo di combustione e spingerla con cura verso il basso con una bacchetta di vetro.
La rete di platino trattiene il catalizzatore. Assicurarsi che il catalizzatore non possa finire nel percorso del gas.
- ▶ Stendere con cura il catalizzatore di platino (2) sulla rete di platino, formando uno strato di circa 4 cm di altezza.
- ▶ Arrotolare il feltro HT (3) partendo dalla parte sottile.
Il rotolino dovrà avere un diametro di circa 13 mm e un'altezza di 2 cm in modo che possa essere facilmente spinto dentro nel tubo di combustione.
- ▶ Introdurre il feltro HT arrotolato nel tubo di combustione e spingerlo verso il basso con una bacchetta di vetro fino a coprire il catalizzatore.
- ▶ Il feltro va premuto solo leggermente sul catalizzatore.

La temperatura di lavoro raccomandata per questo tipo di riempimento è di 720 ... 750 °C.

6.7.3 Installazione del tubo di combustione



NOTA

Per via della traspirazione delle mani si riduce la durata utile del tubo di combustione.

A causa dei sali alcalini presenti nel sudore delle mani si verificano delle cristallizzazioni nel vetro di quarzo quando il fornello di combustione viene riscaldato. Si abbrevia quindi la durata utile del tubo di combustione.

- Se possibile, non toccare con le mani il tubo di combustione pulito quando lo si riempie. Indossare guanti protettivi.
- Riempire solo tubi di combustione completamente asciutti.
- Eliminare eventuali impronte delle dita con un panno inumidito di alcol puro.



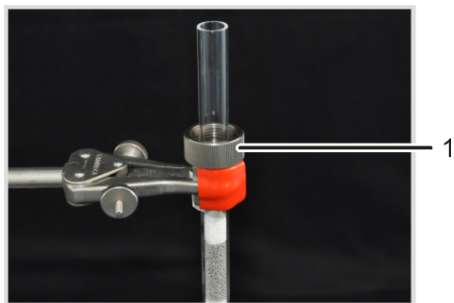
NOTA

Prevenzione dei problemi di tenuta

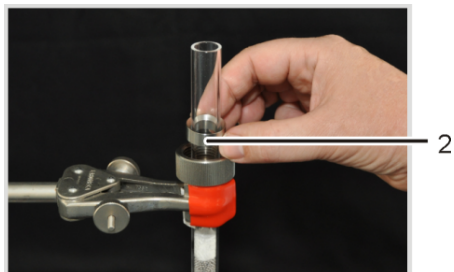
A causa delle leggere variazioni del diametro esterno dei tubi di combustione potrebbe verificarsi che non sia possibile garantire l'assoluta ermeticità se si monta un tubo di combustione nuovo con O-ring usati.

- Pertanto quando si monta un nuovo tubo di combustione utilizzare sempre O-ring nuovi (402-815.102).

Montare la testa del fornello sul tubo di combustione prima di inserire quest'ultimo nel fornello.



- ▶ Spingere il dado di raccordo (1) sul tubo di combustione.



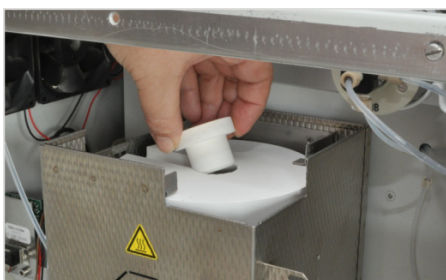
- ▶ Posizionare l'anello di pressione (2) nel dado di raccordo. Il lato conico dell'anello di pressione deve puntare verso l'alto.



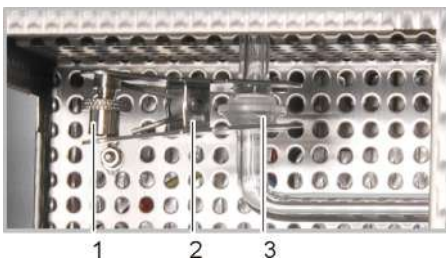
- Spingere i tre anelli di tenuta rivestiti (3) sul tubo di combustione. Assicurarsi che gli anelli di tenuta siano a filo con il bordo del tubo di combustione.



- Posizionare con cautela la testa del fornello sul tubo di combustione fino all'arresto.
- Premere leggermente la testa del fornello contro il tubo e stringere a mano il dado di raccordo. La cannula del fornello e la cannula del gas trasportatore sono già attaccate alla testa del fornello.



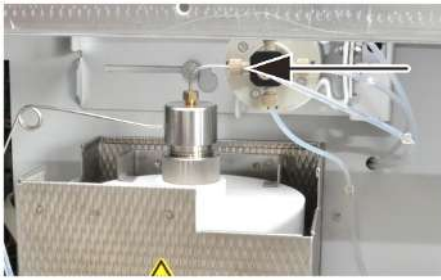
- Se non già presente, inserire il supporto in ceramica nell'apertura superiore del fornello di combustione.
- Inserire il tubo di combustione con la testa nel fornello di combustione.



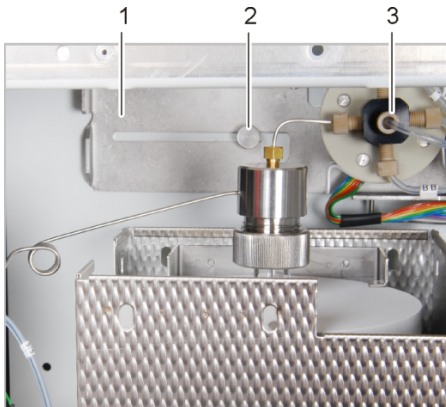
- Unire l'estremità inferiore del tubo di combustione e l'ingresso della serpentina di condensazione tramite il collegamento a giunto sferico (1).
- Bloccare il collegamento a giunto sferico con il morsetto a forcina (2). Serrare a mano la vite a testa zigrinata (3).



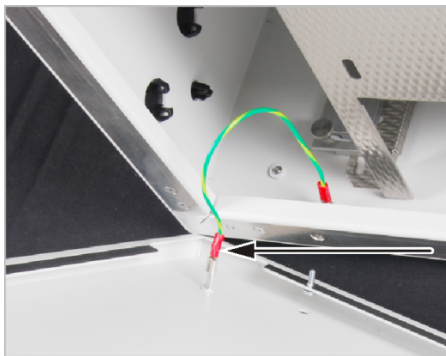
- Attaccare il collegamento del gas trasportatore al collegamento nella parete dell'apparecchio tramite il connettore FAST.



- ▶ Spingere la valvola di commutazione verso sinistra finché non tocca il collegamento della cannula del fornello.
- ▶ Avvitare la cannula del fornello a mano alla valvola di commutazione usando il collegamento Fingertight.



- ▶ Fissare la valvola di commutazione (3) in questa posizione. Per questa operazione, serrare a mano la vite a testa zigrinata (2) sul supporto (1).
- ▶ Sistemare la copertura superiore sull'analizzatore.



- ▶ Chiudere la parete laterale.
 - Inserire il terminale di messa a terra sulla parete laterale sinistra.
 - Stringere leggermente le viti prima sul lato inferiore e poi su quello superiore. Stringere le viti a turno.
- ▶ Accendere l'alimentazione del gas. Inserire la spina di alimentazione nella presa e accendere l'analizzatore con l'interruttore principale.
- ▶ Controllare la tenuta del sistema.
 - ✓ L'analizzatore è di nuovo pronto per l'uso.

6.8 Rimozione e installazione del fornello di combustione

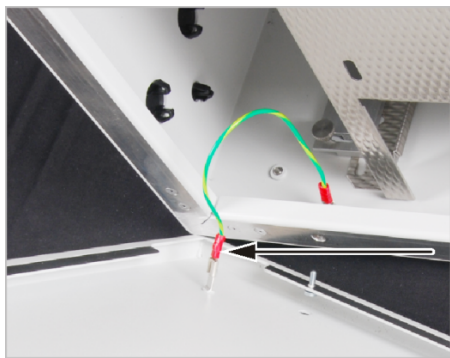
6.8.1 Rimozione del fornello di combustione



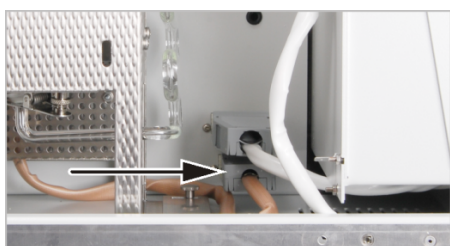
ATTENZIONE

Pericolo di ustioni in corrispondenza del fornello molto caldo

- Spegnere l'apparecchio e lasciarlo raffreddare prima di effettuare la manutenzione.



- ▶ Spegner l'analizzatore con l'interruttore principale. Togliere la spina di alimentazione dalla presa. Interrompere l'alimentazione del gas in laboratorio, agendo sul riduttore di pressione.
- ▶ Aprire la parete laterale sinistra dell'analizzatore. Se necessario, spostare di lato i moduli degli accessori. Fate attenzione a non piegare i tubi di collegamento.
 - Allentare le quattro viti di fissaggio. Le viti sono imperdibili e rimangono nella parete.
 - Scollegare il terminale di messa a terra. Mettere al sicuro la parete laterale.



- ▶ Rimuovere la copertura superiore.
- ▶ Smontare il tubo di combustione. Spingere la valvola di commutazione verso destra in modo che non interferisca con l'ulteriore rimozione.
- ▶ Rimuovere la serpentina di condensazione.
- ▶ Scollegare il connettore a innesto per il fornello di combustione dal relativo attacco.



- ▶ Allentare le viti a testa zigrinata che fissano il fornello alla base dell'apparecchio.
- ▶ Sollevare il fornello dall'analizzatore.
- ▶ Riattaccare le viti a testa zigrinata alla base dell'apparecchio in modo che non vadano perse.

Vedere a riguardo anche

- 📄 Rimozione del tubo di combustione [▶ 105]
- 📄 Manutenzione della serpentina di condensazione [▶ 113]

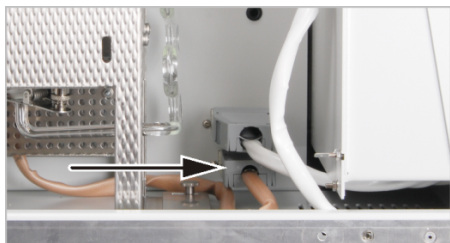
6.8.2 Installazione del fornello di combustione



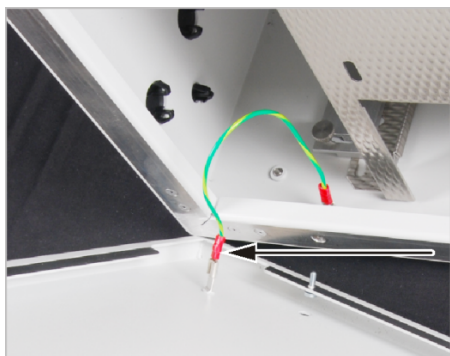
- ▶ Aprire la parete laterale sinistra dell'analizzatore. Rimuovere la copertura superiore.
- ▶ Allentare la vite a testa zigrinata sul supporto della valvola di commutazione. Spingere la valvola di commutazione verso destra in modo che non interferisca con l'installazione.
- ▶ Allentare le viti a testa zigrinata alla base dell'apparecchio, che fissano il fornello.



- ▶ Inserire il fornello al centro. Allineare la parte anteriore del fornello in modo che risulti parallela alla parete dell'apparecchio.
- ▶ Fissare il fornello con le viti a testa zigrinata. Serrare a mano le viti a testa zigrinata.



- ▶ Inserire il connettore a innesto del fornello a combustione nell'attacco in basso a destra sulla parete posteriore dell'apparecchio.
- ▶ Installare il tubo di combustione.
- ▶ Installare la serpentina di condensazione.
- ▶ Spingere il tubo di aspirazione del campione e quello di espulsione attraverso l'apertura superiore. Sistemare la copertura superiore. Collegare i tubi al campionatore.



- ▶ Chiudere la parete laterale.
 - Inserire il terminale di messa a terra sulla parete laterale sinistra.
 - Stringere leggermente le viti prima sul lato inferiore e poi su quello superiore. Stringere le viti a turno.
- ▶ Accendere l'alimentazione del gas. Inserire la spina di alimentazione nella presa e accendere l'analizzatore con l'interruttore principale.
- ▶ Controllare la tenuta del sistema.
 - ✓ L'analizzatore è di nuovo pronto per l'uso.

6.9 Pulizia del recipiente di condensazione per il TIC



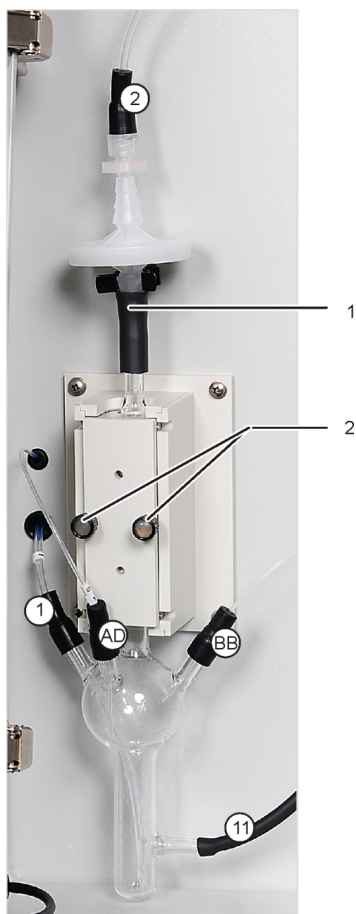
AVVERTENZA

Pericolo di corrosione a causa dell'acido fosforico

C'è dell'acido fosforico nel recipiente di condensazione per il TIC. L'acido fosforico ha un effetto irritante per la pelle, gli occhi e le mucose.

- Indossare occhiali e indumenti protettivi quando si maneggia l'acido concentrato. Lavorare sotto una cappa di estrazione.
- Seguire tutte le indicazioni e le specifiche riportate nella scheda di sicurezza.

Controllare a intervalli regolari che non vi siano depositi nel recipiente di condensazione per il TIC. Pulire il recipiente di condensazione per il TIC solo se i campioni non vengono più espulsi correttamente.



- ▶ Chiudere il software di controllo e analisi o spegnere il flusso di gas cliccando su **[OK]** accanto a **Gas flow** nella schermata **System state**.
- ▶ Aprire gli sportelli dell'analizzatore.
- ▶ Scollegare il tubo di collegamento per le trappole di condensazione (1) dal recipiente di condensazione per il TIC.
- ▶ Scollegare i tubi 1, AD e BB con i connettori FAST dal recipiente di condensazione per il TIC.
- ▶ Scollegare il tubo per gli scarti 11 dall'attacco sul fondo del recipiente di condensazione per il TIC.
- ▶ Allentare le due viti a testa zigrinata (2) sul coperchio del blocco di raffreddamento. Rimuovere il coperchio ed estrarre il recipiente di condensazione per il TIC.
- ▶ Controllare che il recipiente di condensazione per il TIC non presenti depositi e fessurazioni e sciacquarlo con acqua ultrapura.
- ▶ Fissare i tubi nel modo indicato nell'immagine.
 - Spingere il tubo per gli scarti 11 per almeno 1 cm nell'attacco inferiore del recipiente di condensazione per il TIC.
 - Spingere i tubi 1, AD e BB con i connettori FAST sui collegamenti del recipiente di condensazione per il TIC. Spingere i connettori FAST per un tratto di almeno 1 cm.
 - Spingere il tubo 1 quasi fino al fondo del recipiente di condensazione per il TIC.
 - Fissare il tubo di collegamento (1) tra il recipiente di condensazione per il TIC e le trappole di condensazione.
- ▶ Inserire il recipiente di condensazione per il TIC nel blocco di raffreddamento. Fissare il coperchio del blocco di raffreddamento con le due viti a testa zigrinata.
- ▶ Riattivare l'alimentazione del gas.
 - ✓ Il recipiente di condensazione per il TIC è di nuovo pronto all'uso.

6.10 Manutenzione della serpentina di condensazione

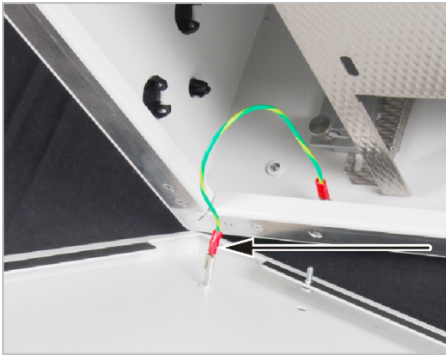
Rimozione e pulizia



ATTENZIONE

Pericolo di ustioni in corrispondenza del fornello molto caldo

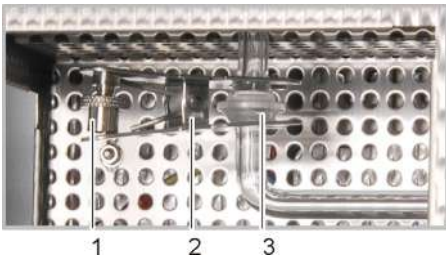
- Spegnere l'apparecchio e lasciarlo raffreddare prima di effettuare la manutenzione.



- ▶ Spegner l'analizzatore con l'interruttore principale. Togliere la spina di alimentazione dalla presa. Interrompere l'alimentazione del gas in laboratorio, agendo sul riduttore di pressione.
- ▶ Aprire la parete laterale sinistra dell'analizzatore. Se necessario, spostare di lato i moduli degli accessori. Fate attenzione a non piegare i tubi di collegamento.
 - Allentare le quattro viti di fissaggio. Le viti sono imperdibili e rimangono nella parete.
 - Scollegare il terminale di messa a terra. Mettere al sicuro la parete laterale.



- ▶ Estrarre il tubo 1 dal connettore FAST della serpentina di condensazione.



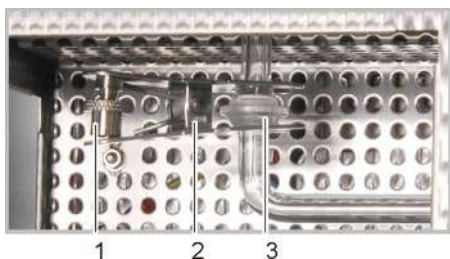
- ▶ Allentare il collegamento sferico (3) presente sul fondo del fornello di combustione, che collega il tubo di combustione alla serpentina di condensazione.
- ▶ Per questa operazione, allentare la vite a testa zigrinata (1) e rimuovere il morsetto a forcina (2).

- ▶ Rimuovere con attenzione la serpentina di condensazione dall'analizzatore. Estrarre la parte inferiore dall'apertura del fornello di combustione.
- ▶ Staccare il connettore FAST dal raccordo di vetro della serpentina di condensazione.
- ▶ Controllare che la serpentina di condensazione non presenti depositi e fessurazioni.
- ▶ Sciacquare la serpentina di condensazione con acqua ultrapura e lasciarla asciugare bene.

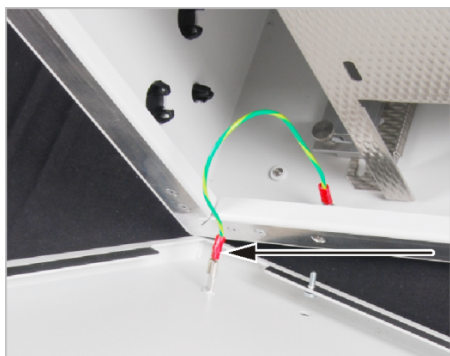
Installazione



- ▶ Spingere il tubo 1 nel connettore FAST.
- ▶ Spingere il connettore FAST sul raccordo di vetro della serpentina di condensazione.
- ▶ Tenere ferma la serpentina di condensazione sul lato destro del fornello di combustione. Il giunto sferico della serpentina indica l'apertura inferiore del fornello.



- ▶ Unire l'estremità inferiore del tubo di combustione e l'ingresso della serpentina di condensazione tramite il collegamento a giunto sferico (1).
- ▶ Bloccare il collegamento a giunto sferico con il morsetto a forcina (2). Serrare a mano la vite a testa zigrinata (3).



- ▶ Chiudere la parete laterale.
 - Inserire il terminale di messa a terra sulla parete laterale sinistra.
 - Stringere leggermente le viti prima sul lato inferiore e poi su quello superiore. Stringere le viti a turno.
- ▶ Accendere l'alimentazione del gas. Inserire la spina di alimentazione nella presa e accendere l'analizzatore con l'interruttore principale.
- ▶ Controllare la tenuta del sistema.
 - ✓ L'analizzatore è di nuovo pronto per l'uso.

6.11 Sostituzione delle trappole di condensazione

Sostituire le trappole di condensazione a seconda della matrice del campione, ma al più tardi dopo 6 mesi.

Le trappole di condensazione consistono in un prefiltro e un filtro di trattenimento monouso. Sostituire sempre entrambe le trappole di condensazione. Tenere presente che le trappole di condensazione svolgono la loro funzione solo se sono inserite nell'ordine e nel senso corretto.

Dopo aver sostituito le trappole di condensazione, controllare la tenuta del sistema.

Trappole di condensazione sul lato anteriore

È possibile sostituire le trappole di condensazione sul lato anteriore mentre l'apparecchio è acceso, ma non durante una misurazione.

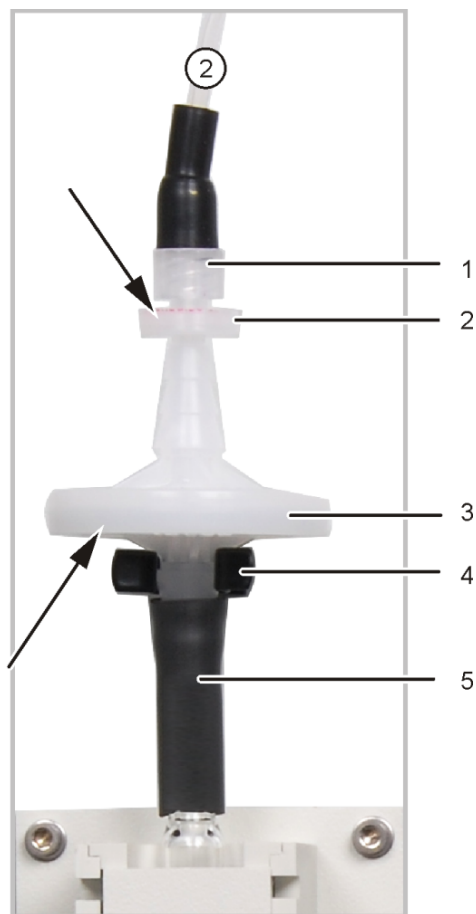


Fig. 71 Sostituzione delle trappole di condensazione sul lato anteriore

- | | |
|--|---|
| 1 Raccordo filettato Luer per il tubo 2 | 2 Filtro di trattenimento monouso |
| 3 Morsetto | 4 Prefiltro con la funzione di trappola per aerosol |
| 5 Collegamento del tubo al recipiente per il TIC | |

- ▶ Aprire gli sportelli dell'analizzatore.
- ▶ Allentare il raccordo filettato superiore del tubo con un movimento rotatorio. Staccare il collegamento inferiore del tubo.
- ▶ Sistemare le nuove trappole di condensazione.
 - La scritta "INLET" sulla trappola di condensazione grande (trappola per aerosol) deve essere rivolta verso il basso.
 - La dicitura della trappola di condensazione piccola (filtro di trattenimento monouso) deve essere rivolta verso l'alto.
- ▶ Collegare la trappola di condensazione grande al tubo inferiore.
- ▶ Premere le trappole di condensazione nel/i morsetto/i sulla parete dell'apparecchio.
- ▶ Stringere il raccordo filettato Luer sulla trappola di condensazione piccola in alto.
- ▶ Controllare la tenuta del sistema.
- ▶ Richiudere gli sportelli anteriori.

Trappole di condensazione sulla scatola del gas

A monte della scatola del gas sono installate due trappole di condensazione (prefiltro e filtro di trattenimento monouso). Proteggono la scatola del gas dagli aerosol e dall'acqua che sale in caso di errori di pressione del gas. Per sostituire le trappole di condensazione, si deve aprire la parete laterale sinistra dell'analizzatore.



ATTENZIONE

Pericolo di ustioni in corrispondenza del fornello molto caldo

- Spegner l'apparecchio e lasciarlo raffreddare prima di effettuare la manutenzione.

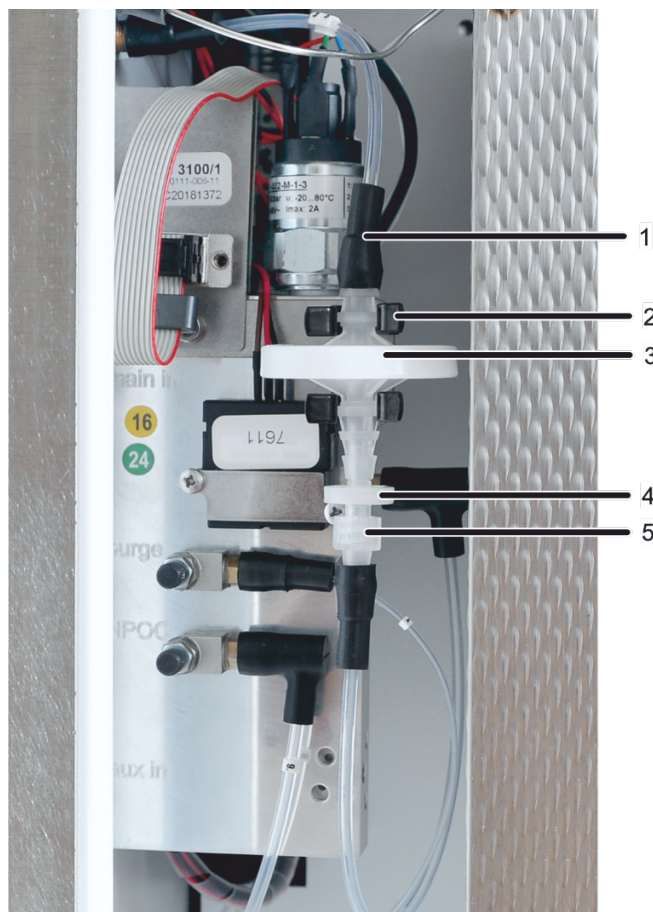


Fig. 72 Sostituzione delle trappole di condensazione sulla scatola del gas

- | | |
|------------------------------------|-----------------------------------|
| 1 Connettori FAST | 2 Morsetto sulla scatola del gas |
| 3 Prefiltro (trappola per aerosol) | 4 Filtro di trattenimento monouso |
| 5 Raccordo filettato Luer | |

- ▶ Chiudere il software di controllo e analisi.
- ▶ Spegner l'analizzatore con l'interruttore di rete. Togliere la spina di alimentazione dalla presa. Lasciare raffreddare l'analizzatore.
- ▶ Aprire la parete laterale sinistra dell'analizzatore. Se necessario, spostare di lato i moduli degli accessori. Fate attenzione a non piegare i tubi di collegamento.
 - Allentare le quattro viti di fissaggio. Le viti sono imperdibili e rimangono nella parete.
 - Scollegare il terminale di messa a terra. Mettere al sicuro la parete laterale.
- ▶ Staccare le trappole di condensazione dai due morsetti della scatola del gas.
- ▶ Togliere dalle trappole di condensazione il connettore FAST in alto.

- ▶ Rimuovere le trappole di condensazione in basso dal raccordo Luer filettato.
- ▶ Sistemare le nuove trappole di condensazione.
 - La scritta "INLET" sulla trappola di condensazione grande (trappola per aerosol) deve essere rivolta verso l'alto.
 - La dicitura della trappola di condensazione piccola (filtro di trattenimento monouso) deve essere rivolta verso il basso.
- ▶ Collegare la trappola di condensazione grande al connettore FAST in alto.
- ▶ Fissare la trappola di condensazione piccola al raccordo filettato Luer in basso.
- ▶ Premere le trappole di condensazione nei morsetti della scatola del gas.
- ▶ Chiudere la parete laterale.
 - Inserire il terminale di messa a terra sulla parete laterale sinistra.
 - Stringere leggermente le viti prima sul lato inferiore e poi su quello superiore. Stringere le viti a turno.
- ▶ Inserire la spina di alimentazione nella presa e riaccendere l'analizzatore con l'interruttore principale.
- ▶ Controllare la tenuta del sistema.
 - ✓ Sono state sostituite le trappole di condensazione sul lato anteriore e la scatola del gas.

Vedere a riguardo anche

📄 Controllo della tenuta del sistema [▶ 104]

6.12 Sostituzione della trappola per alogeni



NOTA

Pericolo di danneggiamento dell'apparecchio in caso di consumo della lana di rame

Danni causati da prodotti di combustione aggressivi ai componenti ottici ed elettronici dell'analizzatore in caso di consumo della lana di rame nella trappola per alogeni!

- Utilizzare l'apparecchio solo con una trappola per alogeni ben funzionante!
- Sostituire l'intero contenuto della trappola per alogeni se la metà della lana di rame o la lana di ottone si è scolorita!

Per sostituire la lana di rame e ottone usata, si può lasciare acceso l'analizzatore.

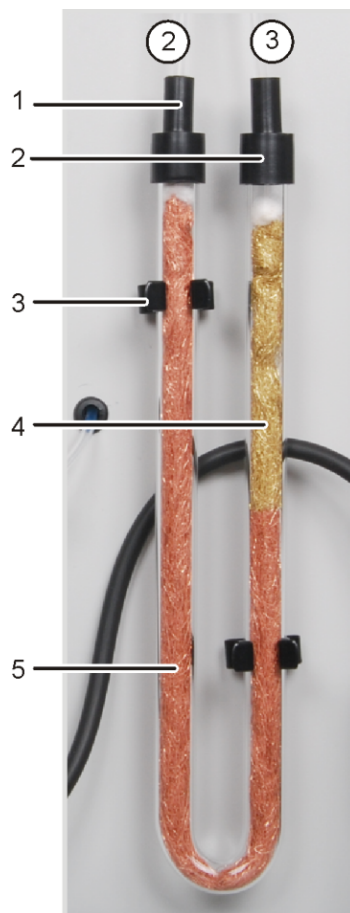


Fig. 73 Sostituzione della trappola per alogeni

- | | |
|---------------------------------|---------------------------------|
| 1 Connettore FAST per il tubo 2 | 2 Connettore FAST per il tubo 3 |
| 3 Morsetto | 4 Lana di ottone |
| 5 Lana di rame | |

- ▶ Aprire gli sportelli dell'analizzatore.
- ▶ Staccare i connettori FAST dalla trappola per alogeni ed estrarre il tubo a U dai morsetti.
- ▶ Estrarre dal tubo a U la lana di rame e ottone usata con una pinzetta o un gancetto.
- ▶ Controllare che il tubo a U non sia fessurato. Riutilizzare solo un tubo a U intatto.
- ▶ Se necessario, sciacquare il tubo a U con acqua ultrapura e lasciare asciugare bene.
- ▶ Riempire il tubo a U con la nuova lana di rame e ottone, servendosi di una pinzetta o un gancetto.
 - Sostituire l'intero contenuto del tubo a U. Non riempire troppa lana di rame e ottone e non lasciare nemmeno grandi cavità.
- ▶ Coprire la lana di rame e ottone con ovatta di cotone.
- ▶ Ripremere con attenzione nei morsetti il tubo a U riempito.
- ▶ Ricollegare i tubi del gas con i connettori FAST alla trappola per alogeni:
 - il tubo 2 allo stelo con la lana di rame (collegamento alla trappola di condensazione)
 - il tubo 3 allo stelo con la lana di ottone (collegamento al rivelatore)
- ▶ Controllare la tenuta del sistema.
- ▶ Richiudere gli sportelli dell'analizzatore.

6.13 Manutenzione del modulo per il POC

Controllo del funzionamento dell'assorbitore

L'assorbitore LiOH può presentare col tempo una consistenza grumosa.

Controllare ogni mese il funzionamento dell'assorbitore. Controllare più frequentemente i campioni con un elevato contenuto di carbonio inorganico.

- ▶ Preparare uno standard mix TIC con carbonato/idrogenocarbonato (100 mg/l).
- ▶ Caricare un metodo POC nel software.
- ▶ Misurare la soluzione standard.
- ▶ Se il risultato è maggiore di 0,1 mg/l, l'assorbitore è consumato del tutto e va poi sostituito.

Controllo della tenuta del modulo



NOTA

Pericolo di una perdita di gas

Se il flusso in uscita è significativamente inferiore a quello in ingresso, significa che c'è una perdita di gas nel sistema dell'apparecchio.

- Controllare tutti i giunti, ad es. con una soluzione a base di tensioattivi dal potere schiumogeno.
- Non mettere in funzione l'apparecchio finché la perdita di gas non sia stata eliminata.

La tenuta del sistema viene controllata automaticamente all'uscita del gas dell'analizzatore.

- ▶ Accendere l'analizzatore.
- ▶ Aprire l'alimentazione del gas trasportatore sul riduttore di pressione.
- ▶ Avviare il software di controllo e analisi.
- ▶ Controllare l'indicazione del flusso nella schermata **System state**:
 - **In** (flusso in ingresso): 160 ml/min
 - **Out** (flusso in uscita): 160 ± 10 ml/min
- ▶ Tramite il comando di menu **Instrument | Component Test**, aprire l'omonima schermata. Passare alla scheda **Valves**.
- ▶ Accendere la valvola 3.
L'indicazione del flusso nella schermata **System state** non deve diminuire.
- ▶ Se il flusso cala o il flusso in uscita è significativamente inferiore a quello in ingresso, controllare tutti i collegamenti dei tubi e i setti. Eliminare la perdita.
- ▶ Richiudere la schermata **Component Test**.
 - ✓ Il sistema dell'apparecchio è a tenuta.

6.14 Manutenzione del rivelatore a chemiluminescenza (CLD)

Sostituire ogni 12 mesi la cartuccia adsorbente presente nella parte posteriore del rivelatore. La cartuccia ha il compito di purificare il gas che fuoriesce dal rivelatore in corrispondenza dell'uscita "out".

La cartuccia è riempita con carbone attivo e calce sodata. Non aprire la cartuccia. Smaltire interamente la cartuccia usata attenendosi a quanto previsto dalle disposizioni vigenti a livello locale.



Fig. 74 Sostituzione della cartuccia adsorbente

- ▶ Scollegare il tubo flessibile dalla cartuccia.
- ▶ Staccare la cartuccia dal morsetto di fissaggio.
- ▶ Svitare il collegamento del tubo flessibile in alto dalla cartuccia.
- ▶ Smaltire interamente la cartuccia usata in modo corretto.
- ▶ Avvitare il collegamento del tubo flessibile in alto nella nuova cartuccia.
- ▶ Premere la nuova cartuccia nel morsetto di fissaggio. Collegare la cartuccia con il tubo flessibile dell'uscita "out".
 - ✓ Il rivelatore è di nuovo pronto a misurare.

7 Eliminazione delle anomalie



NOTA

Pericolo di danni all'apparecchio

Contattare il servizio di assistenza clienti nei casi indicati di seguito.

- L'errore non può essere eliminato con le misure di risoluzione dei problemi descritte.
- L'errore si verifica ancora.
- Il messaggio di errore non è presente nell'elenco riportato di seguito oppure nell'elenco è contenuto un riferimento al servizio di assistenza clienti per la risoluzione dei problemi.

Non appena si accende l'apparecchio, si avvia il monitoraggio del sistema. Dopo l'avvio del software di controllo, le anomalie dell'apparecchio vengono visualizzate per mezzo di segnalazioni di errore, le quali consistono in un codice di errore e un messaggio di errore.

In seguito viene descritta una serie di possibili anomalie che possono essere risolte in parte dall'utilizzatore stesso. Confermare il messaggio di errore ed eseguire le misure di risoluzione dei problemi.

Un controllo del flusso viene sempre effettuato immediatamente prima dell'inizio della misurazione. Un errore di flusso viene registrato non appena il flusso effettivo ± 10 ml/min si discosta dal flusso nominale.

I file di log possono essere registrati per l'analisi degli errori. Attivare la registrazione dei file di log dopo aver consultato il servizio di assistenza clienti. Il software memorizza i file di log nella directory ...\\multiWin\\LOG.

Possono essere creati e salvati i seguenti file:

- multiWin_LOG.*
un file di log per i messaggi di errore, generato sempre automaticamente,
- multiWin_ADU.*
un file di log per il monitoraggio del rivelatore NDIR, generato automaticamente dopo l'attivazione.

Attivare il monitoraggio del rivelatore NDIR.

- ▶ Tramite il comando di menu **Instrument | Component Test**, aprire la schermata **Component Test**, scheda **Optical bench**.
- ▶ Attivare l'opzione **Optical bench** con un segno di spunta.

Segnalare l'errore al servizio di assistenza clienti.

- ▶ Copiare la directory ...\\multiWin\\LOG. Per questa operazione, usare il comando **Copy ..\\multiWin\\LOG*.*** nel menu **Instrument | System parameters**, scheda **Error analysis**.
- ▶ Inviare via e-mail l'elenco al servizio di assistenza clienti. Vedere la copertina interna per l'indirizzo del servizio di assistenza.

7.1 Messaggi di errore del software

Codice di errore: messaggio di errore	VERS: Communication error – incorrect command set between PC and device!
Causa	Risoluzione
La versione interna ed esterna del programma non corrispondono.	Aggiornare il programma interno ed esterno.
Codice di errore: messaggio di errore	VERS1: Communication error – analyzer
Causa	Risoluzione
Analizzatore non acceso.	Accendere l'analizzatore.
Il software multiWin è stato avviato troppo presto.	Avviare il software solo dopo 30 s.
Analizzatore non collegato al PC.	Controllare il collegamento dell'analizzatore con il PC.
Utilizzo dell'interfaccia COM errata nel computer esterno.	- Controllare l'interfaccia sul computer esterno. - Se necessario, selezionare un'altra interfaccia nel software (con il comando di menu Configuration Interface).
Codice di errore: messaggio di errore	-6: Analyzer is busy
Causa	Risoluzione
Analizzatore occupato per > 10 min	Inizializzare l'analizzatore.
Codice di errore: messaggio di errore	-5: Communication error – analyzer STAT, MESS, STEP or INIT
Causa	Risoluzione
Errore di comunicazione	Inizializzare l'analizzatore.
Codice di errore: messaggio di errore	-4: Communication error – analyzer
Causa	Risoluzione
Errore di comunicazione	- Controllare il cavo di interfaccia. - Inizializzare l'analizzatore.
Codice di errore: messaggio di errore	-3: Command from the analyzer CRC error
	-2: CRC error
	-1: Invalid command from the analyzer
Causa	Risoluzione
Errore di comunicazione	Inizializzare l'analizzatore.
Codice di errore: messaggio di errore	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
Causa	Risoluzione
Connessione disturbata tra il programma interno e quello esterno	Inizializzare l'analizzatore.

Codice di errore: messaggio di errore	7: COM 2 not found 8: COM 3 not found 9: COM 4 not found
Causa	Risoluzione
Problemi con l'hardware interno	Spegnere/accendere l'analizzatore.
Codice di errore: messaggio di errore	10: Gas pressure error
Causa	Risoluzione
Contropressione nel sistema di analisi troppo alta: l'alimentazione del gas trasportatore viene automaticamente interrotta per proteggere l'analizzatore. Indicazione del flusso In di circa 0 ml/min. La pompa del condensato si avvia per ridurre la sovrappressione nel sistema.	- Per eliminare l'errore, eseguire le seguenti misure nella sequenza indicata. - Allentare l'attacco inferiore delle trappole di condensazione.  ATTENZIONE! Pericolo di corrosione! La soluzione acida può fuoriuscire. Indossare i dispositivi di protezione. - Controllare il livello di riempimento del recipiente di condensazione per il TIC. Se il liquido si trova oltre il raccordo laterale della pompa del condensato, allentare il tubo 11 sul fondo del recipiente di condensazione per il TIC. Far fuoriuscire la soluzione acida.  ATTENZIONE! Pericolo di corrosione! Indossare i dispositivi di protezione. In seguito aprire la parete laterale sinistra. Se necessario, far fuoriuscire la soluzione acida anche dalla serpentina di condensazione. Per farlo, scollegare il collegamento sferico tra il tubo di combustione e la serpentina di condensazione. - Individuare il componente che causa l'errore di pressione del gas, vedere sotto.
Trappola di condensazione occupata.	- Reinizializzare l'analizzatore. - Controllare se si ripresenta l'errore di pressione del gas. In caso contrario, cambiare le trappole di condensazione.
Nessun flusso di gas all'uscita del gas di misurazione a causa dell'attorcigliamento del tubo per la gassificazione del campione	Controllare il tubo. Se necessario, eliminare l'eventuale piega.
Intasamento della serpentina di condensazione a causa delle sfere del catalizzatore	- Interrompere il flusso del gas di misurazione tra il tubo di combustione e la serpentina di condensazione. Controllare se si ripresenta l'errore di pressione del gas. In caso contrario, sciacquare la serpentina di condensazione con acqua ultrapura. - Quando si cambia il catalizzatore, assicurarsi di inserire abbastanza lana di quarzo per il primo strato.
- Tubo di combustione "salinizzato". (Quando si analizzano campioni molto salini, il sale può accumularsi nel tubo di combustione.) - Tappetino HT consumato per via dell'analisi di campioni molto salini.	Sostituire il feltro HT nel tubo di combustione o cambiare il catalizzatore. Selezionare la misura da adottare in base al numero di misurazioni con l'attuale contenuto del catalizzatore e alla sua attività.
Alimentazione del gas nella testa del fornello ostruita.	Pulire l'alimentazione del gas nella testa del fornello.

Codice di errore: messaggio di errore	11: Change-over valve timing error
Causa	Risoluzione
- La valvola di commutazione non gira. - La valvola di commutazione non smette di girare.	- Inizializzare l'analizzatore. - Controllare le posizioni della valvola (tramite il comando di menu Instrument Component Test, scheda Valves).
Codice di errore: messaggio di errore	12: Incorrect version number
Causa	Risoluzione
La versione del software di controllo non corrisponde a quella del software del computer interno.	Eseguire un aggiornamento del software.
Codice di errore: messaggio di errore	13: No connection to sampler
Causa	Risoluzione
- Campionatore non acceso - Cavo di collegamento non attaccato o difettoso	- Accendere il campionatore e inizializzare l'analizzatore. - Controllare il cavo di collegamento.
Codice di errore: messaggio di errore	15: No gas pressure
Causa	Risoluzione
Collegamento del gas non disponibile o difettoso	Collegare il gas trasportatore. Controllare la pressione in ingresso.
Codice di errore: messaggio di errore	20: No connection to optics (NDIR)
	21: CRC error optics
	22: Status error optics
	26: Optics error; incorrect command return
Causa	Risoluzione
- Errore di comunicazione - Rivelatore NDIR difettoso	- Inizializzare l'analizzatore. - Informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	24: Optics error, analog values out of range
Causa	Risoluzione
I valori analogici del rivelatore sono al di fuori del campo di lavoro.	- Controllare la qualità del gas trasportatore. - Inizializzare l'analizzatore e controllare i valori analogici con un test dei componenti.
Codice di errore: messaggio di errore	27: Optics error, analog values out of range
Causa	Risoluzione
I valori analogici del rivelatore sono al di fuori del campo di lavoro.	- Controllare la qualità del gas trasportatore. - Nel caso dei metodi per i solidi e del collegamento del modulo HT 1300: Impostare per il flusso del gas trasportatore un valore più alto del flusso di aspirazione. - Inizializzare l'analizzatore e controllare i valori analogici con un test dei componenti.
Codice di errore: messaggio di errore	30: No connection to N sensor
Causa	Risoluzione
- Il rivelatore CLD non è acceso. - Cavo di collegamento non attaccato o difettoso - Collegamento errato	- Accendere il rivelatore. - Controllare il cavo di collegamento. - Controllare il collegamento.

Codice di errore: messaggio di errore	40: No connection to the syringe pump
Causa	Risoluzione
■ Nessuna comunicazione tra l'analizzatore e la pompa a siringa	■ Inizializzare l'analizzatore. ■ Spegnerne il PC, riaccenderlo e inizializzare l'analizzatore.
Codice di errore: messaggio di errore	80: No connection to temperature controller
Causa	Risoluzione
■ Nessun collegamento con il modulo per solidi ■ Modulo per solidi non acceso ■ Collegamento errato	■ Controllare il cavo di collegamento. ■ Accendere il modulo per solidi opzionale. ■ Controllare il collegamento.
Codice di errore: messaggio di errore	81: Thermocouple HT furnace interruption (HT) / UV cover open (UV)
Causa	Risoluzione
■ Termocoppia difettosa ■ Fornetto non collegato ■ Temperatura troppo alta in corrispondenza del fornello	■ Informare il servizio di assistenza. ■ Collegare il fornello. ■ Informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	84: Communication error HT furnace temperature controller
Causa	Risoluzione
■ Errore di comunicazione	■ Informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	86: No external furnace found
Causa	Risoluzione
■ Nessun collegamento con il modulo per solidi	■ Controllare il cavo di collegamento.
Codice di errore: messaggio di errore	111: Rotator error
Causa	Risoluzione
■ L'azionamento non è posizionato correttamente, ad esempio, è bloccato. ■ Azionamento difettoso.	■ Inizializzare l'analizzatore. ■ Se l'errore non può essere corretto, informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	112: Swivel drive error
Causa	Risoluzione
■ L'azionamento non è posizionato correttamente, ad esempio, è bloccato. ■ Azionamento difettoso.	■ Inizializzare l'analizzatore. ■ Se l'errore non può essere corretto, informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	113: Lifting drive error / Sampler: z drive error (steps lost)
Causa	Risoluzione
■ L'azionamento non è posizionato correttamente, ad esempio, è bloccato. ■ Azionamento difettoso.	■ Inizializzare l'analizzatore. ■ Se l'errore non può essere corretto, informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	114: Rack detection error
Causa	Risoluzione
■ Vassoio dei campioni non posizionato correttamente.	■ Risistemare il vassoio dei campioni, facendo attenzione che scatti in posizione. ■ Inizializzare l'analizzatore.

Codice di errore: messaggio di errore	115: Wrong rack
Causa	Risoluzione
Impostazione nel software di un vassoio dei campioni sbagliato.	- Controllare le impostazioni del software. - Se necessario, impostare un altro vassoio dei campioni.
Codice di errore: messaggio di errore	116: Unknown sampler command
Causa	Risoluzione
Errore di comunicazione	Informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	200: Restart computer in the analyzer
Causa	Risoluzione
- Reset del computer interno - Sovratensione - Breve mancanza di corrente	- Quando la spia LED di stato si accende, inizializzare l'analizzatore. - In caso di ripetizione, osservare esattamente quando si verifica l'errore. Fare attenzione alla riga di stato.
Codice di errore: messaggio di errore	201: Restart the internal program
Causa	Risoluzione
Errore interno del programma	- Inizializzare l'analizzatore. - In caso di ripetizione, osservare esattamente quando si verifica l'errore. Fare attenzione alla riga di stato!
Codice di errore: messaggio di errore	202: File method.txt not found
	203: File init.cnf not found
Causa	Risoluzione
Errore di programma	Informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	401: Syringe pump: Initialization
	402: Syringe pump: invalid command
	403: Syringe pump: invalid operand
	404: Syringe pump: faulty command sequence
Causa	Risoluzione
- Errore di comunicazione - Pompa a siringa difettosa	- Inizializzare l'analizzatore. - Informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	407: Syringe pump: syringe pump not initialized
Causa	Risoluzione
- Analizzatore non ancora inizializzato dopo l'accensione. - Reset della pompa a siringa	Inizializzare l'analizzatore.
Codice di errore: messaggio di errore	409: Syringe pump: pump sluggish
Causa	Risoluzione
Ostruzione di un tubo	- Individuare ed eliminare la causa dell'errore. - Pulire o sostituire il tubo. - Inizializzare l'analizzatore.
Pompa a siringa difettosa	Informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	410: Syringe pump: valve sluggish
Causa	Risoluzione
- Pompa a siringa difettosa - Valvola rotta	Informare il servizio di assistenza.

Codice di errore: messaggio di errore	411: Syringe pump: pump step not permitted
	415: Syringe pump: invalid command
Causa	Risoluzione
■ Errore di comunicazione ■ Pompa a siringa difettosa	■ Inizializzare l'analizzatore. ■ Informare il servizio di assistenza.
Codice di errore: messaggio di errore	MESSx: Analyzer error: MESSx measurement is cancelled
Causa	Risoluzione
■ Errore apparecchio	■ Inizializzare l'analizzatore. ■ Confermare l'errore. Fare attenzione all'indicazione riportata nella schermata System state. ■ Individuare ed eliminare la causa dell'errore dell'apparecchio.
Codice di errore: messaggio di errore	Peltier temperature outside range
Causa	Risoluzione
■ Il raffreddamento Peltier non è sufficiente.	■ Informare il servizio di assistenza. ■ Sostituire le trappole di condensazione al termine di una riparazione.
Codice di errore: messaggio di errore	Minimum sample volume > cup volume
Causa	Risoluzione
■ Nel caso di un caricamento del campione con un campionatore: volume del campione selezionato troppo grande Numero di determinazioni troppo alto	■ Controllare le impostazioni nel metodo: volume del campione/volume di lavaggio. ■ Adattare il numero di determinazioni (misurazioni ripetute) al volume del recipiente.

7.2 Errore di stato

Gli errori di stato sono visualizzati in rosso o giallo nella schermata **System state**.

Errore indicato	In 160 ml/min; Out < 150 ml/min
Causa	Risoluzione
■ Dado di raccordo sul tubo di combustione o sullo canale di trasferimento non serrato correttamente (dopo la sostituzione del catalizzatore). ■ Alimentazione del gas trasportatore verso la testa del fornello o il canale di trasferimento non collegata correttamente (dopo la sostituzione del catalizzatore). ■ Anelli di tenuta sul tubo di combustione difettosi (gravemente deformati) o non spinti (dopo la sostituzione del catalizzatore). ■ Perdite nel connettore FAST del recipiente di condensazione per il TIC ■ Collegamento allentato in corrispondenza del sistema delle trappole di condensazione (dopo la sostituzione delle trappole di condensazione o la manutenzione della trappola per alogeni)	■ Controllare che i raccordi filettati siano completi e non siano deformati. Stringere se necessario. ■ Controllare l'alimentazione del gas trasportatore, in particolare il connettore FAST sulla parete dell'analizzatore e il raccordo filettato sulla testa del fornello. ■ Controllare tutti i giunti delle trappole di condensazione. Se necessario, sostituire il connettore FAST.

▪ Perdite nel collegamento tra il tubo di combustione e la serpentina di condensazione o nei raccordi filettati	▪ Controllare il collegamento tra il tubo di combustione e la serpentina di condensazione, in particolare la sistemazione del morsetto a forcina.
▪ Tubo di combustione difettoso (fessurazioni, aree rotte sul bordo) ▪ Recipiente di condensazione per il TIC difettoso (aree rotte in corrispondenza dei collegamenti)	▪ Controllare le parti in vetro. Sostituire se necessario.
▪ Trappole di condensazione occupate ▪ Perdite nel tubo della pompa del condensato	▪ Sostituire le trappole di condensazione. ▪ Controllare la pompa del condensato. Sostituire il tubo, se necessario.
Errore indicato	In 160 ml/min; Out < 150 ml/min; Out > 170 ml/min
Causa	Risoluzione
▪ MFM (misuratore di portata massica) difettoso	▪ Controllare il flusso, se possibile, con un misuratore di portata massica esterno, per confermare l'errore. ▪ Informare il servizio di assistenza.
▪ Contenuto della trappola per alogeni consumato.	▪ Controllare la trappola per alogeni.
Errore indicato	In < 160 ml/min; Out < 150 ml/min
Causa	Risoluzione
▪ Nessun gas trasportatore ▪ Perdite nel tubo	▪ Aprire il gas trasportatore sul riduttore di pressione. ▪ Cercare ed eliminare le perdite.
▪ Pressione in ingresso dell'alimentazione del gas trasportatore troppo bassa	▪ Impostare correttamente la pressione in ingresso del gas trasportatore.
▪ Il pressostato nell'analizzatore è scattato, contemporaneamente al messaggio di errore 10: Gas pressure error.	▪ Vedere eliminazione 10: Gas pressure error
▪ MFC difettoso	▪ Informare il servizio di assistenza.
Errore indicato	In < 160 ml/min; Out = 160 ± 5 ml/min
▪ Nessun gas trasportatore	▪ Aprire il gas trasportatore sul riduttore di pressione.
▪ Pressione in ingresso dell'alimentazione del gas trasportatore troppo bassa	▪ Impostare correttamente la pressione in ingresso del gas trasportatore.
▪ MFM difettoso	▪ Informare il servizio di assistenza.
Errore indicato	In 160 ml/min; Out > 170 ml/min
Causa	Risoluzione
▪ Raffreddamento Peltier non sufficiente, allo stesso tempo messaggio di errore Peltier temperature outside range.	▪ Controllare il raffreddamento dall'alto del recipiente di condensazione per il TIC. Se si forma della condensa nel blocco di raffreddamento, significa che il raffreddamento funziona.
▪ MFC difettoso	▪ Informare il servizio di assistenza.
Errore indicato	In; Out = 0 ml/min
Causa	Risoluzione
▪ Ostruzione di un tubo	▪ Rimuovere e lavare il tubo ostruito. Poi reinstallarlo. ▪ Sostituire il tubo ostruito.
▪ Nessun metodo caricato.	▪ Caricare il metodo.

Errore indicato	Valori del rivelatore NDIR mostrati in giallo in Optical bench .
I valori analogici del rivelatore sono al limite del campo di lavoro.	- Controllare la trappola per alogeni. Se necessario, sostituirla con il contenuto. - Contattare il team addetto alle applicazioni per eventuali suggerimenti in merito alle istruzioni di applicazione nel caso di matrici di campioni difficili.

I valori analogici del rivelatore NDIR, i valori ADU, possono essere controllati nel software con il comando di menu **Instrument | Component Test**, sulla scheda **Optical bench**.

Anche se i valori ADU sono mostrati in giallo, si può ancora misurare. Il display avverte che il rivelatore sta uscendo dal campo di lavoro ottimale.

I livelli di ADU stanno lentamente diminuendo a causa dell'invecchiamento. Se i valori scendono nel giro di poche analisi, i componenti del gas di analisi stanno probabilmente danneggiando il rivelatore.

7.3 Errore apparecchio

Questo paragrafo descrive una serie di errori dell'apparecchio e problemi analitici, alcuni dei quali possono essere risolti dall'operatore stesso. Gli errori dell'apparecchio descritti sono di solito chiaramente riconoscibili. I problemi analitici portano di solito a risultati di misurazione poco plausibili. Se le soluzioni suggerite non hanno successo e se tali problemi si verificano frequentemente, informare il servizio di assistenza clienti di Analytik Jena.

Errore	Trappole di condensazione occupate
Causa	Risoluzione
- Vita utile delle trappole di condensazione scaduta. - Misurazione di campioni con forte formazione di aerosol	Cambiare la trappola di condensazione.
Errore	Valori di misura di dispersione
Causa	Risoluzione
- Contenuto del tubo di combustione consumato. - Dosaggio errato. - Cannula danneggiata. - Campioni disomogenei	- Sostituire il catalizzatore. - Controllare il dosaggio. - Sostituire la cannula. - Termostatare i campioni freddi prima dell'analisi. - Filtrare i campioni prima dell'analisi.
Agitazione insufficiente	Agitare i campioni con particelle. Per le misurazioni con campionatore, modificare la velocità di agitazione nel metodo.
I campioni sensibili sono influenzati dall'aria ambiente.	- Impedire l'ingresso di CO₂ o vapori organici dall'aria ambiente. - Controllare le condizioni ambientali ed eliminare la fonte di interferenza. - Coprire le provette sul campionatore con una pellicola di alluminio. - Per le misurazioni manuali, gassificare lo spazio di testa del campione.

Drift base NDIR: criteri di integrazione sfavorevoli Il software interrompe la misurazione troppo presto.	- Controllare le impostazioni del metodo. - Se necessario, aumentare il tempo massimo di integrazione.
Errore	Cannula difettosa
Causa	Risoluzione
- Cannula di iniezione attaccata dalla matrice del campione e dalla temperatura durante l'iniezione. - Cannula ostruita.	- Un eventuale appannamento della cannula è normale. - Sostituire la cannula quando il campione non viene più dosato con un getto, ma viene spruzzato.
Errore	Il campionatore non preleva il campione senza bolle d'aria.
Causa	Risoluzione
Perdite nel tratto di aspirazione del campione	- Controllare i collegamenti dei tubi. - Se necessario, stringere i collegamenti allentati dei tubi con la cannula o la valvola della pompa a siringa.
Cannula di aspirazione del campione ostruita.	- Rimuovere la cannula e pulirla con un bagno a ultrasuoni. - Sostituire la cannula.
- Perdite nella siringa dosatrice - I labbri di tenuta in PTFE del pistone sono danneggiati.	- Rimuovere e controllare la siringa dosatrice. - Sostituire la siringa dosatrice.
Errore	Dosaggio incompleto nei reattori
Causa	Risoluzione
Perdite nella linea di dosaggio	Controllare i collegamenti dei tubi. Se necessario, stringere eventuali collegamenti allentati: tra la pompa a siringa e la valvola di commutazione, tra la valvola di commutazione e la cannula di iniezione, tra la valvola di commutazione e il recipiente di condensazione per il TIC
Errore	Carry-over
Causa	Risoluzione
Lavaggio insufficiente della siringa	Sciacquare la siringa dosatrice con il campione prima dell'iniezione successiva. Per questa operazione, modificare il metodo e inserire "3" nella colonna 1 per la prima misurazione nella sezione Rinse cycles. Nessun lavaggio è solitamente richiesto per tutte le altre misurazioni. Inserire in questa parte "0" nelle colonne della tabella.
Errore	Risultati inferiori ai valori effettivi (in generale)
Causa	Risoluzione
Catalizzatore consumato.	Sostituire il catalizzatore.
Perdite nel sistema	Controllare che il sistema non abbia perdite.
Dosaggio errato	Controllare il dosaggio.
Campioni con particelle non agitati o agitati troppo poco.	Agitare i campioni con particelle.

Errore	Risultati inferiori ai valori effettivi nelle analisi di TC, TOC, NPOC, TNb (analisi del TIC a posto)
Causa	Risoluzione
■ Catalizzatore consumato.	■ In caso di utilizzo di un catalizzatore al platino e con le misurazioni in modalità differenziale (campioni da neutri a leggermente alcalini): il catalizzatore può essere rigenerato. Iniettare acqua ultrapura acidificata (pH <2) sei volte. Raccomandazione: Per ogni serie di analisi, misurare una o due fiale con acqua ultrapura acidificata. ■ Sostituire il catalizzatore. ■ Dopo aver cambiato il catalizzatore, eseguire una calibrazione.
Errore	Risultati inferiori ai valori effettivi nelle analisi del TIC (analisi di TC, TOC, NPOC a posto)
Causa	Risoluzione
■ Mancanza di acido fosforico nel flacone di reagente	■ Riempire il flacone.
■ Dosaggio errato del campione	■ Controllare il dosaggio.
Errore	Risultati inferiori ai valori effettivi nelle analisi del TNb
Causa	Risoluzione
■ Catalizzatore consumato. ■ La concentrazione del campione è superiore all'intervallo calibrato.	■ Sostituire il catalizzatore. ■ Prestare attenzione all'intervallo calibrato. ■ Impiegare la regressione quadratica. ■ Se possibile, calibrare in funzione della matrice. ■ Quando si analizzano sostanze sconosciute, impiegare basse concentrazioni se possibile. Se possibile, diluire il campione. ■ Utilizzare aria sintetica come gas trasportatore.
Errore	Forma insolita del picco nelle analisi di TC e TNb
Causa	Risoluzione
■ Catalizzatore consumato.	■ Nota: allo stesso tempo si riscontrano risultati inferiori ai valori effettivi. Rigenerare o sostituire il catalizzatore.
■ Criteri di integrazione sfavorevoli	■ Controllare i criteri di integrazione nel metodo.
■ Superamento del campo di misura per CLD	■ Diluire il campione.
■ Dosaggio errato	■ Nel caso di un caricamento manuale del campione: Fare attenzione che l'iniezione sia uniforme.

Errore	Analisi del TNb con CLD errate (le analisi del TC sono a posto)
Causa	Risoluzione
■ Collegamento del tubo tra l'analizzatore e il rivelatore difettoso ■ Generatore di ozono difettoso	■ Controllare il collegamento del tubo. ■ Informare il servizio di assistenza.
Errore	Perdite nella pompa del condensato o nella pompa per l'acido fosforico
Causa	Risoluzione
■ Perdite nei collegamenti dei tubi ■ Tubo della pompa difettoso	■ Controllare i collegamenti. ■ Sostituire il tubo.
Errore	Le spie di controllo a 5 V, 24 V sulla barra a LED non sono accese.
Causa	Risoluzione
■ Guasto all'alimentazione elettrica o all'elettronica	■ Controllare i collegamenti elettrici. ■ Controllare l'alimentazione di tensione in laboratorio.
■ Fusibile dell'apparecchio difettoso	■ Informare il servizio di assistenza.
Errore	Il LED di stato sull'analizzatore non è acceso (lockin).
Causa	Risoluzione
■ Il programma interno non si è avviato.	■ Spegner e riaccendere l'analizzatore con l'interruttore principale.
Errore	La spia di controllo Heating sulla barra a LED non è accesa.
Causa	Risoluzione
■ Impostazione errata della temperatura nel software	■ Controllare l'impostazione della temperatura in Configuration Options, scheda Analyzer components.
■ Termocoppia difettosa (fornetto) La spia di controllo "broken Thermocouple" nella barra a LED è accesa.	■ Informare il servizio di assistenza.
■ Componente elettronico difettoso	■ Informare il servizio di assistenza.
■ Fornetto di combustione non collegato correttamente	■ Controllare il collegamento del fornello di combustione.

8 Trasporto e conservazione

8.1 Trasporto

Durante il trasporto, osservare le indicazioni di sicurezza riportate nel paragrafo "Indicazioni di sicurezza".

Evitare durante il trasporto:

- scuotimenti e vibrazioni
Pericolo di danni dovuti a urti, scuotimenti o vibrazioni!
- grandi variazioni di temperatura
Pericolo di formazione di condensa!

8.1.1 Preparazione dell'analizzatore per il trasporto



ATTENZIONE

Pericolo di ustioni sul fornello!

Il fornello di combustione è ancora molto caldo dopo lo spegnimento dell'apparecchio. C'è pericolo di ustioni.

- Lasciare raffreddare l'apparecchio prima di rimuovere il fornello di combustione.
-



ATTENZIONE

Pericolo di lesioni

C'è pericolo di lesioni da vetri rotti quando si maneggiano parti in vetro.

- Prestare particolare attenzione alle parti in vetro.
-



NOTA

Rischio di danni all'apparecchio a causa dell'utilizzo di materiale di imballaggio inadeguato

- Trasportare l'apparecchio e i suoi componenti solo nella confezione originale.
 - Prima di trasportare l'apparecchio, svuotarlo completamente e sistemare tutti i dispositivi di fissaggio previsti per il trasporto.
 - Inserire nella confezione un essiccante adatto per impedire danni da umidità.
-

Preparare l'analizzatore per il trasporto, procedendo nel modo indicato di seguito.

- ▶ Sciacquare con acqua ultrapura la pompa per l'acido fosforico e i relativi tubi. Svuotare i componenti.
- ▶ Spegnerne l'analizzatore con l'interruttore principale. Lasciare raffreddare l'apparecchio.
- ▶ Interrompere l'alimentazione del gas. Togliere la spina di alimentazione dalla presa.
- ▶ Scollegare tutti i cavi e i tubi del gas sul lato posteriore dell'analizzatore.
- ▶ Aprire gli sportelli dell'analizzatore.

- ▶ Rimuovere il flacone di reagente e la vaschetta di raccolta, nonché gli altri accessori sciolti. Pulire il/i tubo/i strofinandolo/i con una salvietta di carta pulita.
⚠ ATTENZIONE! I tubi contengono residui di acido.
- ▶ Staccare le cannule dai tubi. Infilare le cannule nella relativa confezione.
i NOTA! Sistemare con cautela le cannule nella confezione. Le cannule possono piegarsi.
- ▶ Togliere i tubi dai collegamenti della trappola per alogeni. Staccare la trappola per alogeni dai morsetti.
- ▶ Smontare e svuotare il recipiente di condensazione per il TIC.
- ▶ Imballare le estremità aperte dei tubi in sacchetti protettivi e fissarle nell'analizzatore, ad es. con nastri adesivi.

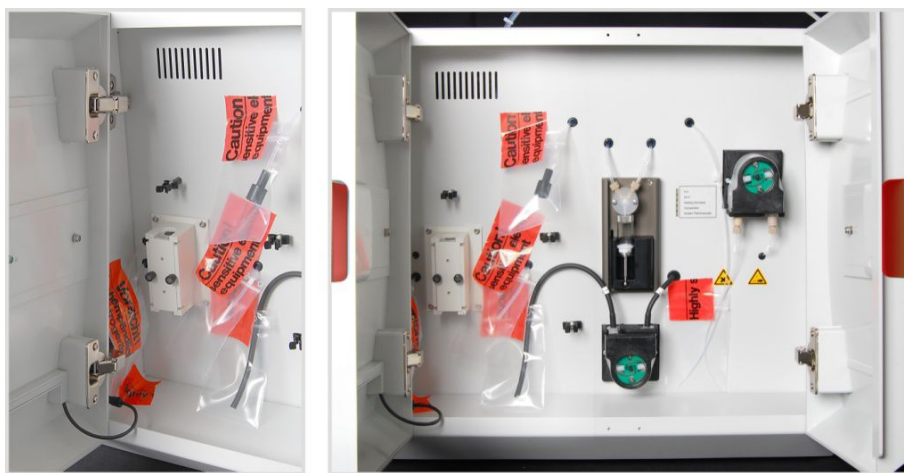


Fig. 75 Componenti fissati dietro gli sportelli anteriori per il trasporto

- ▶ Aprire la parete laterale sinistra.
 - Svitare le quattro viti di fissaggio. Le viti sono imperdibili e rimangono nella parete.
 - Scollegare il terminale di messa a terra. Mettere al sicuro la parete laterale.
- ▶ Rimuovere con attenzione la serpentina di condensazione dal supporto, svuotarla e metterla al sicuro.
- ▶ Smontare il tubo di combustione.
- ▶ Smontare il fornello di combustione.
- ▶ Imballare le estremità libere dei tubi all'interno dell'apparecchio con un sacchetto protettivo e fissarle all'analizzatore con del nastro adesivo.
- ▶ Chiudere la parete laterale sinistra dell'analizzatore.
 - Collegare il terminale di messa a terra alla parete laterale.
 - Stringere le viti sul lato inferiore e poi su quello superiore. Stringere le viti a turno.
- ▶ Posizionare la copertura superiore del fornello e fissarla con del nastro adesivo.
- ▶ Chiudere gli sportelli anteriori dell'analizzatore.
- ▶ Imballare con cura gli accessori. Assicurarsi che le parti in vetro siano imballate in modo che non rischino di rompersi.
- ▶ Imballare l'analizzatore e gli accessori nella confezione originale.
 - ✓ L'analizzatore deve essere imballato in modo sicuro per il trasporto.

Vedere a riguardo anche

📖 Manutenzione e cura [▶ 89]

8.1.2 Preparazione del campionatore AS vario per il trasporto



NOTA

Danni all'apparecchio in caso di trasporto senza l'apposito dispositivo di fissaggio

L'apparecchio può essere danneggiato se viene trasportato senza l'apposito dispositivo di fissaggio.

- Prima di procedere al trasporto, sistemare sempre l'apposito dispositivo di fissaggio.

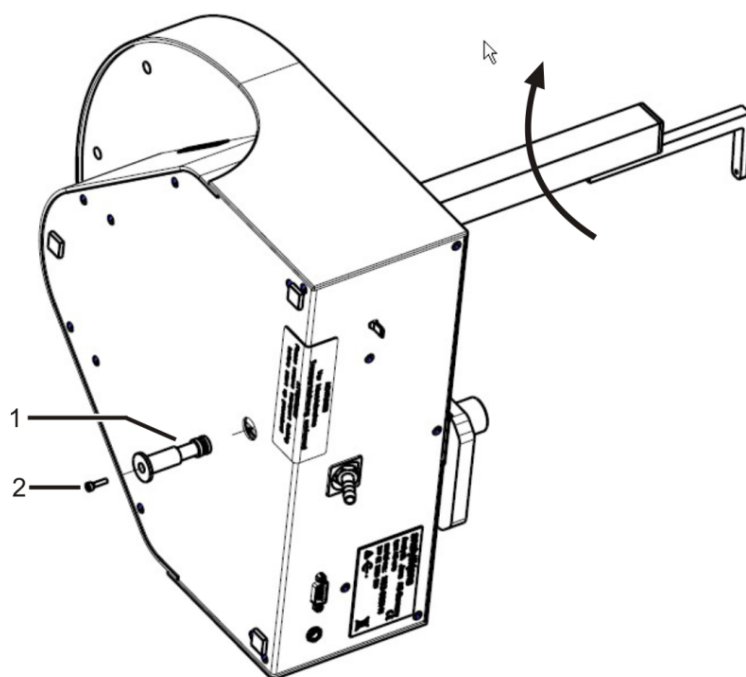


Fig. 76 Fissaggio del campionatore per il trasporto

- 1 Dispositivo di fissaggio per il trasporto 2 Vite M3x12

- ▶ Girare il campionatore su un lato e metterlo al sicuro.
- ▶ Ruotare il braccio del campionatore in senso orario fino all'arresto.
 - ✓ Gli azionamenti sono nella posizione corretta.
- ▶ Spingere il dispositivo di fissaggio per il trasporto nell'apertura della piastra di base fino all'arresto.
- ▶ Fissare il dispositivo di fissaggio per il trasporto con la relativa vite e la chiave a brugola fornita in dotazione.
- ▶ Imballare il campionatore nella confezione originale.
 - ✓ A questo punto, il campionatore può essere trasportato in sicurezza.

8.1.3 Implementazione dell'apparecchio in laboratorio



ATTENZIONE

Pericolo di lesioni durante il trasporto

Far cadere l'apparecchio può causare lesioni e danneggiarlo.

- Procedere con prudenza quando si sposta e si trasporta l'apparecchio. Sollevare e trasportare l'apparecchio solo in due persone.
- Afferrare saldamente la parte inferiore dell'apparecchio con entrambe le mani e sollevarla allo stesso tempo.

Quando si sposta l'apparecchio in laboratorio, osservare quanto indicato di seguito.

- C'è pericolo di lesioni a causa di parti che non sono fissate correttamente! Prima di spostare l'apparecchio, rimuovere tutte le parti sciolte e staccare tutti i collegamenti dall'apparecchio.
- Per ragioni di sicurezza, per il trasporto dell'apparecchio sono necessarie due persone, posizionate sui due lati dell'apparecchio.
- Poiché l'apparecchio non ha maniglie per il trasporto, afferrare saldamente l'apparecchio con entrambe le mani nella parte inferiore. Sollevare l'apparecchio allo stesso tempo.
- Osservare i valori guida e il rispetto dei limiti prescritti dalla legge per il sollevamento e il trasporto di carichi senza ausili.
- Osservare le condizioni per la collocazione dell'apparecchio nel nuovo luogo.

8.2 Conservazione



NOTA

Pericolo di danni all'apparecchio a causa di influenze ambientali

Le influenze ambientali e la formazione di condensa possono portare alla distruzione dei singoli componenti dell'apparecchio.

- Conservare l'apparecchio solo in locali climatizzati.
- Assicurarsi che l'atmosfera sia priva di polvere e vapori corrosivi.

Se l'apparecchio non viene installato subito dopo la consegna o non è richiesto per diverso tempo, deve essere conservato nella confezione originale. Nella confezione o nell'apparecchio si deve inserire un essiccante adatto al fine di evitare danni da umidità.

I requisiti per le condizioni ambientali del luogo di conservazione sono indicati nelle specifiche.

9 Smaltimento

Acque reflue	Durante il funzionamento si generano acque reflue contenenti determinati quantitativi di acido e campione. Smaltire correttamente i rifiuti neutralizzati in conformità alle norme di legge.
Trappola per alogeni	La trappola per alogeni contiene rame e ottone. Contattare l'organismo competente (autorità o azienda di rifiuti), che fornirà le dovute informazioni sul riciclaggio o sullo smaltimento.
Catalizzatore	I particolari catalizzatori contengono $\text{Pt}(\text{Al}_2\text{O}_3)$ o CeO_2. Smaltire correttamente il catalizzatore usato in conformità alle norme di legge. La Analytik Jena ritira il particolare catalizzatore per l'apposito smaltimento. Rivolgersi al servizio di assistenza clienti. Vedere la copertina interna per l'indirizzo.
Analizzatore	Al termine della sua vita utile, l'apparecchio e i suoi componenti elettronici devono essere smaltiti in base alle norme in vigore come rifiuti elettronici.

10 Specifiche

10.1 Dati tecnici

Dati caratteristici generali	Denominazione/tipo	multi N/C 3100 multi N/C 3100 pharma multi N/C 3100 duo
	Dimensioni dell'apparecchio di base (L x A x P)	513 x 464 x 550 mm
	Peso dell'apparecchio di base	30 kg
Dati procedurali	Principio della decomposizione	Ossidazione termocatalitica
	Temperatura di decomposizione	Fino a 950 °C, a seconda del catalizzatore
	Metodo di misurazione	TC, TIC, TOC (metodo differenziale), NPOC, DOC, TN _b , POC
	Alimentazione del campione	Iniezione in flusso
	volume campione	100 ... 1000 µl
	Mobilità delle particelle	Secondo DIN EN 1484
	Principio di rilevamento del carbonio	NDIR (abbinato alla procedura VITA)
	Campo di misura per il TC, TOC, NPOC, TIC	0 ... 30000 mg/l
	Campo di misura per il TC, TOC nei solidi (con modulo per solidi HT 1300)	0 ... 500 mg
Rilevamento dell'azoto	Principio di rilevamento dell'azoto (opzionale)	CLD ChD
	Campo di misura per TN _b (CLD)	0 ... 20000 mg/l
	Campo di misura per TN _b (ChD)	0 ... 10000 mg/l
Controllo del processo	Software di controllo e analisi	multiWin
	Ambito funzionale del software	Grafici in tempo reale, visualizzazione dello stato durante l'analisi, visualizzazione grafica dei risultati di misura, stampa dei risultati Integrità dei dati e conformità alle linee guida farmaceutiche 21 CFR Part 11 e EudraLex Volume 4 Annex 11 nel software farmaceutico
Alimentazione di gas	Opzione 1	Ossigeno ≥4.5
	Opzione 2	Aria sintetica (con bombola di gas compresso) Senza idrocarburi e CO ₂
	Opzione 3	Aria compressa purificata (fornita dal generatore di gas TOC) CO ₂ <1 ppm Idrocarburi (come CH ₄) <0,5 ppm

	Pressione in ingresso	400 ... 600 kPa
	Portata	15 l/h, a seconda della modalità di misurazione
	Flusso del gas di misurazione	160 ml/min
	Flusso di espulsione del NPOC	50 ... 160 ml/min
Parametri elettrici	Tensione	115/230 V
	Frequenza	50/60 Hz
	Sistema di protezione	2 T6,3 A H
	Tipica potenza assorbita media	400 VA
	Massima potenza assorbita	500 VA
	Interfaccia con il PC	USB 2.0
	Interfaccia con i moduli/accessori	RS 232
Usare solo fusibili originali di Analytik Jena!		
Condizioni ambientali	Temperatura di esercizio	+10 ... 35 °C (climatizzazione raccomandata)
	Umidità massima	90 % a 30 °C
	Pressione atmosferica	0,7 ... 1,06 bar
	Temperatura di conservazione	5 ... 55 °C
	Umidità durante la conservazione	10 ... 30 % (impiego di essiccante)
	Altitudine (massima)	2000 m
Requisiti minimi del computer di controllo	Processore	Minimo 3,2 GHz
	Disco rigido	Minimo 40 GB
	RAM	Minimo 4 GB
	Risoluzione dello schermo	Minimo 1280 x 780
	Interfaccia USB	Minimo interfaccia 1 USB 2.0 per il collegamento dell'apparecchio di base
	Unità CD/DVD	Per l'installazione del software
	Sistema operativo	Windows 10 o superiore, Windows 7/8.1 è supportato, 32 o 64 bit

10.2 Norme e direttive

Classe di protezione e tipo di protezione L'apparecchio ha una classe di protezione I.

Sicurezza dell'apparecchio L'apparecchio è conforme alle norme di sicurezza.

- EN 61010-1
- EN 61010-2-081
- EN 61010-2-010
- EN 61010-2-051 (per il funzionamento con il campionatore)

Compatibilità elettromagnetica	L'apparecchio è testato in merito all'emissione di interferenze e all'immunità a queste ultime. L'apparecchio soddisfa il requisito relativo all'emissione di interferenze in conformità a ▪ EN 61326-1 (EN 55011, gruppo 1, classe B) L'apparecchio soddisfa il requisito relativo all'immunità alle interferenze in conformità a ▪ EN 61326-1 (requisiti per l'uso in ambienti di base)
Influenze ambientali interne ed esterne	L'apparecchio è stata testato con delle prove di simulazione ambientale alle condizioni previste per il suo utilizzo e trasporto e soddisfa i dovuti requisiti in conformità a: ▪ ISO 9022-2 ▪ ISO 9022-3
Direttive UE	L'apparecchio è conforme ai requisiti della direttiva 2011/65/EU. L'apparecchio è stato costruito e testato secondo norme che rispettano i requisiti indicati dalle direttive UE 2014/35/EU e 2014/30/EU. Esce dallo stabilimento in perfette condizioni tecniche e di sicurezza. Per mantenere queste condizioni e per assicurare un funzionamento senza rischi, l'utilizzatore deve osservare le indicazioni di sicurezza e di lavoro contenute nelle istruzioni per l'operatore. Per gli accessori e i componenti di sistema di altri produttori, attenersi alle rispettive istruzioni per l'operatore.
Direttive per la Cina	L'apparecchio contiene sostanze regolamentate (secondo la direttiva GB/T 26572-2011). La Analytik Jena garantisce che queste sostanze non fuoriusciranno nei prossimi 25 anni con un uso conforme all'impiego previsto e che pertanto con costituiscono un pericolo per l'ambiente e la salute nel corso di questo intervallo.

Indice delle immagini

Fig. 1	Analizzatore con sportelli anteriori aperti	16
Fig. 2	Analizzatore con la parete laterale sinistra aperta	17
Fig. 3	Pompa a siringa	17
Fig. 4	Schema dei tubi.....	18
Fig. 5	Impostazione del flusso di espulsione del NPOC.....	19
Fig. 6	Pompa del condensato	19
Fig. 7	Pompa per l'acido fosforico	19
Fig. 8	Connettori FAST	20
Fig. 9	Raccordo filettato Fingertight	20
Fig. 10	Fornetto di combustione!	21
Fig. 11	Serpentina di condensazione	21
Fig. 12	Modulo di condensazione per il TIC.....	22
Fig. 13	Trappole di condensazione.....	23
Fig. 14	Trappola per alogeni.....	24
Fig. 15	LED di stato	25
Fig. 16	Barra LED (sportello destro aperto)	26
Fig. 17	Retro dell'apparecchio.....	26
Fig. 18	Principio di funzionamento	28
Fig. 19	Requisiti di spazio per multi N/C 3100 con i moduli	39
Fig. 20	Requisiti di spazio per il sistema di misurazione modulare multi N/C 3100 duo	39
Fig. 21	Requisiti di spazio per multi N/C pharma HT con i moduli	40
Fig. 22	Retro dell'apparecchio.....	42
Fig. 23	Campionatore AS 10e	44
Fig. 24	Campionatore AS 21hp	45
Fig. 25	Espulsione in parallelo (a sinistra) e espulsione sequenziale (a destra)	46
Fig. 26	Campionatore fissato all'analizzatore tramite l'apposito supporto	46
Fig. 27	Collegamenti sul lato inferiore del campionatore	48
Fig. 28	Supporto	48
Fig. 29	Collegamento Fingertight.....	49
Fig. 30	Schermata Alignment - sampler	50
Fig. 31	Espulsione in parallelo (a sinistra) e espulsione sequenziale (a destra)	51
Fig. 32	Struttura del campionatore AS vario	53
Fig. 33	Struttura del campionatore AS vario ER	54
Fig. 34	Dispositivo di fissaggio per il trasporto.....	54
Fig. 35	Manicotto con due cannule per un'espulsione non parallela	55
Fig. 36	Collegamento Fingertight.....	56
Fig. 37	Sistema di lavaggio delle cannule sul modello AS vario ER	57
Fig. 38	Attivazione del sistema di lavaggio delle cannule nel metodo.....	58
Fig. 39	Campionatore EPA Sampler	59

Fig. 40	Campionatore POC Sampler	60
Fig. 41	Lato posteriore del campionatore	60
Fig. 42	Collegamenti elettrici	61
Fig. 43	Dispositivo di fissaggio per il trasporto	61
Fig. 44	Montaggio della staffa di agitazione	62
Fig. 45	Posizione delle cannule per le misurazioni del NPOC con modalità di espulsione in parallelo (a sinistra) e non in parallelo (a destra)	63
Fig. 46	Collegamento Fingertight	63
Fig. 47	Modulo per il POC per il funzionamento manuale	65
Fig. 48	Modulo per il POC per il funzionamento automatico	66
Fig. 49	Rivelatore a chemiluminescenza (CLD)	69
Fig. 50	Collegamenti sulla parete posteriore del modulo per solidi	71
Fig. 51	Dati sulla nuova calibrazione	75
Fig. 52	Dati attuali sui campioni	77
Fig. 53	Dati sulla calibrazione eseguita	78
Fig. 54	Abbinamento di una calibrazione a un metodo (3 intervalli di calibrazione)	80
Fig. 55	Vassoio per la diluizione	85
Fig. 56	Vassoio per la diluizione	87
Fig. 57	Regolazione del campionatore	91
Fig. 58	Punti di regolazione sul vassoio dei campioni	92
Fig. 59	Installazione delle cannule (in questa immagine: 2 cannule per la modalità di espulsione in parallelo)	93
Fig. 60	Regolazione del campionatore	94
Fig. 61	Regolazione della posizione 1	94
Fig. 62	Installazione della cannula e del dispositivo di fissaggio	96
Fig. 63	Regolazione del campionatore	96
Fig. 64	Regolazione della posizione 1	97
Fig. 65	Regolazione della cannula sul reattore POC	97
Fig. 66	Collegamento del terminale di messa a terra sulla parete laterale	98
Fig. 67	Regolazione dell'espulsione	99
Fig. 68	Impostazione del flusso di espulsione del NPOC	100
Fig. 69	Connettore FAST, a gomito	103
Fig. 70	Sostituzione del collegamento Fingertight	104
Fig. 71	Sostituzione delle trappole di condensazione sul lato anteriore	116
Fig. 72	Sostituzione delle trappole di condensazione sulla scatola del gas	117
Fig. 73	Sostituzione della trappola per alogeni	119
Fig. 74	Sostituzione della cartuccia adsorbente	121
Fig. 75	Componenti fissati dietro gli sportelli anteriori per il trasporto	135
Fig. 76	Fissaggio del campionatore per il trasporto	136