

Bedienungsanleitung

ZEEnit 650 P Atomabsorptionsspektrometer



Hersteller	Analytik Jena GmbH+Co. KG Konrad-Zuse-Str.1 07745 Jena • Deutschland	
	Fax + 49 3641 / 77 92 79 E-Mail info@analytik-jena.com	
Service	Analytik Jena GmbH+Co. KG Konrad-Zuse-Str. 1 07745 Jena • Deutschland Telefon + 49 3641 / 77-7407 (Hotlir	

E-Mail service@analytik-jena.com



Für einen ordnungsgemäßen und sicheren Gebrauch diesen Anleitungen folgen.

Für späteres Nachschlagen aufbewahren.

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

Dokumentationsnummer 150:701.23

AusgabeD (04/2025)Ausführung der Techni-Analytik Jena GmbH+Co. KG

Ausführung der Technischen Dokumentation

© Copyright 2025, Analytik Jena GmbH+Co. KG

Inhalt

1	Grundlegende Informationen	7
1.1	Hinweise zur Benutzeranleitung	7
1.2	Bestimmungsgemäße Verwendung	8
r	Ciele autoritaria anticipation	•
Z 2 1	Sichemeilsanweisungen	و
2.1	Warnschilder am ZEEnit 650 D	9
2.2	Anforderungen an des Redienpersonal	
2.2	Anoruerungen an das beutenpersonal	12
2.4	Sicherheitshinweise Hanspolt und Austellen	12
2.5	Sicherheitshinweise Deuteb	12
2.2.1	Sicherneitsnihweise Elektrik	10
2.2.2	Gelanren im Betrieb Graphitronroiens	14
2.5.5 2.5.4	Sicherheitshinweise Zur Bildung von Ozon und giftigen Dampten	14
2.5.4	Sicherneitsninweise Druckgasbenalter und -anlagen	15
2.5.5	Umgang mit Proben, Hilfs- und Betriebsstoffen	15
2.5.6	Dekontamination hach biologischen Verunreinigungen	16
2.6 2.7	Verhalten im Notfall Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur	16 17
2.7		
3	Funktion und Aufbau des ZEEnit 650 P	18
3.1 2.1.1	Funktionsprinzip des ZEEnit 650 P	18
3.1.1 2.1.2	AAS-Techniken mit dem ZEEnit 650 P	18
3.1.2	Optisches Prinzip	19
3.1.3	Messprinzip	20
3.2	Elektrothermischer Atomisator mit Zeeman-Magnet	.23
3.2.1	Der Zeeman-Graphitrohrofen	24
3.2.2	Der Zeeman-Magnet	25
3.2.3	Gasstrome	26
3.2.4	Graphitrohrvarianten, Ofenteile und Einsatze	27
3.2.5	Strahlungssensor	28
3.2.6	Ufenkamera	28
3.3	Zubehor für Graphitrohrtechnik	.29
3.3.1	Probengeber AS-GF	29
3.3.2	Mobiles Kühlaggregat KM 5	30
3.3.3	Feststoffprobengeber SSA 600 und SSA6	30
3.4	Hg/Hydridsysteme	31
3.5	Die Probengeber AS-F und AS-FD als Zubehör für die Hydrid- und HydrEA-Technik	31
3.6	Lampenwechsler und Lampen	33
4	Installation und Inbetriebnahme	35
4.1	Aufstellbedingungen	35
4.1.1	Umgebungsbedingungen	36
4.1.2	Platzbedarf und Gewicht	36
4.1.3	Energieversorgung	37
4.1.4	Gasversorgung / Gase in der Graphitrohrtechnik	38
4.1.5	Absaugvorrichtung	39
4.1.6	Wasserkühlung	39
4.1.7	Geräteanordnung und Platzbedarf	40
4.2	Versorgungs- und Steueranschlüsse	42
4.3	Transportsicherung entfernen	44
4.4	Das ZEEnit 650 P aufstellen	45
4.5	Mobiles Kühlaggregat KM 5 installieren	45
4.6	Installation und Start des Programms ASpect LS	45
4.7	Bestückung des Lampenwechslers und Lampenjustierung	46
4.7.1	Hohlkatodenlampe und ausbauen	47
4.7.2	Deuterium-Hohlkatodenlampe aus- und einbauen	47
4.7.3	Lampenwechsler in ASpect LS einrichten	48

4.7.4	Lampen justieren	50
4.8	Graphitrohrtechnik	52
4.8.1	Anschlüsse im Probenraum für Graphitrohrtechnik	52
4.8.2	Voreinstellungen in der Software zur Graphitrohrtechnik	53
4.8.3	Graphitrohr in den Graphitrohrofen einsetzen	53
4.8.4	Graphitrohr formieren	56
4.8.5	Graphitrohr reinigen / ausheizen	56
4.9	Probengeber AS-GF	57
4.9.1	Probengeber komplettieren und installieren	57
4.9.2	AS-GF justieren	60
4.9.3	Probengeber AS-GF deinstallieren	61
4.10	Hinweis zur Installation des automatischen Feststoffprobengebers SSA600	61
4.11	Installationen für den Hydrid-/HydrEA-Betrieb	62
4.11.1	Küvetteneinheit für Hydridsysteme installieren	62
4.11.2	Installation für automatisierten Hydrid-/HydrEA-Betrieb	63
4.12	Inbetriebnahme des ZEEnit 650 P mit Zubehör	65
4.12.1	Einschaltreihenfolge, täglicher Arbeitsbeginn	65
4.12.2	Ausschaltreihenfolge	65
5	Pflege und Wartung	66
5.1	Wartungsübersicht	67
5.2	Grundgerät	
5.2.1	Sicherungswechsel	
5.2.2	Probenraum reinigen	
5.3	Graphitrohrofen	
5.3.1	Graphitrohrofen warten	
5.3.2	Ofenfenster reinigen	69
5.3.3	Graphitoberflächen reinigen	70
5.3.4	Graphitrohrofen vom Zeeman-Magnet trennen und wieder einfahren	70
5.3.5	Temperatursensorgruppe ausbauen und reinigen	73
5.3.6	Obere Elektrode wechseln	74
5.3.7	Graphitrohrofenmantel und untere Elektrode wechseln	76
5.3.8	Graphitrohr reinigen und wechseln	79
5.4	Probengeber AS-GF	79
5.4.1	Dosierschlauch spülen	80
5.4.2	Dosierschlauch warten	81
5.4.3	Dosierspritze wechseln	82
5.4.4	Reinigen nach Gefäßüberlauf	83
5.5	Autosampler AS-F, AS-FD	84
5.5.1	Mischgefäß des AS-FD spülen	84
5.5.2	Kanülen mit Führung am Probengeberarm des AS-FD wechseln	84
5.5.3	Kanüle am Probengeberarm des AS-F wechseln	
5.5.4	Ansaugschlauch wechseln	
5.5.5	Schlauchset für Verdünnungsmittel und Spülflüssigkeit am AS-FD wechseln	
5.5.6	Reinigen nach Gefäßüberlaut	
5.6	Mobiles Kuhlaggregat KM 5	86
5./	Versorgungsanschlusse	8/
6 7	ו ransport des ZEEnit אין דער אין אין אין דער אין	88
1	Entsorgung	89
8	Spezifikationen	90
8.1	lechnische Daten	90
8.1.1	Daten zum ZEEnit 650 P	
8.1.2	Mindestantorderungen der Software	94
8.1.3	Daten zur Graphitrohrtechnik	
8.1.4	Daten zu Probengebern für Hydrid- und HydrEA-Technik	
ö.2	KICHUIMIEN UND NORMEN	9/

Abbildungen

Abb. 1	Warnschilder im Probenraum und Lampenraum des ZEEnit 650 P	. 10
Abb. 2	Warnschilder auf der Rückseite des ZEEnit 650 P	. 11
Abb. 3	ZEEnit 650 P	. 18
Abb. 4	Optikschema des ZEEnit 650P	. 20
Abb. 5	Grundprinzip der transversalen inversen Zeeman-	
	Atomabsorptionsspektroskopie	. 22
Abb. 6	Zeeman-Graphitrorhofen	. 24
Abb. 7	Graphitrohrofen, geöffnet	. 25
Abb. 8	Innere und äußere Gasströme im Graphitrohrofen	. 27
Abb. 9	Graphitrohrvarianten	. 27
Abb. 10	Ofenmantel, Adapter und Einsätze	. 28
Abb. 11	Probengeber AS-GF	. 29
Abb. 12	Feststoffprobengeber für ZEEnit	. 31
Abb. 13	Probengeber AS-FD mit separatem Fluidik-Modul	. 32
Abb. 14	Aufbau des Lampenwechslers	. 34
Abb. 15	Maße ZEEnit 650 P vorn	. 41
Abb. 16	Maße ZEEnit 650 P - Draufsicht	. 41
Abb. 17	Aufstellskizze ZEEnit 650 P	. 42
Abb. 18	Netzschalter und Leiste für Versorgungs- und Steueranschlüsse auf der	
	rechten Seite des ZEEnit 650 P	. 43
Abb. 19	Leiste für Versorgungs- und Steueranschlüsse	. 43
Abb. 20	Rückansicht des ZEEnit 650 P mit Anschlüssen für die Gas- und Strom- und	d , ,
	Wasserversorgung, sowie den Sicherungshaltern	. 44
Abb. 21	Aufbau des Lampenwechslers	.4/
Abb. 22	D ₂ -HKL -Halter der im Lampenraum eingebaut	. 48
Abb. 23	D ₂ -HKL mit Halter, aus Lampenraum ausgebaut und abgelegt	. 48
ADD. 24	Fenster Lampe/ Element auswanien	.49
ADD. 25	Fenster Lampenwechsier	.51
ADD.20	Fenster Spektrometer - Energie	. 51 50
ADD. 27	Cuwickstart von ASport I.S. mit Einstellungen zum Granhitrohr	. כ בס
ADD. 20	Coucies and Aspect LS find Enistendingen zum Graphitroni	. 22 E/
ADD. 29	Feißler Ofen - Kontrolle	. 54
Abb 31	AS-GE installioron	رر . 52
APP 35	AS-GE mit Stallschrauba und Justiarschrauba 1 zum Ofan ausrichtan	50 . 50
Δhh 33	AS-GE instigran	60 .
Δhh 34	Position der Evcenterrolle am SSA 600	. 00 62
$\Delta hh 35$	Aufnahme und Küvetteneinheit für Hydridsystem am 7FEnit 650 P	. 02 63
Abb. 36	Hydridsystem HS 60 modular für Hydrid-/HydreA-Betrieb	63
Abb. 37	Fluidik-Modul des AS-ED	64 .
Ahh 38	Arretierungsschrauben Granhitrohrofen	71
Ahh 39	Ausgefahrener Ofen rechte Seite	71
Abb 40	Ausgefahrener Ofen	72
Abb. 41	Ausgefahrener Ofen, offen, linke Seite	. 72
Abb. 42	Ausgefahrener Ofenschlitten	. 73
Abb. 44	Blick von unten auf Ofen mit Strahlungssensorgruppe	. 74
Abb. 45	Ofenwerkzeug	. 75
Abb. 46	Elektrode teilweise herausgedrückt	. 75
Abb. 47	Elektrode mit Einziehwerkzeug an die Backe angesetzt	. 76
Abb. 48	Ofenmantel, teilweise herausgedrückt	. 77

Abb. 49	Ofenmantel, bereit zum Einziehen	78
Abb. 50	Fenster "Probengeber / Funktionstest" in der Software ASpect LS	80
Abb. 51	Dosierschlauch am AS-GF	81
Abb. 52	Dosierer an AS-GF und AS-FD	83

1 Grundlegende Informationen

1.1 Hinweise zur Benutzeranleitung

Das ZEEnit 650 P ist für den Betrieb durch qualifiziertes Fachpersonal unter Beachtung dieser Benutzeranleitung vorgesehen.

Die Benutzeranleitung informiert über Aufbau und Funktion des ZEEnit 650 P und vermittelt dem mit der Analytik vertrauten Bedienpersonal die notwendigen Kenntnisse zur sicheren Handhabung des Gerätes und seiner Komponenten. Die Benutzeranleitung gibt weiterhin Hinweise zur Wartung und Pflege des Gerätes sowie Hinweise auf mögliche Ursachen von Störungen und deren Beseitigung.

KonventionenHandlungsanweisungen mit zeitlicher Abfolge sind nummeriert und zu Handlungsein-
heiten zusammengefasst.

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

Elemente des Steuer- und Auswerteprogramms sind wie folgt gekennzeichnet:

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

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



WARNUNG

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



VORSICHT

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



BEACHTE

Gibt Hinweise zu möglichen Sach- und Umweltschäden.

1.2 Bestimmungsgemäße Verwendung

Das Atomabsorptions-Spektralphotometer ZEEnit 650 P ist ein Kompaktspektrometer mit quergeheiztem Graphitrohratomisator mit Zeeman-Untergrundkorrektur am Ofen und zusätzlich mit Deuterium-Untergrundkorrektur. Das ZEEnit 650 P ist nicht nur für die HydrEA-Technik als Kopplung mit dem Graphitrohrofen, sondern auch für die Hydridtechnik ausgelegt. Im herausgezogenen Zustand des Graphitrohrofens besitzt es eine definierte Aufnahmeposition für die Küvetteneinheit. Für die Hydridtechnik und die HydrEA-Technik stehen Hydridsysteme für Batch- und kontinuierlichen Betrieb als Zubehör zur Verfügung. Der Graphitrohrofen ist in Verbindung mit dem manuellen oder automatischen Feststoffprobengeber für die direkte Feststoffanalyse ausgelegt.

Das ZEEnit 650 P darf nur für die Atomabsorptionsspektrometrie in den Techniken verwendet werden, die in diesem Dokument beschrieben sind. Abweichungen von der in diesem Dokument beschriebenen bestimmungsgemäßen Verwendung führen zu Einschränkungen der Gewährleistung und der Herstellerhaftung im Schadensfall.

Werden im Umgang mit dem ZEEnit 650 P die Sicherheitshinweise nicht beachtet, gilt dies als Abweichung von der bestimmungsgemäßen Verwendung. Sicherheitshinweise finden sich insbesondere am Gerät selbst, im Abschnitt "Sicherheitsanweisungen" S. 9und bei der Beschreibung der jeweiligen Arbeitsschritte.

2 Sicherheitsanweisungen

2.1 Grundlegende Hinweise

Lesen Sie dieses Kapitel zu Ihrer eigenen Sicherheit vor Inbetriebnahme und zum störungsfreien und sicheren Betrieb des ZEEnit 650 P sorgsam durch.

Befolgen Sie alle Sicherheitshinweise, die in diesem Handbuch aufgeführt sind, sowie alle Meldungen und Hinweise, die von der Steuersoftware auf dem Bildschirm angezeigt werden.

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

Hinweise auf mögliche Gefahren ersetzen nicht die zu beachtenden Arbeitsschutzvorschriften.

2.2 Warnschilder am ZEEnit 650 P

Warnschilder am Gerät beachten! Folgende Warnschilder sind am ZEEnit 650 P angebracht:



- 1 Warnschild auf der Innenseite der Tür des Lampenraums
- 2 Warnschild im Probenraum des Graphitrohrofens





- 3 Warnschild auf der Rückseite des ZEEnit 650 P
- 4 Warnschild neben der Anschlusssteckdose
- 5 Warnschild auf der Abdeckung der Netzsicherungen

Abb. 2 Warnschilder auf der Rückseite des ZEEnit 650 P

Auf den Probengebern befindet sich folgendes Warnzeichen:

Warnzeichen	Bedeutung und Geltungsbereich
	Warnung vor spitzem Gegenstand
	An der Kanüle des Probengebers besteht die Gefahr von Stichverlet-
	zungen.

2.3 Anforderungen an das Bedienpersonal

Das ZEEnit 650 P darf nur von qualifiziertem und in den Umgang mit dem Gerät unterwiesenem Fachpersonal betrieben werden. Zur Unterweisung gehören auch das Vermitteln der Inhalte dieser Benutzeranleitung und der Benutzeranleitungen weiterer Systemkomponenten.

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

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

2.4 Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Das Aufstellen des ZEEnit 650 P erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal. Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig. Durch Fehlinstallationen können erhebliche Gefahren entstehen.
- Das ZEEnit 650 P wiegt 170 kg. Verwenden Sie einen Hubwagen zum Transport des Gerätes.
- Für das Umsetzen des Gerätes im Labor sind vier Personen nötig, die das Gerät an vier festeingeschraubten Tragegriffen fassen.
- Gefahr von Gesundheitsschäden durch unsachgemäße Dekontamination! Führen Sie vor der Rücksendung des Gerätes an die Analytik Jena eine fachgerechte Dekontamination aus und dokumentieren sie diese. Das Dekontaminationsprotokoll er-halten Sie vom Service bei Anmeldung der Rücksendung. Die Analytik Jena ist gezwungen, die Annahme von kontaminierten Geräten zu verweigern. Der Absender kann für Schäden, die durch eine unzureichende Dekontamination des Gerätes verursacht werden, haftbar gemacht werden.

Explosionsschutz, Brandschutz

- Das ZEEnit 650 P darf nicht in explosionsgefährdeter Umgebung betrieben 650 P.
- Rauchen oder der Umgang mit offenem Feuer im Betriebsraum des ZEEnit 650 P sind verboten!

2.5 Sicherheitshinweise Betrieb

- Der Bediener des ZEEnit 650 P ist verpflichtet, sich vor jeder Inbetriebnahme vom ordnungsgemäßen Zustand des Geräts einschließlich seiner Sicherheitseinrichtungen zu überzeugen. Dies gilt insbesondere nach jeder Änderung oder Erweiterung bzw. nach jeder Reparatur des Geräts.
- Das Gerät darf nur betrieben werden, wenn alle Schutzeinrichtungen (z.B. Abdeckungen und Türen) vorhanden, ordnungsgemäß installiert und voll funktionsfähig sind. Der ordnungsgemäße Zustand der Schutz- und Sicherheitseinrichtungen ist

regelmäßig zu prüfen. Eventuell auftretende Mängel sind sofort zu beheben. Schutzund Sicherheitseinrichtungen dürfen während des Betriebes niemals entfernt, verändert oder außer Betrieb gesetzt werden.

- Änderungen, Umbauten und Erweiterungen am Gerät dürfen nur nach Absprache mit der Analytik Jena erfolgen. Nichtautorisierte Änderungen können die Sicherheit beim Betrieb des Geräts einschränken und zur Einschränkung bei Gewährleistung und Zugang zu Kundendienst führen.
- Während des Betriebes ist stets die freie Zugänglichkeit zu den Anschlüssen und dem Netzschalter an der rechten Geräteseite und zur Steckdosenleiste zu gewährleisten.
- Die am Gerät vorhandenen Lüftungseinrichtungen müssen funktionsfähig sein. Verdeckte Lüftungsgitter, Lüftungsschlitze usw. können zu Betriebsstörungen oder Geräteschäden führen. Mindestabstände von Gerät und Systemkomponenten zu Wänden und benachbarten Einrichtungen von 150 mm einhalten.
- Verhindern Sie, dass Flüssigkeiten ins Geräteinnere eindringen. Sie können dort einen Kurzschluss verursachen.

2.5.1 Sicherheitshinweise Elektrik

Arbeiten an elektrischen Komponenten des ZEEnit 650 P sind nur von einer Elektrofachkraft entsprechend den geltenden elektrotechnischen Regeln vorzunehmen. Im Gerät treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf! Kontakt mit unter Spannung stehenden Komponenten kann Tod, ernsthafte Verletzungen oder schmerzhaften elektrischen Schock zur Folge haben.

- Der Netzstecker darf nur an eine ordnungsgemäße CEE-Steckdose angeschlossen werden, damit die Schutzklasse I (Schutzleiteranschluss) des Gerätes gewährleistet wird. Das Gerät darf nur an Spannungsquellen angeschlossen werden, deren Nennspannung mit der auf dem Typenschild angegebenen Netzspannung übereinstimmt. Die Schutzwirkung darf nicht durch eine Verlängerung ohne Schutzleiter aufgehoben werden.
- Das ZEEnit 650 P bzw. seine Systemkomponenten sind nur im ausgeschalteten Zustand miteinander zu verbinden.
- Die Zusatzkomponenten, die miteinander kommunizieren, wie Hydridsystem, PC, Monitor und Drucker sind an die mitgelieferte Steckdosenleiste anzuschließen. Der Kompressor erfordert eine davon getrennte Stromversorgung. Beachten Sie beim Anschließen eigener Komponenten an die mitgelieferte Steckdosenleiste den maximal zulässigen Ableitstrom.
- Vor dem Öffnen des Geräts ist dieses am Geräteschalter auszuschalten und der Netzstecker ist aus der Steckdose zu ziehen!
- Für Elektroarbeiten das ZEEnit 650 P unbedingt ausschalten und Netzstecker ziehen. Nur durch das Ziehen des Netzsteckers wird eine sichere Netztrennung erreicht. An der Steckdosenleiste liegt auch dann noch Spannung an, wenn das ZEEnit 650 P am Netzschalter an der rechten Seitenwand ausgeschaltet ist. Der Steckdosenleisten-Anschluss des ZEEnit 650 P ist auf beiden Leitern mit einer Sicherung geschützt, sowohl auf dem L-Leiter (Phase) als auch auf dem N-Leiter (Neutral). Dies kann im Fehlerfall bedeuten, dass angeschlossene Komponenten zwar über den L-Leiter mit Spannung versorgt werden, aber über den N-Leiter kein Strom fließen

kann, das heißt, ohne gründlichere Prüfung erscheinen die angeschlossenen Geräte spannungsfrei, was sie tatsächlich aber nicht sind.

 Alle Arbeiten an der Elektronik (hinter der Geräteverkleidung) sind nur dem Kundendienst der Analytik Jena und speziell autorisiertem Fachpersonal gestattet.

2.5.2 Gefahren im Betrieb Graphitrohrofens

 HKL, D₂-HKL und geheiztes Graphitrohr (T > 1000 °C) senden optische Strahlung aus (UV-Bereich und sichtbarer Bereich). Nicht ohne UV-Schutzbrille in die Lampenstrahlung, in das Graphitrohr oder in die Flamme blicken. Haut vor UV-Strahlung schützen.

Vor Öffnen der Lampenraumtür Lampen über die Steuer- und Auswartesoftware ASpect LS ausschalten: Im Fenster **Spektrometer / Kontrolle** im Bereich **Optische Parameter** Lampenstrom in [mA] auf null setzen. In der Dropdown-Liste **Untergrundkorrektur** die Option **kein Untergrund** auswählen. Auf [**Einstellen**] klicken. Fehlermeldung verneinen.

Handspiegel zur Beobachtung der Probenablage oder der Trocknung flüssiger Proben nur links vom Graphitrohrofen in den Strahlengang einbringen. Bei Beobachtung rechts vom Ofen besteht die Gefahr der Reflexion von UV-Strahlung.

- Elektromagnetische Streufelder: Durch das unipolare Zeeman-Magnetfeld mit maximalen Flussdichtewerten zwischen 0,5 und 1,0 Tesla und durch das Heizen des Graphitrohres treten in der Umgebung des Probenraumes elektromagnetische Streufelder mit Flussdichten ≤ 100 µT auf.
 Während Betrieb des ZEEnit 650 P dürfen Personen mit Herzschrittmachern nicht in unmittelbarer Nähe sein.
 Magnetische Datenträger dürfen nicht in Nähe des Probenraums gebracht werden.
- Bei Verwendung der Graphitrohrtechnik nicht ohne Schutzbrille in die Graphitrohröffnung blicken. Verspritzende Probensubstanzen und heiße Graphitpartikel können zu Augen- und Gesichtsverletzungen führen.
- Im Graphitrohrbetrieb entstehen hohe Temperaturen. Heiße Teile wie den Graphitrohrofen nicht während oder unmittelbar nach einer Messung berühren. Abkühlphasen beachten.
- Während der Arbeiten am ZEEnit 650 P keinen (metallischen) Schmuck, insbesondere Halsketten tragen. Andernfalls besteht die Gefahr eines Kurzschlusses mit dem elektrisch beheizten Ofen. Der Schmuck kann sich dabei stark erhitzen und Verbrennungen verursachen.
- Im Zeeman-Betrieb mit Magnetfeldstärke 1 Tesla kann der Schallpegel bis 75 dBA betragen.

2.5.3 Sicherheitshinweise zur Bildung von Ozon und giftigen Dämpfen

Die UV-Strahlung der Hohlkatodenlampe (HKL, D₂-HKL) führt durch Wechselwirkung mit der umgebenden Luft zur Bildung unzulässig hoher toxischer Ozonkonzentrationen. Darüber hinaus können aus den Proben und bei der Probenaufbereitung giftige Nebenprodukte austreten.

Beachten Sie folgenden Hinweis:

Das ZEEnit 650 P darf nur mit einer aktiven Absaugeinrichtung in Betrieb sein.

2.5.4 Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Argo wird Druckgasbehältern oder lokalen Druckgasanlagen entnommen. Auf die geforderte Reinheit ist zu achten.
- Arbeiten an Druckgasbehältern und -anlagen dürfen nur von Personen, die über spezielle Kenntnisse und Erfahrungen für Druckgasanlagen verfügen, durchgeführt werden.
- Für den Betrieb von Druckgasbehältern bzw. -anlagen müssen die am Einsatzort geltenden Sicherheitsvorschriften und Richtlinien in vollem Umfang eingehalten werden.
- Druckschläuche und Druckminderer dürfen nur für die zugeordneten Gase verwendet werden.
- Der Betreiber muss wöchentlich sicherheitserforderliche Zustands- und Dichtheitsprüfungen an allen Gasversorgungen und Gasanschlüssen bis hin zum Gerät durchführen. Dazu ist möglicher Druckabfall von druckbelasteten, geschlossenen Systemen und Leitungen festzustellen. Undichte Stellen und Beschädigungen sind umgehend zu beseitigen.
- Vor Inspektions-, Wartungs- und Reparaturarbeiten ist die Gasversorgung zu schließen!
- Nach erfolgter Reparatur und Wartung an den Komponenten der Druckgasbehälter bzw. der Druckgasanlage ist das Gerät vor Wiederinbetriebnahme auf Funktionstüchtigkeit zu überprüfen!
- Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig!
- Nach Gasflaschenwechsel den Flaschenstandort gründlich lüften.

2.5.5 Umgang mit Proben, Hilfs- und Betriebsstoffen

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

- Beim Umgang mit gefährlichen Stoffen müssen die örtlich geltenden Sicherheitsanweisungen und Standortvorschriften eingehalten werden.
- Hinweise auf den Etiketten immer beachten. Nur beschriftete Gefäße verwenden. Im Umgang mit den Proben geeignete Körperschutzmittel (Laborkittel, Schutzbrille und Gummihandschuhe) tragen.
- Das ZEEnit 650 P darf nur unter einem aktiven Laborabzug betrieben werden (Gefahr durch die Bildung von Ozon, Verbrennungsgase der Proben, giftige und brennbare Nebenprodukte der Probenaufbereitung).
- Reinigungsarbeiten mit Flusssäure müssen in einem Abzugsschrank ausgeführt werden. Beim Umgang mit Flusssäure müssen Gummischürze, Handschuhe und Gesichtsmaske getragen werden.

- Natriumborhydrid (NaBH₄) ist stark ätzend, hygroskopisch und in Lösung äußerst aggressiv. Abtropfen und Verspritzen von Reduktionsmittellösung vermeiden.
- Biologische Proben müssen nach den örtlichen Vorschriften für den Umgang mit infektiösem Material behandelt werden.
- Bei Messungen an cyanidhaltigem Material ist sicherzustellen, dass in der Abfallflasche keine Blausäure entstehen kann, d. h. die Abfalllösung darf nicht sauer reagieren.
- Der Betreiber ist dafür verantwortlich, dass Abfallstoffe umweltgerecht und entsprechend den örtlichen Vorschriften entsorgt werden.

Beispiele für organische Lösungsmittel	Methylisobutylketon (MIBK)	entzündbar, hochflüchtig, geruchsbelästigend	
	Toluol	entzündbar, gesundheitsschädlich	
	Kerosin	entzündbar, gewässergefährdend, gesundheitsschädlich	
	Methanol, Ethanol, Propanol	entzündbar, teils akut toxisch	
	Tetrahydrofuran (THF)	entzündbar, gesundheitsschädlich, hochflüchtig, löst Polyethylen und Polystyrol	

Diese Liste ist insofern unvollständig, als für den Betrieb des ZEEnit 650 P auch andere Lösungsmittel in Betracht kommen können. Bei Unsicherheit über das Gefahrenpotential ist der Rat des Herstellers heranzuziehen.

2.5.6 Dekontamination nach biologischen Verunreinigungen

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Der Betreiber ist dafür verantwortlich, dass eine angemessene Dekontamination durchgeführt wird, falls das Gerät äußerlich oder innerlich mit gefährlichen Stoffen verunreinigt worden ist.
- Spritzer, Tropfen oder größere Verschüttungen mit saugfähigem Material wie Watte, Laborwischtüchern oder Zellstoff entfernen und reinigen.
 Die betroffenen Stellen mit einem geeigneten Desinfektionsmittel, wie z.B. Incidin-Plus-Lösung, abwischen. Anschließend gereinigte Stellen trockenwischen.
- Bevor ein anderes als dieses vom Hersteller vorgeschriebene Reinigungs- oder Dekontaminationsverfahren angewendet wird, mit dem Hersteller klären, dass das vorgesehene Verfahren das Gerät nicht beschädigt. Am ZEEnit 650 P angebrachte Sicherheitsschilder dürfen nicht mit Methanol benetzt werden.

2.6 Verhalten im Notfall

- Besteht keine unmittelbare Verletzungsgefahr, in Gefahrensituationen oder bei Unfällen sofort das ZEEnit 650 P mit dem Netzschalter an der rechten Seitenwand ausschalten. Netzstecker aus dem Netzanschluss ziehen.
- Freier Zugang zum Netzstecker ist zwingend erforderlich.

 Die installierten Komponenten mit dem Netzschalter der angeschlossenen Steckdosenleiste ausschalten. Dazu die Steckdosenleiste so platzieren, dass ein schneller Zugriff möglich ist.

Achtung! Für den PC besteht dabei die Gefahr von Datenverlust und Beschädigung des Betriebssystems!

• Nach dem Ausschalten des Gerätes möglichst sofort die Gasversorgung schließen.

2.7 Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur

- Die Wartung des ZEEnit 650 P erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal. Durch eigenmächtige Wartungsarbeiten kann das Gerät dejustiert oder beschädigt werden. Der Bediener darf deshalb grundsätzlich nur die im Kapitel "Pflege und Wartung" S. 66 aufgeführten Tätigkeiten ausführen.
- Die äußere Reinigung des ZEEnit 650 P nur mit leicht angefeuchtetem, nicht tropfendem Tuch vornehmen. Dabei nur Wasser und ggf. handelsübliche Tenside verwenden.
- Für die Reinigung des Probenraums und der Probentransportwege (Schlauchsystem) des ZEEnit 650 P hat der Betreiber geeignete Sicherheitsvorkehrungen – insbesondere hinsichtlich kontaminierten und infektiösen Materials – festzulegen.
- Wenn Wasser oder andere Flüssigkeiten aus dem Gerät austreten, weil z.B. der Kühlkreislauf leckt, den Kundendienst verständigen.
- Verwenden Sie nur originale Ersatzteile, Verschleißteile und Verbrauchsmaterialien. Diese sind geprüft und gewährleisten einen sicheren Betrieb. Glasteile sind Verschleißteile und unterliegen nicht der Gewährleistung.

3 Funktion und Aufbau des ZEEnit 650 P

3.1 Funktionsprinzip des ZEEnit 650 P

3.1.1 AAS-Techniken mit dem ZEEnit 650 P

Das ZEEnit 650 P als Kompaktgerät schließt in Verbindung mit entsprechenden Probengebern und Zubehör folgende Atomisierungstechniken ein:

- Graphitrohrtechnik flüssiger Proben
- Graphitrohrtechnik fester Proben
- Hydridtechnik und Quecksilber-Kaltdampftechnik
- HydrEA-Technik als Kopplung von Hydrid- und Graphitrohrtechnik.



Abb. 3 ZEEnit 650 P

Kernstück für den Graphitrohrbetrieb ist ein Graphitrohrofen mit transversal wirkendem Magnetfeld nach dem inversen Zeemanprinzip. Das Graphitrohr wird quergeheizt und ist geometrisch vertikal angeordnet.

Der Graphitrohrofen besitzt zusätzlichen linksseitig eine horizontalen Probeneingabeöffnung für die direkte Feststoffanalyse. Damit wird der zeitaufwändige und kontaminationsanfällige Probenaufschluss (als wesentliche Fehlerquelle der Lösungsanalytik) ausgeschaltet. Für die Feststoffanalyse stehen der manuelle Feststoffprobengeber SSA 6 oder der automatischen SSA 600 zur Verfügung.

Hydrid- und HydrEA-Technik mit den Hydridsystemen der neuen Generation (HS 50, HS 55 modular, HS 60 modular) sind die favorisierten Verfahren für die nachweisempfindliche Bestimmung der hydridbildenden Elemente As, Bi, Sb, Se, Sn, Te und von Hg. Die HydrEA-Technik (Hydridtechnik mit elektrothermischer Atomisierung) basiert darauf, dass die Metallhydride bzw. Quecksilberdampf auf dem mit Iridium beschichteten, vorgeheizten Normalrohr angereichert und bei 2100 °C bzw. 800 °C atomisiert werden.

3.1.2 Optisches Prinzip

Das ZEEnit 650 P ist ein 1-Strahl-Gerät. Linksseitig ist der 8-fach-Lampenwechsler (8 in Abb. 3) senkrecht angeordnet. Der Lampenwechsler nimmt 1,5" Hohlkatodenlampen (HKL) als Primärstrahlungsquelle auf. Linksseitig befindet sich zusätzlich eine Deuterium-Hohlkatodenlampe (D₂-HKL) (2 in Abb. 3) für die klassische Untergrundkompensation.

Ein fahrbarer Spiegel (1 in Abb. 3) lenkt wechselseitg die Strahlung der aktiven Primär-HKL mit der Kontinuumstrahlung der D₂-HKL in das Spektrometer. Identische Strahlengänge mit gleicher Strahlverteilung und Strahldichte im genutzten Raumwinkel für beide Strahlungsquellen ermöglichen mit der D₂-HKL Untergrundkompensation bis zur Extinktion 2,0.

Für die Graphitrohrtechnik mit Zeeman-Untergrundkorrektur arbeitet das ZEEnit 650 P als Einstrahlgerät, aber mit einem fahrbaren Kristallpolarisator (6 in Abb. 3) im Probenstrahlengang. Gleichzeitig wird der fahrbare Spiegel für die HKL-Strahlung in die 100%-Reflexionsstellung gebracht. Der Zeeman-Graphitrohrofen liefert Strahlungskomponenten mit vertikaler und horizontaler Ausrichtung. Der Kristallpolarisator lässt alle Strahlungskomponenten mit vertikaler Ausrichtung ohne Ablenkung passieren, die Strahlungskomponenten mit horizontaler Ausrichtung werden so weit abgelenkt, dass sie auch bei der größten Spaltbreite (0,6 mm) vollständig neben dem Eintrittsspalt auf die Spaltblende fallen. In allen anderen Techniken befindet sich der Kristallpolarisator außerhalb des Strahlenganges.



- 1 Beweglicher Spiegel
- Deuterium-Hohlkatodenlampe (D2-HKL) 2
- 3 Monochromator-Spiegel
- 4 Eintrittsspalt, Gitter, Austrittsspalt
- Abb. 4 Optikschema des ZEEnit 650P
- Photomultipler
- Kristallpolarisator 6
- 7 Graphitrohrofen mit Graphitrohr
- 8 Lampenwechsler mit 8 Hohlkatodenlampen

Der Probenstrahl wird auf den Eintrittsspalt eines Gittermonochromators (3 und 4 in Abb. 3), der mit Festspalten von 0,2 nm / 0,5 nm / 0,8 nm / 1,2 nm Bandbreite ausgerüstet ist, abgebildet. Der Monochromator selektiert die für das Element vorgegebene Resonanzwellenlänge. Die Wellenlängeneinstellung des Monochromators erfolgt nach der theoretischen Schrittzahl, bezogen auf die Pb-Linie 405,8 nm als Initialisierungsstelle und korrigiert um einen Betrag, der aus der gerätespezifischen, als Polygonzug vorliegenden Wellenlängenstützkurve resultiert. 9 Stützstellen sind gleichmäßig über den Wellenlängenbereich von der nullten Ordnung bis 900 nm verteilt.

Ein Peak-Such-Programm dient dem Auffinden des jeweiligen Linienmaximums. Die Wellenlängeneinstellung erfolgt durch einen Schrittmotor betriebenen Wellenlängenantrieb mit einer Auflösung von 0,005 nm pro Schritt.

Ein Photomultiplier (5 in Abb. 3) am Ausgang des Monochromators misst synchron mit der Taktung der Lichtguellen die Intensität der auftreffenden Strahlung.

3.1.3 Messprinzip

Gemessen wird die elementspezifische Absorption der Strahlung einer Hohlkatodenlampe durch Atome im Grundzustand. Dabei ist das Absorptionssignal ein Maß für die Konzentration des betreffenden Elements in der analysierten Probe. Die HKL liefert ein Linienspektrum, aus dem durch den Monochromator eine geeignete Resonanzlinie ausgekoppelt wird.

Graphitrohrtechnik mit Zeeman-Untergrundkorrektur

Physikalisches Grundprinzip des Zeemann-Effekts

Unter dem Zeeman-Effekt versteht man die Aufspaltung der Energieniveaus der Elektronen und damit der Absorptionsniveaus unter der Einwirkung eines starken Magnetfeldes. Wirkt das Magnetfeld auf die Atomwolke der Probe im Atomisator (Graphitrohrofen), spricht man vom inversen Zeeman-Effekt. Eine transversale Zeeman-Anordnung liegt vor, wenn der optische Messstrahl (die Beobachtung) senkrecht zum Magnetfeld angeordnet ist.

Beim normalen Zeeman-Effekt spalten sich die Absorptionsniveaus der dem Magnetfeld ausgesetzten Analytatome in eine nicht-wellenlängenverschobene π -Komponente und zwei wellenlängenverschobene σ -Komponenten σ^+ , σ^- auf.

Beim anormalen Zeeman-Effekt treten mehr als eine nicht-wellenlängenverschobene π -Komponente und mehr als zwei wellenlängenverschobene σ -Komponenten auf.

Die π - und die σ -Komponenten absorbieren unterschiedliche Anteile der HKL-Gesamtstrahlung, die sich durch die Polarisationsrichtung unterscheiden:

Das Absorptionsvermögen der π -Komponente liegt in Richtung des Magnetfeldes senkrecht zur Strahlungsrichtung in der Meridionalebene (horizontal).

Das Absorptionsvermögen der σ -Komponenten (σ^+ , σ^-) liegt senkrecht zum Magnetfeld und zur Strahlungsrichtung in der Sagittalebene (vertikal).

Die σ -Komponenten weisen jeweils die halbe Intensität der π -Komponente auf und sind zur ursprünglichen Wellenlänge gleich weit nach höherer und niederer Wellenlänge verschoben.

Prinzip der Untergrundkorrektur nach Zeeman

An den Graphitrohrofen wird ein bipolares, horizontales magnetisches Wechselfeld mit 200 Hz Frequenz angelegt. Im Wechselfeld werden die Absorptionsniveaus der Analytatome der aktuellen Analysenlinie in die horizontal polarisierten σ -Komponenten σ^+ , σ^- und die vertikal polarisierte π -Komponente aufgespalten.

Der nachgeschaltete Kristallpolarisator lässt alle Strahlungskomponenten mit vertikaler Ausrichtung ohne Ablenkung passieren, die Strahlungskomponenten mit horizontaler Ausrichtung werden so weit abgelenkt, dass sie nicht in den Eintrittsspalt treffen.

In der Messphase "Magnetfeld aus" liegt das unbeeinflusste Absorptionssignal vor, das Spektrometer misst die Summe aus spezifischer und unspezifischer Absorption. In der Messphase "Magnetfeld ein" wird nur die π -Komponente erfasst. Sie erfährt aber keine elementspezifische Absorption, sondern nur Schwächung durch Moleküle und Partikel, die im Magnetfeld keinen Zeeman-Effekt zeigen. Die unspezifische Absorption wird direkt auf der Analysenlinie gemessen.

Die Differenzbildung aus den Signalen beider Messphasen liefert die elementspezifische Absorption.

Für beide Signale sind Strahlungsquelle, Strahlengang, Messwellenlänge, Polarisation und Empfangskanal völlig gleich, das heißt mit einem Strahl (hier Einstrahlgerät) wird ein echter Zweistrahleffekt erzielt. Die Quasi-Zweistrahlanordnung liefert eine extrem gute Basislinienstabilität.



- 01 Atomisator
- 02 Eintrittsspalt
- 03 SEV (Sekundärelektronenvervielfacher)
- 1 Phase 1 Messen der Gesamtabsorption
- 11 Untergrund, keine Polarisation
- 12 Analyt, keine Polarisation
- 13 HKL-Emission, alle Polarisationsrichtungen
- 14 Durch den Polarisator-Analysator räumlich getrennte Strahlung am Eintrittsspalt
- 15 Nur vertikal polarisiertes Licht, geschwächt durch Analyt und Untergrund

- A Polarisator-Analysator
- M Monochromator
- OA Optische Achse
- 2 Phase 2 Messen der Untergrundabsorption
- 21 Untergrund, keine Polarisation
- δ^{-} , π , δ^{+} Analyt, bezüglich Wellenlänge und Polarisationsrichtung durch Magnetfeld aufgespalten
- 23 HKL-Emission, alle Polarisationsrichtungen
- 24 Durch den Polarisator-Analysator räumlich getrennte Strahlung am Eintrittsspalt
- 25 Nur vertikal polarisiertes Licht, geschwächt durch Untergrund

Abb. 5 Grundprinzip der transversalen inversen Zeeman-Atomabsorptionsspektroskopie

Alle weiteren Techniken mit Deuterium-Untergrundkorrektur Die Kontinuumstrahlung der D2-HKL wird zur Kompensation der Untergrundabsorption genutzt. Die Strahlung des Linienstrahlers (Primär-HKL) mit ihrer extrem schmalen Basislinie (Resonanzlinie) wird elementspezifisch und durch Streuung unspezifisch geschwächt. Dabei wird die Gesamtabsorption erfasst. Die Strahlung der D2-HKL wird im wesentlichen durch die breitbandige elementunspezifische Absorption geschwächt, der minimale elementspezifische Anteil ist vernachlässigbar. Die Differenzbildung beider Signale liefert die elementspezifische Absorption.

Die Intensitäten beider Strahlungsquellen werden automatisch kontrolliert und nötigenfalls nachgeführt.

3.2 Elektrothermischer Atomisator mit Zeeman-Magnet

Der Graphitrohrofen (Elektrothermischer Atomisator (EA)) ist Kernstück für die Arbeit im EA-Betrieb und der HydrEA-Technik.

Merkmale des Graphitrohrofens

- Konstante Temperaturverhältnisse über die gesamte Rohrlänge durch das Design des quergeheizten Graphitrohres
- Realisierung linearer Temperatur-Zeit-Verläufe nach einem sensorlosen Steuermodell auf der Basis abgespeicherter thermisch-elektrischer Parameter und einer adaptiven Regelung
- Voneinander unabhängige und symmetrisch zur Ofenmitte fließende Schutzgasströme, die eine effektive Spülung des Graphitrohres und der Ofenfenster und einen schnellen und sicheren Abtransport der thermischen Zersetzungsprodukte der Probe sichern
- Geringer Schutzgasverbrauch bei gleichzeitig wirksamem Schutz vor der Einwirkung von Luftsauerstoff.

Die analytischen Vorzüge der Graphitrohrtechnik in Verbindung mit dem Untergrundkompensator bestehen in der der problemlosen Spuren- und Ultraspurenanalytik an Realproben mit komplizierter Matrix.

In der Analyse durchläuft jede Probe ein Ofenprogramm (Temperatur-Zeit-Programm) mit dem Ziel, die wässrige Probe zu trocknen und störende Begleitsubstanzen vor der Atomisierung abzutrennen.

Das Ofenprogramm verläuft in vier Grundschritten:

- Trocknen der Probe
- Thermische Vorbehandlung, Abtrennung (Veraschung oder Pyrolyse) störender Probenbegleitsubstanzen (Matrix)
- Atomisierung der Probe
- Reinigung des Graphitrohres und Vorbereitung für die nächste Messung.

Der Bediener optimiert diese Grundschritte mit der Steuersoftware ASpect LS für jedes Analyseproblem.

3.2.1 Der Zeeman-Graphitrohrofen



- Inertgaszuführung Spülgas (innerer Gasstrom)
- 2 Kühlwasserzuführung
- 3 Pipettieröffnung
- 4 Kühlwasserzuführung
- 5 Inertgaszuführung Schutzgas (äußerer Gasstrom)
- 6 Anschlag für MPE
- 7 Arretierungsschraube
- 8 Ofensicherungsschraube

Abb. 6 Zeeman-Graphitrorhofen

Der Ofen besteht aus einem festem und einem beweglichen Ofenteil. Beide Ofenteile sind wassergekühlte Metallkörper, in denen sich die ringförmigen Graphitelektroden befinden. Das quergeheizte Graphitrohr wird mit seinen Kontaktflächen pneumatisch gegen die Graphitelektroden gedrückt. Zwischen den Metallkörpern, die die Elektroden tragen, befindet sich ein weiteres Graphitteil, der Ofenmantel. Zusammen mit den Graphitelektroden bildet er um das Graphitrohr herum einen geschlossenen Innenraum, der die thermischen Abstrahlbedingungen des Graphitrohres stabilisiert sowie chemisch inerte Verhältnisse garantiert. Beim Schließen des beweglichen Ofenteils wird das Rohr in die Kontakte gepresst, ohne Kontakt mit dem Ofenmantel zu haben.

Durch die beiden Graphitelektroden und den Ofenmantel wird das Graphitrohr in eine Schutzgasatmosphäre eingekapselt. Der Ofenmantel besitzt Anformungen für den Strahldurchtritt, die Ofenfenster und die Schutzgaszufuhr, sowie Führungen für das selbsttätige Ausrichten des Graphitrohres beim Schließen des Ofens.

Der obere horizontal liegende Metallblock kann durch einen Pneumatikzylinder nach rechts weggeschwenkt werden. Der untere feststehende Metallblock sitzt auf einer Trägergruppe.



- 1 Kühlwasserschläuche
- 2 Ofenfenster 3 Obere Elektrode
- Oberer Metallblock, offen
- 5 Graphitrohr im Ofenmantel
- 6 Schutzgaszufuhr

Abb. 7 Graphitrohrofen, geöffnet

Die beiden Metallblöcke beinhalten die nötigen Anschlüsse für Strom, Schutzgas und Kühlwasser.

Wegen der senkrechten Anordnung der Flügel erfolgt die Zufuhr gelöster Proben mittels Probengeber AS-GF mittig durch den oberen Flügel.

Feststoffproben auf einem trogförmigen Probenträger (Schiffchen) können bei abgenommenem Ofenfenster durch die linke waagerechte Ofenöffnung eingebracht werden. Der Ofenmantel muss beim Wechsel zwischen gelösten und festen Probenformen gewechselt werden.

3.2.2 Der Zeeman-Magnet

Der Zeeman-Magnet besteht aus zwei gleichen U-förmigen Magnetkernen und zwei symmetrischen Spulen. Die beiden Jochhälften sind unterhalb des Graphitrohrofens mechanisch gefasst und aufeinander gepresst. An den oberen Enden sind beide Jochhälften unmittelbar hinter den Spulen auf etwa die Querschnittsfläche des Graphitrohrinnenraumes verjüngt. Die geschliffenen Stirnflächen bilden die Magnetpole (Polschuhe). Der Graphitrohrofen ist im Bereich der Polschuhe soweit verjüngt, dass die Polschuhe nur 15 mm Polabstand haben, wodurch Magnetfeldstärken von 1,0 Tesla erreicht werden. Zwischen den Polschuhen bildet sich das benötigte Magnetfeld homogen aus. Beide Polschuhe sind unsymmetrisch nach rechts (bezüglich ihrer Mittelachse) verschoben und lassen so den nötigen Raum für den Feststoffprobengeber frei.

3.2.3 Gasströme

Im Zeeman-Graphitrohrofen sind die Gaskanäle für die getrennte Zufuhr des inneren Gasstroms (Spülgas) und des äußeren Gasstroms (Schutzgas) untergebracht.

Der innere Gasstrom (Spülgas) wird von beiden Seiten über Kanäle im festen Ofenteil unmittelbar an der Innenseite der (abnehmbaren) Ofenfenster in den Ofenraum geführt. Der zweigeteilte innere Gasstrom gelangt von den Ofenfenstern aus ins Rohrinnere und über die Pipettieröffnung und den Pipettiereinsatz nach außen.

Der innere Gasstrom hat die Aufgabe, alle im Graphitrohr während des Trocknungs- und Pyrolyseschrittes auftretenden Gase zu entfernen, Kondensationseffekte des Analyten an den Ofenfenstern zu verhindern und die Verweilzeit der Analytatome im Strahlengang zu beeinflussen. Während der Atomisierung wird der innere Gasstrom i. a. unterbrochen, um eine möglichst lange Verweildauer der Atome im Strahlengang des Graphitrohres zu erreichen und die Empfindlichkeit der Messung zu erhöhen.

Bei Bedarf können dem inneren Gasstrom oxidierende oder reduzierende Gase (Luft bzw. H₂) zugemischt werden. Sie wirken sich positiv auf den Pyrolyseschritt aus. Bei Luftzufuhr sollten Temperaturen > 650 °C vermieden werden, da sonst das Graphitrohr selbst angegriffen wird.

Der äußere Gasstrom tritt durch einen Kanal im festen Ofenteil, die Öffnung für den Strahlungssensor und die untere Elektrode in den Ofenraum. Er umspült den Strahlungssensor und das Graphitrohr und gelangt durch den Pipettiereinsatz nach außen. Der äußere Gasstrom sorgt dafür, dass auch bei gestopptem inneren Gasstrom das Graphitrohr von Inertgas umgeben ist und somit ein Schutz gegen Oxidation durch Luftsauerstoff besteht.



1 Innerer Gasstrom (Spülgas)

2 Äußerer Gasstrom (Schutzgas)

Abb. 8 Innere und äußere Gasströme im Graphitrohrofen

3.2.4 Graphitrohrvarianten, Ofenteile und Einsätze

Drei Graphitrohrvarianten sind verfügbar:

- Standard-Graphitrohr
- Graphitrohr für Feststoffanalytik
- Graphitrohr mit PIN-Plattform



Abb. 9 Graphitrohrvarianten

Graphitrohrvariante	Atomisie- rung	Probenvolumen / -menge	Einsatzgebiet
Standard-Graphitrohr	Wand	max. 50 μL	Wässrige Proben (analytisch wenig anspruchsvolle Proben) Alternativ für Feststoffproben
Graphitrohr mit PIN-Plattform	Plattform	max. 40 μL	Wässrige Proben
Standard-Graphitrohr für Feststoffanalytik (ohne Dosieröffnung)	Schiffchen	max. 3 mg	Feststoffe (Solid-Technik)

Tabelle 1 Einsatzgebiete und Probenvolumen verschiedener Graphitrohrvarianten

Alle Rohrtypen sind in den Flügeln durchbohrt. Die Bohrung im unteren Flügel dient als Beobachtungskanal für den Strahlungssensor. Die Bohrung im oberen Flügel liegt in der Verlängerung der Pipettieröffnung als Zugang für das Pipettieren in der Lösungsanalytik.



Abb. 10 Ofenmantel, Adapter und Einsätze

Nr.	Ofenteil / Einsatz	Funktion
1	Pipettiereinsatz (Z-Einsatz)	Trichteröffnung zum Pipettierkanal Schützt freiliegende Metallteile. Sorgt für kontaminationsfreies Pipettieren.
2	Solid-Adapter (Z-Stopfen)	Verschließt die Pipettieröffnung. Schützt freiliegende Metallteile.
3	Obere Elektrode	Kontaktiert Rohrflügel von oben.
4	Untere Elektrode	Kontaktiert Rohrflügel von unten.
5	Ofenmantel mit durchgehender horizontaler Bohrung	Nimmt das Graphitrohr auf.
6	Justierhilfe	Justierung des Probengebers AS-GF und des Fest- stoffprobengebers SSA 600
7	Schiffchen (Probenträger)	Nimmt Feststoffprobe auf.

Tabelle 2 Ofenteile und Einsätze

3.2.5 Strahlungssensor

Der Strahlungssensor dient zur Rekalibrierung der Rohrtemperatur. Er ist in der Ofenhalterung befestigt und empfängt die Strahlung vom zylindrischen Teil des Graphitrohres durch die Bohrung im unteren Flügel und durch eine konzentrische Bohrung in der unteren Elektrode.

Über die Detektion auf zwei Wellenlängen wird ein vom Emissionsgrad des Graphitrohres unabhängiges Quotientensignal für die Temperaturmessung gewonnen. Die Rekalibrierung erfolgt bei der Formierung des Graphitrohres.

3.2.6 Ofenkamera

Als Option kann das ZEEnit 650 P mit einer Ofenkamera ausgestattet werden Sie überwacht den Prozess, beginnend mit der Injektion der Probe in das Graphitrohr bis zum Abschluss der Trocknung. So können direkt das Eintauchen des Dosierschlauchs ins Graphitrohr, das Abgeben der Probe und anderer Komponenten sowie der Trocknungsvorgang kontrolliert und gegebenenfalls korrigiert werden.

Die Kamera blickt über einen Umlenkspiegel von links in das Graphitrohr. Der Innenraum des Graphitrohrs wird von rechts von einer LED beleuchtet. Kamera und Umlenkspiegel befinden sich auf einem pneumatisch bewegten Schlitten und werden zur Beobachtung in den Strahlengang gefahren. Die Beleuchtung wird eingeschwenkt.

3.3 Zubehör für Graphitrohrtechnik

3.3.1 Probengeber AS-GF

Der Probengeber AS-GF wird im EA-Betrieb zur Zuführung von flüssigen Proben und in der HydrEA-Technik zur Zuführung des Reaktionsgases in das Graphitrohr eingesetzt.



- 1 Probengeberarm mit Kanülenarretierung
- 2 Schlauchführung
- 3 Probenteller mit Probentellerabdeckung
- 4 Dosierer (500 μL)
- 5 Abfallflasche
- 6 Vorratsflasche für Spüllösung (ev. Verdünnungsmittel)

Abb. 11 Probengeber AS-GF

Der Probengeber AS-GF nimmt definierte Volumina unterschiedlicher Lösungen auf und legt sie im Graphitrohr ab. Er ermöglicht

- die Zugabe von bis zu fünf Modifikatoren zur Probenlösung
- die Überführung der Probenlösung zur thermischen Vorbehandlung im Rohr
- die Anreicherung der Proben
- die Ablage von Komponenten ins vorgeheizte Rohr
- die getrennte Überführung von Komponenten mit Zwischenspülung
- das automatische Herstellen von Standards durch Verdünnung oder Volumenabstufung
- die fest vorgewählte oder intelligente Probenverdünnung
- den vollautomatischen Mehrelementbetrieb (Nachtbetrieb möglich)

Der Probenteller des AS-GF bietet Platz für 100 Probengefäße (mit V = 1,5 mL) und 8 Zentralgefäße für Verdünnungsmittel, für Sonderproben, Standards, Modifikatoren usw. (mit V = 5 mL).

Der AS-GF wird in die vorgesehenen Aufnahmen am Probenraum eingehängt und mit dem ZEEnit 650 P elektrisch verbunden. Die Geräteparameter des AS-GF werden mit der Steuersoftware ASpect LS eingestellt.

3.3.2 Mobiles Kühlaggregat KM 5

Der Graphitrohrofen des ZEEnit 650 P wird über eine Umlaufkühlung vom mobilen Kühlaggregat KM 5 gekühlt. Sein Wirkprinzip ist ein luftgekühlter Wärmetauscher mit Ventilator. Deshalb steht die wirksame Kühlleistung des luftgekühlten mobilen Kühlaggregats nur dann zur Verfügung, wenn der programmierbare Sollwert mindestens 7 °C über der Raumtemperatur liegt. Der maximale Sollwert beträgt 50 °C. Der Alarmpunkt liegt immer 15 °C über dem eingestellten Sollwert. Wird die Kühlleistung nicht mehr erreicht, schaltet ein Übertemperaturalarmkontakt den Kühler und das Spektrometer ab.

Das KM 5 ist mit 5 L enthärtetem Wasser (kein destilliertes Wasser) zu füllen. Die Kühlwassertemperatur ist einstellbar.

3.3.3 Feststoffprobengeber SSA 600 und SSA6

Die Feststoffprobengeber SSA 600 und SSA 6 sind unabdingbare Voraussetzung für die Feststoffanalyse in der Graphitrohrtechnik. Sie ermöglichen das reproduzierbare Einbringen des mit der Feststoffprobe bestückten IC-Probenträgers ins Graphitrohr.

Der Feststoffprobengeber SSA 600 ermöglicht den automatisierten Transport von Feststoffproben in den Graphitrohrofen. Das Wägen erfolgt vollautomatisch durch eine integrierte Mikrowaage. Der Feststoffprobengeber SSA 600 verfügt unter Verwendung von 2 Probentellern über 84 Probenpositionen.

Der SSA 6 ist für den Handbetrieb konzipiert und erfordert eine externe Waage. Die Probenmasse muss von Hand in die Probentabelle übertragen werden.

Eine vollständige Beschreibung der Feststoffprobengeber finden Sie in der Betriebsanleitung "Feststoffprobengeber SSA 600" bzw. "Feststoffprobengeber SSA 6".



SSA 600 with liquid dispensing

SSA 6

Abb. 12 Feststoffprobengeber für ZEEnit

3.4 Hg/Hydridsysteme

Die Palette der Hg/Hydridsysteme reicht vom einfachsten Batchsystem für Anwender mit geringem Probenaufkommen bis zum vollautomatischen Gerät mit Fließinjektion.

HS 50	Hydridinjektor Einfaches Batchsystem mit pneumatischem Wirkprinzip Die Quarzküvette wird durch die Acetylen-Luft-Flamme geheizt.
HS 55 modular:	Batchsystem mit elektrisch beheizter Küvetteneinheit mit oder ohne Modul "Hg Plus" für die Hg-Bestimmung Die Reduktionsmittellösung wird per 1-Kanal-Schlauchpumpe dosiert.
HS 60 modular:	Hg/Hydridsystem für Fließinjektionsbetrieb mit elektrisch beheiz ter Küvetteneinheit mit oder ohne Modul "Hg Plus"

Die Beschreibungen zu den Hg/Hydridsystemen finden Sie in den entsprechenden Zubehör-Handbüchern.

3.5 Die Probengeber AS-F und AS-FD als Zubehör für die Hydrid- und HydrEA-Technik

In der Hg/Hydridtechnik kann mit manueller oder automatischer Probenzufuhr gearbeitet werden. Der automatische Betrieb und die Multielementanalyse sind nur unter Einsatz eines Probengebers möglich. Mit der Steuersoftware des ZEEnit 650 P werden die Parameter eingestellt und die Funktion gesteuert.

Das ZEEnit 650 P kann mit folgenden Probengebern betrieben werden:

• Der Probengeber AS-F ist ein automatischer Probengeber.

• Der Probengeber AS-FD verfügt über eine Verdünnungsfunktion.

Die Probengeber verwenden Probenteller gleichen Durchmessers. Es stehen folgende Typen von Probentellern zur Verfügung:

- 139 Positionen Probenteller mit 129 Probenplätzen für 15mL-Sarstedt-Gefäße auf den Außenspuren und 10 Probenplätze für 50mL-Sarstedt-Gefäße auf der Innenspur
- 54 Positionen Probenteller mit 54 Positionen für 50mL-Sarstedt-Gefäße

Die Probenteller sollten nach den Anforderungen der Probenanalyse ausgewählt werden:

- Verfügbare Probenmenge
- Art der Signalauswertung

Der Probengeberarm erreicht alle zur Probenaufnahme vorgesehenen Positionen softwaregesteuert. Die Eintauchtiefe des Probengeberarms in die Proben- und Sondergefäße ist voreingestellt, lässt sich jedoch über die Steuersoftware ändern.

Die Probengeber werden über das ZEEnit 650 P mit Betriebsspannung versorgt. Probenteller und Probengeberarm werden mit Schrittmotoren angetrieben. Der Probenteller wird gedreht. Der Probengeberarm ist schwenkbar und kann um 120 mm abgesenkt werden.

Auf der Oberseite der Probengebers AS-F befindet sich neben dem Probenteller ein Spülgefäß mit Überlauf. Beim Probengeber AS-FD ist das Spülgefäß in einem Kunststoffblock zusammen mit einem Mischgefäß angebracht. Eine Membranpumpe fördert die Spülflüssigkeit aus der Vorratsflasche in das Spülgefäß, wobei die eingetauchte Kanüle durch Außen- und Innenspülung gereinigt wird. Überschüssige Spülflüssigkeit fließt während des Spülvorgangs über den Überlauf in den Abfallbehälter, der unter dem Tisch aufgestellt ist.



- 1 Probenteller mit Abdeckung
- 2 Probengeberarm
- 3 Dosierer (5000 µL)

- 4 Vorratsflasche für Verdünnungsmittel
- 5 Fluidik-Modul
- 6 Vorratsflasche für Spülflüssigkeit

Abb. 13 Probengeber AS-FD mit separatem Fluidik-Modul

Der Probengeber AS-FD verfügt über ein extra Fluidik-Modul mit einem Dosierer (5000 μ L). Das Fluidik-Modul ist mit dem Probengeber elektrisch verbunden und wird so über das ZEEnit 650 P mit Betriebsspannung versorgt. Die Verdünnung von Standards oder Proben im Mischgefäß erfolgt derart, dass das Konzentrat im Mischgefäß vorgelegt wird. Anschließend wird die Verdünnungslösung mit hoher Dosiergeschwindigkeit zugegeben (max. Volumen: V = 25 mL). Das vollständige Mischen wird über eine feste Wartezeit abgewartet. Eine zweite Membranpumpe saugt die Restflüssigkeit ab, die nicht vom Zerstäuber angesaugt wurde.

Der Probengeber AS-FD mit Verdünnungsfunktion bietet folgende Vorteile:

- Herstellen der Standards f
 ür die Kalibrierung durch Verd
 ünnen von einem oder mehreren Stockstandards im Mischgef
 äß
- Verdünnen einer Probe bei Konzentrationsüberschreitung, das heißt, bei einem Elementgehalt größer als 110 % des höchsten Standards der Kalibrierung
- Verdünnen aller Proben in frei wählbaren Verdünnungsverhältnissen bis zum Verhältnis 1:500.

3.6 Lampenwechsler und Lampen

Das ZEEnit 650 P besitzt einen 8fach-Lampenwechsler mit einer Schreib-Lese-Einheit (RFID) für codierte Lampen an der aktiven Position. Die codierten Lampen sind mit aufgeklebten Transpondern versehen. Gespeichert werden Lampentyp, Element(e), Seriennummer, maximaler empfohlener Lampenstrom und Booststrom und die Betriebsstunden. Der Einsatz nichtcodierter Lampen ist möglich. Der Lampenwechsler ist für Hohlkatodenlampen mit dem Standarddurchmesser des Glaskolbens von 37,1 mm ausgelegt. Die jeweils benötigte Lampe wird PC-gesteuert in den Strahlengang geschwenkt, eingeschaltet und auf dem Kreisbogen in 0,1 mm-Schritten feinjustiert.

Ein zweiter Heizkreis sorgt dafür, dass eine zweite HKL gleichzeitig vorgeheizt werden kann.

Die Positionen 5 bis 8 können auch mit Super-Hohlkatodenlampen bestückt werden. Die notwendige Versorgung für Booststrom und Heizung ist integriert und kann wahlweise auf eine der Positionen 5 bis 8 geschaltet werden. Wird eine Super-HKL als aktive Lampe benutzt, kann eine zweite Super-HKL nicht als solche vorgeheizt werden, sondern nur als HKL. Deshalb wird für die Mehr-Element-Routine empfohlen, auf eine Elementmethode mit Super-HKL eine Methode mit normaler HKL folgen zu lassen.

Der Einsatz einer Super-Hohlkatodenlampe bringt für einige Elemente wie As, Se, Te, P, Zn den Vorteil einer höheren Strahlungsintensität, wodurch sich das Signal-Rausch-Verhältnis und die Nachweisgrenze verbessern.

Für die Bestückung des 8fach-Lampenwechslers sind folgende Kombinationen denkbar:

- 8 codierte Hohlkatodenlampen bzw. Mehrelement-Hohlkatodenlampen
- 1 bis 4 codierte Super-Hohlkatodenlampen auf den Positionen 5 bis 8 und die restlichen Positionen mit codierten Hohlkatodenlampen bzw. Mehrelement-Hohlkatodenlampen.

Der Kontinuumstrahler, eine Deuterium-Hohlkathodenlampe (D2HKL), ist in einer separaten Halterung installiert.



- 3 Scheibe mit Auflageprismen für Lampen
- Lampenfassung, schwimmend gelagert
- Antenne

6

Abb. 14 Aufbau des Lampenwechslers

4 Installation und Inbetriebnahme

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

Jeder unbefugte Eingriff schränkt Gewährleistungsansprüche ein. Beachten Sie bitte bei der Installation und Inbetriebnahme Ihres Gerätes die Hinweise im Abschnitt "Sicherheitsanweisungen" S.9. Die Einhaltung dieser Sicherheitshinweise ist die Voraussetzung für eine störungsfreie Installation und Funktion Ihres AAS-Messplatzes. Befolgen Sie stets alle Warnungen und Hinweise, die auf dem Gerät selbst angebracht sind oder vom Steuerprogramm des ZEEnit 650 P angezeigt werden.

Für störungsfreien Betrieb des ZEEnit 650 P sorgen Sie bitte dafür, dass die in Kapitel "Aufstellbedingungen" S. 35" beschriebenen Einsatzbedingungen stets eingehalten werden. Soll das ZEEnit 650 P umgesetzt werden, verfahren Sie bitte nach den Anweisungen im Kapitel "Transport des ZEEnit 650 P" S. 88

4.1 Aufstellbedingungen

Beim Aufstellen wird zeitweise eine Hilfskraft benötigt. Der Kundendienst testet das Gerät und dokumentiert den Test im Prüfprotokoll zum ZEEnit 650 P.

Der Betreiber ist verantwortlich für alles, was nicht unmittelbar zum Lieferumfang gehört, aber für das Betreiben des ZEEnit 650 P notwendig ist. Der Betrieb des ZEEnit 650 P setzt bestimmte örtliche und anlagetechnische Gegebenheiten voraus:

- geeigneter Aufstellort
- Platzbedarf
- Umgebungsbedingungen
- Versorgung mit Inertgas
- Absaugvorrichtung
- Anschluss an das elektrische Netz

Mögliche Gefahren bei der Arbeit mit dem ZEEnit 650 P sind:

- Verbrennungsgefahr durch heiße Ofenteile
- Gefahr durch elektrischen Strom
- Gefahr durch UV-Strahlung
- Gefahr durch Ozon- oder Stickoxidbildung
- Gefahr beim Umgang mit Druckgasbehältern
- Gefahr durch toxische und chemisch aggressive Stoffe
- Gefahr durch starkes Magnetfeld

4.1.1 Umgebungsbedingungen

- ZEEnit 650 P nicht direkt an Tür oder Fenster aufstellen. Der Einsatzort des ZEEnit 650 P soll frei von Zugluft, Staub, ätzenden Dämpfen sowie Erschütterungen sein.
- ZEEnit 650 P nicht in N\u00e4he elektromagnetischer St\u00f6rquellen aufstellen.
- Direkte Einstrahlung von Sonnenlicht und Abstrahlung von Heizkörpern auf das ZEEnit 650 P vermeiden. In extremen Fällen für eine Raumklimatisierung sorgen.
- Für die Probenvorbereitung und die Aufbewahrung von nasschemischen Materialien wird ein separater Raum empfohlen.
- Im Betriebsraum des ZEEnit 650 P besteht Rauchverbot.

An die klimatischen Bedingungen werden folgende Forderungen gestellt:

Temperaturbereich im Betrieb	+10 °C bis +35 °
Luftfeuchte im Betrieb	max. 90 % bei +30 °C
Empfohlene max. Einsatzhöhe	2000 m

4.1.2 Platzbedarf und Gewicht

Mindestabmessungen der Arbeitstische:

- Für das Grundgerät allein: 800 mm × 700 mm, Höhe nach ergonomischen Gesichtspunkten wählen
- Für Grundgerät, Monitor und Drucker: 1600 mm x 700 mm

Tragfähigkeit des Arbeitstisches: mind. 210 kg

Zusätzlicher Platz auf dem Boden für Kühlmobil KM 5 und ggf. PC

Tischoberflächen: wisch-, kratz- und korrosionsfest, darf keine Feuchtigkeit aufnehmen

Arbeitstisch so aufstellen, dass er von allen Seiten gut zugänglich ist. Für den freien Kühlluftzufluss und -abfluss und eine effektive Kühlung benötigen die Gehäuseseitenflächen des mobilen Kühlaggregats einen Mindestabstand von 15 cm von benachbarten Gegenständen.

Komponente	Breite [mm]	Höhe [mm]	Tiefe [mm]	Gewicht [kg]
Auf dem Arbeitstisch				
ZEEnit 650 P	790	645	735	170
AS-GF	250	550	380	7,2
AS-F	340	350	460	6,5
AS-FD				
Probengeber	340	350	460	6,5
Fluidik-Modul	360	310	165	3,5
HS 60 modular	360	370	240	14
HS 55 modular	360	370	240	14
HS 50	270	210	190	2
------------------------------	-----	-----	-----	----
SSA 6	260	90	260	1
SSA 600	300	370	500	10
Unter dem Arbeitstisch				
Mobiles Kühlaggregat KM 5	260	660	560	32

4.1.3 Energieversorgung



WARNUNG

Netzanschluss beachten!

Beachten Sie bei der Elektroinstallation die VDE-Vorschriften und örtlichen Bestimmungen! Der Netzanschluss muss ordnungsgemäß geerdet sein. Verwenden Sie keinen Adapter in der Netzzuleitung.

Das ZEEnit 650 P wird am Einphasen-Wechselstrom-Netz betrieben. Die Strombelastung kann bei maximaler Aufheizrate kurzzeitig (1 s) bis zu 85 A betragen. Während dieser Phase sollte die Netzspannung am ZEEnit 650 P nicht mehr als 6 % absinken. Bei Werten, die von diesen Angaben abweichen, bitten wir um Rücksprache. Passendes Zubehör kann geliefert werden.

Die optimale Funktion des Gerätes hängt entscheidend von einem ordnungsgemäßen Netzanschluss mit ausreichendem Leitungsquerschnitt ab. Der Netzanschluss ist gebäudeseitig mit 35 A träge abzusichern und muss vor Anlieferung des ZEEnit 650 P in der Nähe des Aufstellortes installiert sein. Das Gerätekabel ist 3 m lang. Die CEE-Aufputzdose (2polig + E Blau 5UR 3 206-2 220/32, Fa. Siemens) wird gemäß Liefervertrag bereitgestellt.

Der Netzstecker dient als Trenneinrichtung. Deshalb muss freier Zugang zum Netzstecker gewährleistet sein.

Alle anderen Komponenten des ZEEnit 650 P (z.B. PC, Drucker usw.) werden über die mitgelieferte 5-fach-Steckdosenleiste, die an die Steckdose auf der Geräterückseite des ZEEnit 650 P gesteckt wird, an die gleiche Phase wie das Grundgerät angeschlossen. Nutzen Sie eine eigene PC-Drucker-Konfiguration und wird diese über die 5-fach-Steck-dosenleiste angeschlossen, beachten Sie bitte den Grenzwert des zulässigen Arbeitsstromes (5 mA insgesamt mit Zusatzgeräten). Um plötzliche Spannungsschwankungen zu vermeiden, schließen Sie das ZEEnit 650 P nicht an Stromkreise mit anderen leistungs-intensiven Verbrauchern an.

Anschaltbedingungen	Spannung	200/220/240 V ± 10 % werkseitig einstellbar
	Frequenz	50/60Hz gegebenenfalls abweichende Frequenz gemäß Liefer- vertrag

Mittlere typische Leistungsauf- nahme	2100 VA
Maximale Stromaufnahme	85 A über 1 s bzw. 52 A über 8 s
Absicherung (netzseitig)	35 A, Schmelzsicherung, träge, einphasig Keine Sicherungsautomaten verwenden!
Leistungsaufnahme des Hydridsys- tems	700 VA während des Aufheizens der Küvette 400 VA im Dauerbetrieb

4.1.4 Gasversorgung / Gase in der Graphitrohrtechnik



WARNUNG

Gefahr der Entstehung einer sauerstoffarmen Atmosphäre durch austretendes Gas!

Der Betreiber muss sicherstellen, dass die an der Auslassseite der Gasdruckregler verwendete Anschlussart den geltenden nationalen Anforderungen genügt.

Der Betreiber muss wöchentlich sicherheitsnotwendige Dichtheitsprüfungen an allen Gasversorgungen bis hin zum Gerät durchführen. Dazu ist möglicher Druckabfall von geschlossenen druckbelasteten Systemen und Leitungen festzustellen. Die Undichtheit ist zu lokalisieren und sofort zu beseitigen. Wird die Gasversorgung über Druckflaschen realisiert, müssen die Flaschen außerhalb des Labors aufrechtstehend mit Flaschenhaltern an der Wand befestigt werden.

Das erforderliche Inertgas dient zum Schutz der Graphitteile des Atomisators, die erheblichen Temperaturbelastungen ausgesetzt sind. Gleichzeitig wird das Inertgas als Transportmittel für die während der Analyse anfallenden Pyrolysebestandteile genutzt. Die Reinheit des Inertgases ist von entscheidender Bedeutung für die Analytik und für die Benutzungsdauer der Graphitrohre.

Durch das zusätzliche Einleiten eines Additionsgases während des Pyrolyseschrittes (beispielsweise Luft oder Sauerstoff) kann die Veraschung der Probe, das heißt die Abtrennung der Matrixbestandteile, beschleunigt werden. Das Additionsgas wird über den Anschluss "Gas Additional" auf der Geräterückseite zugeführt

Der Gasdruck zum Spektrometer muss 6 bis 7 bar betragen.

Die Standardschlauchlänge ist 5 m. Werden andere Schlauchlängen gewünscht, nehmen Sie bitte Rücksprache mit dem Service der Analytik Jena.

Empfohlenes Inertga	s	Eingangsdruck	Verbrauch
Für Graphitrohrbetriel Argon 4,8 oder besser Zulässige Bestandteile	o empfohlen:	6 - 7 bar	max. 2 L/min (abhängig vom Temperatur-Zeit-Pro- gramm)
Sauerstoff	≤ 3 ppm		
Stickstoff	≤ 10 ppm		
Kohlenwasserstoffe	≤ 0,5 ppm		
Feuchte	≤ 5 ppm		

4.1.5 Absaugvorrichtung



VORSICHT

Vergiftungsgefahr durch auftretende Gase!

Vor Anschalten des ZEEnit 650 P die Absaugeinrichtung einschalten. Abluft aus dem Labor ableiten und Rückstau vermeiden!

Korrekte Absaugung wird nur durch eine Abzugshaube, die direkt über dem Probenraum installiert ist erreicht.

Die Absaugvorrichtung soll gesundheitsschädigende Rückstände sowie entstehendes Ozon ableiten. Ozon entsteht durch die Wechselwirkung zwischen Luft und UV-Strahlung der Hohlkatodenlampen und des Graphitrohrofens bei Temperaturen über 2000 °C. Verwenden Sie eine Absaugvorrichtung aus hitze- und korrosionsbeständigem Material. Die ersten 6 m der Abluftanlage sollten aus Metall bestehen.

Parameter	Eigenschaften				
Material	V2A				
Absaugleistung für Graphitrohr	ca. 1 m³/min				
Absaugleistung für Graphitrohr für Proben mit Säurekonzentration > 5 %	ca. 5 m ³ /min				
Haubenöffnung	ca. 200 × 200 mm				
Abstand zur Geräteoberkante	ca. 200 bis 300 mm				
Rohrdurchmesser	ca. 100 bis 120 mm				

4.1.6 Wasserkühlung

Der Graphitrohrofen des ZEEnit 650 P wird über einen Kühlkreislauf vom mobilen Kühlaggregat KM 5 gekühlt. Beachten Sie die Hinweise in der Bedienungsanleitung des mobilen Kühlaggregats KM 5.

Das KM 5 ist mit 5 L enthärtetem Wasser (kein destilliertes Wasser) zu füllen. Die Kühlwassertemperatur ist einstellbar.

Parameter	Eigenschaften
Länge der Wasserschläuche	2,0 m
Länge des Stromkabels	2,7 m
Länge der Steuerleitung	2,0 m
Wasservorlauf	0,3 Mpa; 3 L/min

Zum Betrieb an einem 60 Hz-Netz ist eine spezielle Ausführung des mobilen Kühlaggregates KM 5 erforderlich.

4.1.7 Geräteanordnung und Platzbedarf

Das ZEEnit 650 P ist ein Kompaktgerät, das als Tischgerät konzipiert wurde. Der Platzbedarf ergibt sich aus allen Komponenten des Messplatzes.

Neben dem Grundgerät wird der PC mit Monitor, Drucker und Tastatur angeordnet. PC und Drucker können auch auf einen handelsüblichen PC-Beistellwagen gestellt werden.

Das Zubehör für die Graphitrohrtechnik – Probengeber AS-GF für gelöste Proben oder SSA 6 bzw. SSA 600 für feste Proben – wird in den Probenraum eingehängt.

Das Zubehör für die Hg-/Hydrid-Technik (HS 60 modular, HS 55 modular) mit den zugehörige Probengebern (AS-F, AS-FD) wird entweder rechts vom ZEEnit 650 P oder auf einem zusätzlichen Tisch vor dem Gerät platziert.

In unmittelbarer Nähe des Gerätes finden auf dem Fußboden Platz:

- die Auffangflasche f
 ür Sp
 ülfl
 üssigkeit des Autosamplers AS-F bzw. AS-FD und Restfl
 üssigkeit des Hg-/Hydridsystems
- das mobile Kühlaggregat KM 5. Das KM 5 muss mit mindestens 15 cm Freiraum nach beiden Seiten aufgestellt werden, um optimale Luftzirkulation für den Kühlluftzufluss und -abfluss zu sichern.



Abb. 15 Maße ZEEnit 650 P vorn



Abb. 16 Maße ZEEnit 650 P - Draufsicht



Abb. 17 Aufstellskizze ZEEnit 650 P

4.2 Versorgungs- und Steueranschlüsse

Die Versorgungsleitungen werden bei der Aufstellung des ZEEnit 650 P durch den Kundendienst der Analytik Jena angeschlossen.

Der Netzschalter befindet sich auf der rechten Seite des ZEEnit 650 P. Ebenfalls auf der rechten Seite sind leicht zugänglich die Anschlüsse für PC und Zubehör angeordnet. Die Medienanschlüsse für Gas, Wasser und Strom sowie die Sicherungen befinden sich auf der Rückseite.

Für den Transport und das Aufstellen sind links und rechts jeweils ein Paar Tragstangen angeschraubt. Nach dem Aufstellen werden die Stangen herausgeschraubt und die Öffnungen mit den mitgelieferten Stopfen verschlossen.



- 1 Netzschalter
- 2, 5 Öffnung für Tragstangen
- 3, 4 Klemmung zur Befestigung der Haube
- 6 Anschlüsse für PC und Zubehör
- 7 Medienanschlüsse auf der Geräterückseite

Abb. 18 Netzschalter und Leiste für Versorgungs- und Steueranschlüsse auf der rechten Seite des ZEEnit 650 P



- Anschluss Sampler AS-F, AS-FD (für HydrEA-Technik)
- 2 Anschluss Hydridsystem (HS)
- 3 (+5V)
- 4 (GND)
- 5 Anschluss ZEEnit 650 P PC (DEVICE PC)
- 6 Anschluss Ofenkamera PC (CAMERA PC)
- 7 (TRIGGER)
- 8 Anschluss Kühlmobil (KM5)
- 9 Anschluss Waage für Feststoff (SOLID)
- 10 Anschluss AS-GF und SSA 600 (MPE SSA 600)

Abb. 19 Leiste für Versorgungs- und Steueranschlüsse



- 4 Netzanschluss für Zubehör (5fach-Steckdosenleiste)
- 5 Sicherungen F1, F2

- 9 Kühlwasserrücklauf "Water out"

Abb. 20 Rückansicht des ZEEnit 650 P mit Anschlüssen für die Gas- und Strom- und Wasserversorgung, sowie den Sicherungshaltern

4.3 Transportsicherung entfernen



BEACHTE

Transportsicherungen entfernen! Bei der Erstaufstellung werden die Transportsicherungen vom Kundendienst der Analytik Jena oder eingewiesenem Personal entfernt.

- 1. Klemmstücke für Gerätehaube an der linken und rechten Seitenwand abschrauben (3 u. 4 in Abb. 17).
- 2. Gerätehaube abnehmen.
- 3. Die rot markierte Transportsicherung aus dem Gitterhebel herausschrauben.
- 4. Gerätehaube aufsetzen und an der linken und rechten Seitenwand mit Klemmstücken befestigen.

4.4 Das ZEEnit 650 P aufstellen

Hilfsmittel

- 4 Stopfen, Kunststoff
- Maulschlüssel 19 mm (im Lieferumfang)
- 1. Vier Tragegriffe herausschrauben und aufbewahren.
- 2. Öffnungen mit Stopfen verschließen.
- 3. Gasversorgung installieren:
 - Argonschlauch auf Schlauchverschraubung befestigen.
 - Gasanschlüsse auf Dichtheit prüfen.
- Kühlmobil KM5 installieren (→ Abschnitt "Mobiles Kühlaggregat KM 5 installieren" S. 45).
- 5. ZEEnit 650 P elektrisch anschließen (\rightarrow Abschnitt "Energieversorgung" S. 37).
- 6. PC und ZEEnit 650 P mit USB-Kabel verbinden (5 in Abb. 18).
- 7. Weitere Arbeitsschritte:
 - Software ASpect LS installieren
 - ZEEnit 650 P entsprechend der gewünschten Atomisierungstechnik komplettieren

4.5 Mobiles Kühlaggregat KM 5 installieren

Entnehmen Sie bitte der mitgelieferten Bedienungsanleitung "Kühlmobil KM5" alle Hinweise zum Aufstellen, der Inbetriebnahme und Wartung.

- Mobiles Kühlaggregat KM 5 füllen (siehe Abschnitt "Mobiles Kühlaggregat KM 5" S. 86).
- Kühlkreislauf herstellen: Schlauchstecker an ZEEnit 650 P und KM 5 stecken. Am KM5 (unten): "Wasservorlauf" → Am ZEEnit 650 P : "IN" Am KM5 (oben): "Wasserrücklauf" → Am ZEEnit 650 P : "OUT"
- Steuerleitung des KM 5 am gekennzeichneten Stecker an der rechten Seitenwand des ZEEnit 650 P anschließen (siehe Abb. 19).
 Hinweis: Die Service-Taste des KM 5 bleibt auf "AUS", d. h. die grüne Betriebslampe leuchtet nicht. Nur so kann das mobile Kühlaggregat von der Steuersoftware des ZE-Enit 650 P gesteuert werden.
- 4. Kühlkreislauf entlüften (\rightarrow Abschnitt "Mobiles Kühlaggregat KM 5" S.86).

4.6 Installation und Start des Programms ASpect LS

Installation und Start des für die Steuerung des Spektrometers benötigten Programms ASpect LS sind im Handbuch "ASpect LS" beschrieben, siehe dort.

4.7 Bestückung des Lampenwechslers und Lampenjustierung



WARNUNG

Gefahr von Augen- und Hautschäden durch UV-Strahlung! HKL und D_2 -HKL senden Strahlung im UV-Bereich aus.

Vor Öffnen der Lampenraumtür Lampen über die Steuer- und Auswertesoftware ASpect LS ausschalten: Im Fenster **Spektrometer / Kontrolle** im Bereich **Optische Parameter** Lampenstrom in [mA] auf null setzen. In der Dropdown-Liste **Untergrundkorrektur** die Option **kein Untergrund** auswählen. Auf [**Einstellen**] klicken. Fehlermeldung verneinen.



VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Vor dem Lampenwechsel Lampen abkühlen lassen.



BEACHTE

Gefahr von Lampenschäden!

Lampenfenster nicht berühren. Lampen nur im stromlosen Zustand aus- und einbauen.

Die Bestückung des 8fach-Lampenwechslers kann in folgender Weise erfolgen:

- Vorzugsweise wird der 8fach-Lampenwechsler mit codierten Hohlkatodenlampen bestückt.
- Der Einsatz uncodierter Lampen ist ebenfalls möglich.
- Position 5 bis 8 können mit Super-Hohlkatodenlampen bestückt werden.



2 Lampenfassung 4

- 5 Scheibe mit Auflageprismen für HKL
- Position des Lampenwechslers zum Ein- und Aus-3 bau der HKLs
- Abb. 21 Aufbau des Lampenwechslers

4.7.1 Hohlkatodenlampe und ausbauen

- 1. Tür des Lampenraumes öffnen.
- 2. Zugfeder aushängen.
- 3. Lampe aus der Lampenfassung ziehen. Hinweis: Lampenfenster nicht berühren!
- 4. Neue Lampe in Lampenfassung stecken, Zugfeder einhängen.

4.7.2 Deuterium-Hohlkatodenlampe aus- und einbauen

- 1. Abdeckplatte zum D₂-HKL-Halter von der Gerätehaube abnehmen.
- 2. Die drei Befestigungsmuttern (Pfeile in Abb. 21) abschrauben und den Lampenhalter abnehmen.
- 3. Sicherungsschraube (6 in Abb. 22) herausschrauben. Die Lampenfassung von der Lampe abziehen.
- 4. Lampe vorsichtig unter der Spannfeder (1 in Abb. 22) herausziehen.

5. Neue Lampe vorsichtig unter die Spannfeder stecken und bis Anschlag (2 i in Abb. 22) schieben.

Hinweis: Lampenfenster nicht berühren!

- 6. Fassung auf Lampe stecken. Sicherungsschraube einschrauben.
- 7. Lampenachse parallel zur Platte des Halters justieren (Augenmaß): Mit den langen Feinjustierschrauben die Lage der Lampe (4 und 5 in Abb. 22) verändern.
- 8. Halter aufsetzen und Befestigungsmuttern lose anschrauben. Sie werden erst nach der Justierung fingerfest angezogen.



Pfeile Befestigungsmuttern Lampenhalter

Sicherungsschraube für Lampensteckfassung 1 2 Justierschrauben





- Anschlag 3
- Sicherungsschraube für Lampensteckfassung 6
- Auflage

Abb. 23 D2-HKL mit Halter, aus Lampenraum ausgebaut und abgelegt

4.7.3 Lampenwechsler in ASpect LS einrichten

Codierte Lampen

Stehen codierte Lampen zur Verfügung, so werden die für die Analysenmethode wichtigen und auf dem Transponder gespeicherten Daten wie Lampentyp, Elemente, maximaler und empfohlener Lampenstrom sowie maximaler und empfohlener Booststrom beim Initialisieren in der aktiven Position ausgelesen und zur Lampenwechslerposition zugeordnet in die Tabelle eingetragen.

Uncodierte Lampen



BEACHTE

Lampenposition beachten! Wenn uncodierte Hohlkatodenlampen verwendet werden, Lampenwechsler so bestücken, dass die Positionsangaben in der Software mit der tatsächlichen Bestückung des Wechslers übereinstimmen.

- 1. Mit dem Symbol ⁴ das Fenster **Spektrometer** aufrufen und auf die Karte **Kontrolle** wechseln.
- 2. Mit Schaltfläche [Lampenwechsler] das gleichnamige Fenster öffnen.
- 3. Die Position des Lampenwechslers in der Tabelle markieren, welche mit einer Lampe bestückt bzw. deren Bestückung geändert werden soll.
- 4. Mit [Ändern] das Fenster Lampe/Element auswählen öffnen.

i†i L ar	npe/E	leme	nt au	iswä	hlen																-		×
Lar	npen	platz	E.		1			amp MHK	enty (L	p	~	Ma	ax. L	amp	enst	rom	[mA]]: 10.()	Max. Boost [m/	\] :	0.0	A V
Ele	emen	te																	Elen	n. N	lame		
	Li	Be											В	С	Ν	0	F	Ne	Cr Mn	Chrom (Cr) Mangan (Mn	۱		
	Na	Mg											Al	Si	Ρ	S	CI	Ar	Fe	Eisen (Fe)			
	К	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	Ni	Nickel (Ni)			
	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Мо	Тс	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te		Xe	Cu	Kupfer (Cu)			
	Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	lr.	Pt	Au	Hg	TI	Pb	Bi	Po	At	Rn					
	Fr	Ra	Ac	_		_	_	_		_			_										
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu							
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr							
																		^					
																		¥					
																				OK	A	bbreche	en

Abb. 24 Fenster Lampe/Element auswählen

5. Folgende Werte eingeben:

Pos.	Zeigt Position im Lampenwechsler an. Kann nicht in diesem Fenster editiert werden.
Тур	Auswahl des Lampentyps. Diese Auswahl richtet sich nach der Lampenposi- tion und der dort möglichen Lampentypen. S-HKL und S-MHKL sind auf den Positionen 5 bis 8 verfügbar. Keine Position enthält keine Lampe. HKL Einelement-Hohlkatodenlampe

	M-HKL								
	Mehrelement-Hohlkatodenlampe								
	S-HKL								
	Superhohlkatodenlampe mit einem Element								
	S-MHKL								
	Superhohlkathodenlampe mit mehreren Elementen								
Strom	Maximalen Lampenstrom einstellen.								
Boost	Nur bei S-HKL und S-MHKL								
	Maximalen Booststrom einstellen.								
Periodensys- tem	Mit Mausklick auf das Elementsymbol im Periodensystem Lampenelement								
	Blaue Schaltflächen kennzeichnen wählbare Elemente. Graue (inaktive) Schaltflächen markieren Elemente, die mit AAS-Technik nicht analysierbar sind. Grüne Elementschaltflächen Symbole bezeichnen ausgewählten Ele- mente.								
	Bei M-HKL und S-MHKL können mehrere Elemente angeklickt werden. Ein erneuter Klick auf ein Elementsymbol annulliert die Auswahl. Ausgewählte Elemente werden in der nebenstehenden Tabelle angezeigt.								

6. Mit **[OK]** das Fenster **Lampe/Element auswählen** verlassen und in das Fenster **Lampenwechsler** zurückkehren.

Die Lampenspezifikation wird in die Tabelle des Fensters **Lampenwechsler** eingetragen.

4.7.4 Lampen justieren

	Die Feinjustierung der Lampen wird in der Regel nur einmal vorgenommen. Dazu wird das Energiebild aufgeschaltet und die Ausrichtung der Lampen im optischen Strahlen- gang optimiert.
Maximierung der Lam- penlebensdauer	Die Lampenlebensdauer ist stark vom eingestellten Lampenstrom abhängig. Der emp- fohlene Betriebsstrom variiert von Lampentyp zu Lampentyp. Beachten Sie bei nachfol- gender Einstellung die im Kochbuch der ASpect LS-Software gegebenen Hinweise, die eigenständigen Betriebsanleitungen der Analytik Jena zu den verschiedenen Lampen so- wie die mit der Lampe mitgelieferten Informationen.
Arbeitsschritte Linienst- rahler	1. Mit dem Symbol 左 das Fenster Spektrometer aufrufen und auf die Karte Kontrolle wechseln.

2. Mit Schaltfläche [Lampenwechsler] das gleichnamige Fenster öffnen.

Pos	Тур	cod.	Elemente	Elemente [mA] [mA] [mA]							
1	MHKL		Cr:Mn;Fe;Co;Ni;Cu	10.0		1					
2	MHKL	•	Cd:Pb	10.0				•			
3	HKL		Dy	10.0				•			
4	MHKL		Na;K;Cr;Hg	10.0				•			
5	HKL		Au	10.0							
6	MHKL		Ca;Tl;Pb;Bi	10.0				•			
7	MHKL	-	Rh	10.0			-	•			
8	HKL	-	Mg	10.0				•			
i -								>			
	Ändern		Lampe anmelden	Lampe ab	melden		Initialisieren				
	Tabelle lö	schen	La	ampen-Justierung	9 F	nergie					
1.0	mne wech	eala	1	Justieren	0	- and give		_			

Abb. 25 Fenster Lampenwechsler

- 3. Zu justierende Lampe in der Tabelle markieren.
- 4. Schaltfläche [Justieren] betätigen.
- 5. Die Lampe wird automatisch auf einem Kreisbogen justiert. Während der Justierung wird die Energie als **blauer** Balken im Bereich Lampenjustierung angezeigt.

Arbeitsschritte Deuterium-Hohlkatodenlampe

- 1. Mit dem Symbol ¹/₂ das Fenster **Spektrometer** aufrufen und auf die Karte **Kontrolle** wechseln.
 - 2. In der Auswahlliste **Untergrundkorrektur** die Option **Nur D2HKL-Untergrund** wählen.
 - 3. Spektrometerparameter mit [Einstellen] anfahren.
 - 4. Auf die Karte Energie wechseln.

左 Spektrometer	- D X
Kontrolle Energie Energie-Scan Spektrum	
Kontrolle Energie Energie-Scan Spektrum Energie-Niveaus D2HKL: 61.0	Parameter Abgleich Peaksuche In Methode übernehmen PMT [V]: D2HKL-Strom [mA]: 0.0
Start Löschen	Brennerhohe[mm]: 5 ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■

Abb. 26 Fenster Spektrometer - Energie

- 5. Mit Schaltfläche **[Abgleich]** Spannung für den Photomultiplier PMT und den D2HKL-Strom abgleichen mit dem Ziel, das Energieniveau auf 65 bis 75 % einzustellen.
- 6. Mit Schaltfläche [Start] Energiemessung beginnen
- Das Energie-Niveau (roter Balken) auf einen maximalen Wert einstellen: Hinweis: Die grünen Balken kennzeichnen das zuletzt erreichte Maximum und können mit der Schaltfläche [Löschen] gelöscht werden.
- Durch Fokusverstellung: Lampenhalter in Achsrichtung von Hand leicht verschieben, dann die Feststellschrauben festziehen.
- Durch Achsenjustierung: Feinjustierschrauben (2 in Abb. 21 S. 48) verstellen.
- 8. Abhängig von eventuellen Fehleranzeigen bzw. dem D2HKL-Strom fortfahren:
- Weist eine Fehleranzeige zu wenig Energie für die D₂-HKL aus, zuerst den D2-Strom kontrollieren. Steht er nach der Regelung nicht auf 35 mA, den Wert 35 mA eingeben und mit Schaltfläche [Abgleich] die Regelung wiederholen.
- Steht der D2HKL-Strom schon auf 35 mA, die BC-Verstärkung um eine Stufe (Stufen von 0 bis 4) erhöhen und mit Schaltfläche [Abgleich] die Regelung wiederholen.
- Weist eine Fehleranzeige zu viel Energie für die D₂-HKL aus (zu wenig Energie für die HKL), die HC-Verstärkung um eine Stufe (Stufen von 0 bis 4) erhöhen und mit Schaltfläche [Abgleich] die Regelung wiederholen.

4.8 Graphitrohrtechnik



4.8.1 Anschlüsse im Probenraum für Graphitrohrtechnik

Abb. 27 Elemente im Probenraum für Graphitrohrtechnik

- 1 Aufhängung AS-GF an der linken Probenraumwand
- 2 Graphitrohrofen mit Anschlüssen
- 3 Aufhängung AS-GF an der rechten Probenraumwand
- 4 Tiefenverstellbarer Anschlag für AS-GF
- 5 Befestigungsschraube für herausziehbaren Zeeman-Graphitrohrofen
- 6 Befestigungsschraube für Ofenschlitten

Der Graphitrohrofen ist ab Werk justiert. Die Anschlüsse für Gas und Kühlwasser sind fest am Graphitrohrofen installiert.

Unter dem Ofen befindet sich hinter der Abdeckung der Lüfter für den Hochstromtrafo.

4.8.2 Voreinstellungen in der Software zur Graphitrohrtechnik

Im Quickstart der Software ASpect LS stellen Sie die Optionen für die Graphitrohrtechnik ein. Die Software-Oberfläche mit den Methoden- und Geräteparametern wird dementsprechend angepasst.

QUICKSTART 03.02.2021 14:50:24				
Gerät: ZEEnit 650P	50P ASpe		ect LS Version: 1.7.0.0	<mark>analytikjena</mark> Arte dress-Hauer Cargany
ANWENDER: LABOR: TECHNIK:	SuStein TecDoc Graphitrohr (Plattform)			
Worksheet	000 15 0014	Letzte Änderung	Von	BESCHREIBUNG
Mg in Food Pb in Food - GB 50 Tl in Food	09.12-2017	27.02.2020 11:45 16.10.2019 10:54	SuStein Analytik Jena Analytik Jena	Sample preparation: wet-chemical digestion Modifier: NH4H2PO4 1%, Measurement details: Injection: 20 µL Temperature: 600°C /1700°C Wavelength: 228.8 nm Calibration range: 0-2 µg/L
Favoriten Zuletzt verwendet Vordefiniert Alle Alle (4) System Check				
			Quickstart überspringen	Beenden OK

Abb. 28 Quuickstart von ASpect LS mit Einstellungen zum Graphitrohr

4.8.3 Graphitrohr in den Graphitrohrofen einsetzen

Der Aus- und Einbau eines Graphitrohres ist nach einem Wechsel der Atomisierungsmethode und nach einer bestimmten Anzahl durchgeführter Atomisierungen mit dem gleichen Graphitrohr notwendig.



BEACHTE

Die Graphitrohre des ZEEnit 650 P sind eine Spezialfertigung und dürfen nur über die Analytik Jena bestellt werden. Verwenden Sie keine anderen Graphitrohre. Das ZEEnit 700 P kann sonst beschädigt werden

Das Graphitrohr nie mit bloßen Fingern berühren! Fingerabdrücke brennen sich ein, wodurch die Pyrolyseschicht des Rohres vorzeitig zerstört wird.

Graphitrohr in den Graphitrohrofen einsetzen

- 1. Graphitrohrofen öffnen:
 - Mit Schaltfläche Gas Fenster Ofen Kontrolle öffnen.
 - Schaltfläche [Ofen öffnen] betätigen.

⊖ Ofen	- 🗆 X
Ofenprogramm Modif.+Extras Optimierung Grafik Kontro	lle
Graphitrohr Typ: Plattform Heizzyklen: 12 Lebensdauer: 0 Rücksetzen Formieren	Ofen Ofen öffnen Kühlwasser-Temp. [°C]: 30 Beleuchtung
Ofen ausheizen Temp. [°C]: 2450 Rampe [°C/s]: 500 Halten [s]: 5 Start Umlaufkühler Image: Auto	Temperatur für LED-Abschaltung: Test Wasserfluss Inertgas Temperatur Trafo Zusatzgas Test
Linie: Mn279 V	OK Abbrechen

Abb. 29 Fenster Ofen - Kontrolle

- Bei Bedarf Ofenmantel und Elektroden reinigen (→ Abschnitt "Graphitrohrofen warten" S. 69).
- Graphitrohr mit einer Pinzette oder von Hand, mit Zellstoff geschützt, so in den Graphitrohrofen einsetzen, dass die Pipettieröffnung nach oben zeigt. Beim Graphitrohr für Feststoffanalytik ohne Pipettieröffnung gibt es keine Vorzugsrichtung.
- 4. Graphitrohrofen mit Schaltfläche [Ofen schließen] schließen.
- 5. Im Bereich **Graphitrohr** die Parameter **Heizzyklen** und **Lebensdauer** des eingesetzten Graphitrohres eingeben.
- 6. Graphitrohr formieren. Die Schaltfläche **[Formieren]** (→ Abschnitt "Graphitrohr formieren" S. 56).





Abb. 30 Graphitrohrofen geöffnet mit eingesetztem Graphitrohr

Graphitrohr aus Graphitrohrofen entnehmen



VORSICHT

Verbrennungsgefahr!

Lassen Sie den Graphitrohrofen abkühlen, bevor Sie das Graphitrohr entnehmen.



BEACHTE

Das Graphitrohr nie mit bloßen Fingern berühren!

Fingerabdrücke brennen sich ein, wodurch die Pyrolyseschicht des Rohres vorzeitig zerstört wird.

- 1. Graphitrohrofen öffnen:
 - Mit Schaltfläche G das Fenster Ofen Kontrolle öffnen.
 - Schaltfläche [Ofen öffnen] betätigen.
- 2. Graphitrohr mit einer Titanpinzette entnehmen, bei Entnahme von Hand Zellstoff benutzen.
- 3. Neues Graphitrohr einsetzen (siehe oben) und/oder Graphitrohrofen schließen.

4.8.4 Graphitrohr formieren

Mit dem Formieren des Graphitrohrs wird

- Luftsauerstoff aus dem Ofen getrieben und die Anpresskraft des beweglichen Ofenteils angepasst,
- die Rohrtemperatur rekalibriert,
- im neu eingesetztes Graphitrohr die Pyroschicht konditioniert,
- der Ofen nach Pausen gereinigt.

Der Ofen muss jeweils formiert werden:

- nach dem Einschalten des Spektrometers
- nach dem Schließen des vorher offenen Ofens

Das ablaufende Formierungsprogramm enthält neun fest programmierte Temperaturstufen.

Das Formieren wird im Fenster **Ofen / Kontrolle** gestartet. Während des Formierens werden im Fenster **Rohr formieren** die aktuelle Temperaturstufe, Zeit und Aufheizrate angezeigt. In den ersten fünf Stufen werden Ofen und Graphitrohr gereinigt und konditioniert (Anpassung der Kontakte zwischen Graphitrohr und Elektroden). Mittels einer speziellen Sensortechnik wird die Rohrtemperatur in den restlichen vier Stufen gemessen. Nach der letzten Temperaturstufe wird der Formierungsfaktor für die Korrektur der Rohrtemperatur ausgegeben. Die korrigierte Ofentemperatur sichert richtige Messergebnisse.

Bei einem Formierungsfaktor > +10 % erfolgt keine automatische Temperaturkorrektur mehr, aber das aktuelle Temperatur-Zeit-Programm (TZP) lässt sich nach Bestätigen einer entsprechenden Bildschirmmeldung weiterhin starten. Die Temperatur muss eventuell im Ofenprogramm manuell angepasst werden.

- 1. Mit Schaltfläche Θ das Fenster **Ofen Kontrolle** öffnen (\rightarrow Abb. 28 S. 54).
- 2. Im Fenster Ofen Kontrolle spezifische Daten zum aktuellen Graphitrohr eingeben:

Neues Graphitrohr	Heizzyklen	0
	Lebensdauer	0
Benutztes Graphitrohr	Heizzyklen	aktueller Wert des Graphitrohrs
	Lebensdauer	aktueller Wert des Graphitrohrs

3. Schaltfläche [Formieren] betätigen.

4.8.5 Graphitrohr reinigen / ausheizen

- 1. Mit Schaltfläche \bigcirc das Fenster **Ofen Kontrolle** öffnen (\rightarrow Abb. 28 S. 54).
- 2. Im Bereich Ofen ausheizen folgende Parameter einstellen:

Temp.[°C]	Während des Ausheizens zu erreichende Endtemperatur.
	Die Endtemperatur sollte ca. 50 °C höher sein als die vorherige Ato-
	misierungstemperatur.
Rampe [°C/s]	Aufheizrate
Halten [s]	Haltezeit einstellen

Ausheizen mit der Schaltfläche [Start] im Bereich Ofen ausheizen starten. Das Ausheizen kann mehrfach wiederholt werden, gegebenenfalls mit höherer Temperatur wiederholen.

Iridiumbeschichtetes Graphitrohr ausheizen/abdampfen (HydrEA-Technik) Folgendes Temperaturprogramm ist beim iridiumbeschichteten Graphitrohr zu verwenden (siehe auch Betriebsanleitung des Zubehörs):

	Ausheizen	Abdampfen
Temp.[°C]	2200 °C	2600 °C bzw. mehr
Rampe [°C/s]	500 °C/s	500 °C/s
Halten [s]	10 s	10 s Haltezeit nicht höher wählen, da sonst der Ofen über- mäßig belastet wird.

Das Ausheizen bzw. Abdampfen kann mehrmals wiederholt werden.

4.9 Probengeber AS-GF

4.9.1 Probengeber komplettieren und installieren



BEACHTE

Das AAS vor Installation und Deinstallation des AS-GF stets ausschalten!

Durch das Stecken oder Ziehen von elektrischen Kontakten kann die empfindliche Elektronik des ZEEnit 700 P beschädigt werden.



- 1 Linke Aufnahme im Probenraum
- 2 Justierschraube 1 (für Y-Koordinate)
- 3 Justierschraube 2 (für X-Koordinate)
- 4 Schlauchhalter
- 5 Justierschraube 3 (für X-Koordinate)
- Rechte Aufnahme im Probenraum 6

Abb. 31 AS-GF installieren

- Spülgefäß
- 8 Schlauchführung mit Klemmmutter
- 9 Arretierungsschraube
- 10 T-Ventil des Dosierers
- 11 Dosierspritze
- 12 Klemmschraube für Kolbenstange
- 1. Das ZEEnit 650 P vor der Installation des AS-GF ausschalten!
- 2. Schlauchführung (8 in Abb. 30) am Probengeberarm des AS-GF installieren und mit der Arretierungsschraube befestigen.
- 3. Dosierschlauch handfest in die rechte Öffnung des T-Ventils (10 in Abb. 30) am Dosierer schrauben. Dosierschlauch durch die Schlauchhalter auf der Rückseite des Probengebers und auf dem Probengeberarm fädeln. Dosierschlauch in die Schlauchführung (8 in Abb. 30) einführen, bis das Schlauchende etwa 8 mm unten aus der Schlauchführung herausragt, Schlauch mit Klemmmutter befestigen.
- 4. Steuerleitung in Buchse an Rückseite des AS-GF stecken und arretieren.
- 5. Den AS-GF in die Aufnahmen des Probenraumes einhängen (1 und 6 in Abb. 30). Mit Wasserwaage prüfen, ob Probengeber waagrecht hängt, ggf. Probengeber mit tiefenverstellbarem Anschlag im Probenraum ausrichten (4 in Abb. 26 S. 52).
- 6. Bei Bedarf AS-GF zum Ofen ausrichten (Grobjustierung): Probengeberarm manuell über die Dosieröffnung im Graphitrohr schwenken. Sollte der Dosierschlauch nicht die Öffnung treffen, muss die Einhängung des Probengebers nach vorn bzw, hinten verschoben werden. Dafür Probengeber aus dem Probenraum aushängen. Linke und rechte Einhängung mit Hilfe von Justierschraube 1 und der Stellschraube (2 und 4 in Abb. 31) verschieben. Probengeber wieder einhängen.

	1Gleitstein mit linker Einhängung3Gleitstein mit rechter Einhängung2Justierschraube 14Stellschraube			
	Abb. 32 AS-GF mit Stellschraube und Justierschraube 1 zum Ofen ausrichten			
	7. Steuerleitung in Buchse an der Anschlussleiste des AAS-Gerätes auf der hinteren rechten Seite stecken (10 in Abb. 18 S. 43).			
	8. Den Probenteller auf die Achse des AS-GF aufsetzen und einrasten.			
	9. Probenabdeckung so aufsetzen, dass sie in der Führungsschiene sitzt.			
	10. Computer und ZEEnit 650 P einschalten, Initialisierungsschritte abwarten, Software Aspect LS starten.			
	 Gegebenenfalls Dosierspritze am Dosierer montieren (→ Abschnitt "Dosierspritze wechseln" S. 82). 			
	12. Feinausrichtung des Probengebers durchführen (→ Abschnitt "AS-GF justieren" S. 60).			
Probengeber für HydrEA- Technik vorbereiten	Vor Installation der HydrEA-Technik muss das Graphitrohr mit Iridium oder Gold be- schichtet werden (siehe Handbuch Hydridsystem). Nutzen Sie dazu den im Graphit-Be-			

- 1. AAS-Gerät ausschalten und Hydridsystem (z.B. HS 60 modular) installieren.
- 2. Für HydrEA-Technik Schlauchführung und Dosierschlauch vom Probengeberarm des AS-GF entfernen. Titankanüle am Probengeberarm installieren und mit Arretierungsschraube befestigen.
- 3. Schlauch für Reaktionsgas auf die Titankanüle stecken.

trieb eingesetzten Dosierschlauch.

4.9.2 AS-GF justieren

Die AS-GF ist bereits gemäß Abschnitt "Probengeber komplettieren und installieren" S.57 im Graphitrohrofen-Probenraum installiert. Die Feinausrichtung der AS-GF zum Ofen erfolgt softwareunterstützt.



- 1 Justierschraube 1 mit Kontermutter
- Justierhilfe
- 2 Justierschraube 2 mit Kontermutter
 - Justierschraube 3 mit Kontermutter
- 4
- 5 Schlauchführung mit Klemmmutter
- Justierhilfe im offenen ZEEman-Ofen 6

Abb. 33 AS-GF justieren

3

- 4. Software ASpect LS starten und mit Symbol 🔤 das Fenster **Probengeber** öffnen, auf Karte Techn. Parameter wechseln.
- 5. Mit Schaltfläche [AS-GF zum Ofen ausrichten] die Justierung starten.
- 6. Den Aufforderungen in den Dialogfeldern der Software folgen.

Im laufenden Programm erfolgt:

- die Ausrichtung des AS-GF zum Ofen
- die Einstellung der Eintauchtiefe

Folgende Arbeitsschritte werden nacheinander abgearbeitet:

- Dosierschlauch ca. 8 mm aus der Kanüle des Probengeberarms herausschieben und mit Klemmmutter sichern.
- ZEEman-Ofen aufklappen und Justierhilfe in den Ofen einsetzen.
- Probengeberarm softwaregesteuert auf Justierhilfe absenken.
- 7. x-Richtung mit den Schaltflächen [links]/[rechts] auf das Fadenkreuz ausrichten.
 - y-Richtung mit Justierschraube 1 einstellen.
 - x-Richtung eventuell mit Justierschrauben 2 und 3 nachjustieren.

	 z-Richtung softwaregesteu Probengeberarm bis zur Ol schlauch gerade in Dosierö 	ert einstellen: oerkante der Justierhilfe absenken, sodass Dosier- ffnung eintaucht.		
	Einstellungen für x- und z-Rich	tung werden in der Software gespeichert.		
	 Mit Kontermuttern Einstell 	ung der Justierschrauben sichern.		
	 Justierhilfe entnehmen und 	d Dosiertrichter einsetzen.		
	Injektionstiefe der Probe im Graphitrohr einstellen:			
	 Probengeberarm softwared phitrohr. 	gesteuert absenken. Dosierschlauch taucht in das Gra-		
	 Klemmmutter lockern, Dosierschlauch auf dem Rohrboden aufsetzen, ggf. Lage mit Ofenkamera prüfen und mit Klemmmutter fixieren. Probengeberarm softwaregesteuert auf die optimale Ablagetiefe fahren (ca 0,8 mm für 20 µL Probenmenge). Weitere Einstellungen des Probengebers siehe Bedienungsanleitung "ASpect LS" / Abschnitt "Technische Parameter des Probengebers". 			
Probenteller des AS-GF	1. Positionen des AS-GF in folgen	der Weise bestücken:		
Destucken	Positionen 1-100 1,5	5-mL-Probengefäße		
	Positionen 101 – 108 5-	mL-Sondergefäße		
	2. Probenabdeckung passgenau aufsetzen.			
	 Nächster Arbeitsschritt: Spülflasche füllen. Wenn nötig, Abfallflasche entleeren und Reste ordnungsgemäß entsorgen. Messen. 			

Hinweis: Die Bestückung des Probentellers muss mit der Software-Einstellung in der Methode bzw. in der Proben-ID übereinstimmen.

4.9.3 Probengeber AS-GF deinstallieren

- 1. Das ZEEnit 650 P ausschalten!
- Bei HydrEA-Kopplung: Schlauch für Reaktionsgas von der Titankanüle ziehen. Titankanüle aus dem Probengeberarm ziehen, dazu Klemmmutter lösen.
- 3. Steuerleitung von der Buchse in der rechten Seitenwand des AAS-Gerätes abziehen (Anschluss Sampler Graphit).

4.10 Hinweis zur Installation des automatischen Feststoffprobengebers SSA600



BEACHTE

Die exzentrischen Abstützrollen müssen zum Einhängen des Feststoffprobengebers SSA 600 unbedingt noch drehbar vormontiert sein!

- 1. Für die Exzenterrollen auf jeder Seite die vorderste freie Bohrung benutzen.
- 2. Sobald der SSA 600 in der MPE-Halterung sitzt, die Exzenterrolle an die rechte Probenraumwand herandrücken und feststellen.



Abb. 34 Position der Excenterrolle am SSA 600

4.11 Installationen für den Hydrid-/HydrEA-Betrieb



Beachte

Durch das Stecken oder Ziehen von elektrischen Steckkontakten kann ein Kurzschluss entstehen, der das Gerät zerstört.

Die Installation und der Betrieb der Hydrid-/HydrEA-Systeme sind in den Betriebsanleitungen der entsprechenden Zubehörsysteme beschrieben. Die vorliegende Betriebsanleitung beschränkt sich auf Besonderheiten bei der Installation der Hydrid-/HydrEA-Systeme im AAS ZEEnit 650 P.

4.11.1 Küvetteneinheit für Hydridsysteme installieren

- 1. Befestigungsschraube (5 in Abb. 26 S. 52) lösen, Graphitrohrofen aus dem Probenraum herausziehen.
- 2. Aufnahme für Küvetteneinheit in die vorgesehenen Buchsen auf der Bodenplatte des Probenraums stecken.
- 3. Küvetteneinheit auf die Aufnahme setzen und mit Befestigungsschraube arretieren.

3



- 1 Aufnahme für Küvetteneinheit
- 2 Befestigungsschraube

- 3 Küvetteneinheit
- Abb. 35 Aufnahme und Küvetteneinheit für Hydridsystem am ZEEnit 650 P

4.11.2 Installation für automatisierten Hydrid-/HydrEA-Betrieb

Bei der automatisierten Arbeitsweise werden die Proben über den Autosampler AS-F oder AS-FD dem Hydridsystem (HS 60 modular) zugeführt.



Abb. 36 Hydridsystem HS 60 modular für Hydrid-/HydrEA-Betrieb

Arbeitsschritte Installation 1. HS 60 modular entsprechend Bedienungsanleitung am ZEEnit 650 P installieren.

- 2. Steuerkabel in den Stecker des Probengebers (Rückseite) stecken und arretieren.
- 3. Probengeber (mit Vorratsflasche für Spüllösung bzw. mit Fluidik-Modul) neben das Hydridsystem stellen.
- Ablaufschlauch auf den Ablaufstutzen des Probengebers (Rückseite) aufstecken. Ablaufschlauch auf den Stutzen der Auffangflasche stecken.
 Hinweis: Ablaufschlauch mit durchgehendem Gefälle verlegen. Gegebenenfalls Schlauch kürzen.
- 5. Schlauch für Spülflüssigkeit an der Rückseite des Probengebers anschrauben.
- 6. Steuerkabel in den Stecker an der rechten Seitenwand des ZEEnit 650 P (1 in Abb. 18, S. 43) stecken und arretieren.
- Probenansaugschlauch durch das Schlauchführungsteil am Probengeberarm auf die dünne Ansaug-Kanüle des Probengeberarms stecken.
 Hinweis: Der Probengeberarm kann im ausgeschalteten Zustand manuell bewegt werden.
- 8. Beim AS-FD Dosierschlauch für Verdünnungsmittel (Kennzeichnung "1") auf die dickere Kanüle des Probengeberarms stecken.

Fluidik-Modul (für AS-FD)

vorbereiten

- Probenteller auf Probengeber-Gehäuse aufsetzen, auf Einrasten achten.
 Hinweis: Die Steuerung startet den Probengeber nicht bzw. stoppt automatisch, wenn kein Probenteller aufgesetzt ist.
- 10. Probenteller bestücken.
- 11. Probenabdeckung so aufsetzen, dass die Führungsnase des Probengeber-Gehäuses in die Deckelnut greift.
- 12. ZEEnit 650 P einschalten und Software starten.



- 1 Vorratsflasche für Spülflüssigkeit
- 2 Anschluss f
 ür Verd
 ünnungsmittel
- 3 Anschluss Dosierschlauch (zu AS-FD)
- 4 Dosierspritze, bestehend aus Kolben und Glaszylinder
- 5 Antriebsstange mit Befestigungsschraube
- 6 Vorratsflasche für Verdünnungsmittel

Abb. 37 Fluidik-Modul des AS-FD

- 1. Gegebenenfalls Dosierspritze am Dosierer montieren (→ Abschnitt "Dosierspritze wechseln" S. 82).
- 2. Vorratsflaschen für Spülflüssigkeit (links) und Verdünnungsmittel (rechts) in die Flaschenhalterungen des Fluidik-Moduls stellen.
- 3. Den kurzen Schlauch (Kennzeichnung am Schlauch "3") in die Vorratsflasche für Verdünnungsmittel eintauchen. Zweites Schlauchende am Ventil anschrauben (2 in Abb. 36).
- 4. Dosierschlauch Verdünnungsmittel (ummantelt, Kennzeichnung "1") an den zweiten Anschluss des Ventils schrauben (3 in Abb. 36).
- 5. Schlauch für Spülflüssigkeit (Kennzeichnung "2") in die Vorratsflasche tauchen.

Arbeitsschritte Deinstallation

- 1. ZEEnit 650 P ausschalten.
 - 2. Probenschlauch von Ansaug-Kanüle am Probengeberarm abziehen.
 - 3. Ablaufschlauch vom Stutzen des Autosamplers (Rückseiteseite) abziehen.
 - 4. Steuerkabel an der Rückseite des Autosamplers lösen.

4.12 Inbetriebnahme des ZEEnit 650 P mit Zubehör

4.12.1 Einschaltreihenfolge, täglicher Arbeitsbeginn

- 1. PC einschalten und das Initialisieren des Computerprogramms abwarten: Auf dem Bildschirm erscheinen die Anwendungssymbole, unter ihnen das Symbol des ASpect LS-Programms.
- 2. Das ZEEnit 650 P einschalten: Den grünen EIN/AUS- Schalter an der rechten Seitenwand betätigen.
- 3. Das ASpect LS -Programm starten: Doppelklick des Mauszeigers auf das Aspect LS-Symbol.
- 4. Den Drucker zuschalten, wenn er gebraucht wird.

Das AAS-System ist jetzt eingeschaltet, Sie können mit der Arbeit (Analysenvorbereitung und Messung) beginnen.



BEACHTE

Das mobile Kühlaggregat KM5 wird vom AAS gesteuert und wird daher nicht manuell ein-/ausgeschaltet.

4.12.2 Ausschaltreihenfolge

- 1. Am PC, Anwendungsprogramm ASpect LS beenden: Menübefehl **File / Exit** anklicken.
- 2. Bei ungespeicherten Werten bestimmen, ob ungespeicherte Daten/Informationen vor Verlassen des Programms gespeichert werden sollen.
- 3. PC herunterfahren.
- 4. An den jeweiligen Netzschaltern ausschalten (in dieser Reihenfolge):
- PC
- AAS
- Drucker
 - ✓ Das AAS-System ist jetzt ausgeschaltet.

5 Pflege und Wartung



WARNUNG

Elektrischer Schlag!

Bei allen Wartungsarbeiten ZEEnit 650 P unbedingt ausschalten und Netzstecker ziehen. Nur durch das Ziehen des Netzsteckers wird das ZEEnit 650 P sicher vom Netz getrennt. Nach Ausschalten am Hauptschalter führen sowohl einige Bereiche des Spektrometers, als auch die Ausgangssteckdose weiterhin Netzspannung.

Ausgenommen sind Wartungsarbeiten, die ausdrücklich einen Betrieb des AAS-Gerätes und der Steuersoftware erfordern wie das Ausheizen des Graphitrohres.



WARNUNG

Gefahr von Augen- und Hautschäden durch UV-Strahlung!

HKL, D₂-HKL und das geheizte Graphitrohr (T > 1000 °C) senden Strahlung im UV-Bereich aus. Nicht ohne UV-Schutzbrille in die Lampenstrahlung, in das Graphitrohr oder die Flamme blicken. Haut vor Strahlung schützen.

Vor Öffnen der Lampenraumtür Lampen über die Steuer- und Auswertesoftware ASpect LS ausschalten: Im Fenster **Spektrometer / Kontrolle** im Bereich **Optische Parameter** Lampenstrom in [mA] auf null setzen. In der Dropdown-Liste **Untergrundkorrektur** die Option **kein Untergrund** auswählen. Auf [**Einstellen**] klicken. Fehlermeldung verneinen.

Handspiegel zur Beobachtung der Probenablage oder der Trocknung flüssiger Proben nur links vom Graphitrohrofen in den Strahlengang einbringen. Bei Beobachtung rechts vom Ofen besteht die Gefahr der Reflexion von UV-Strahlung.



WARNUNG

Der Betreiber ist dafür verantwortlich, das Gerät vor einer Wartung oder Reparatur angemessen zu dekontaminieren. Dies gilt für den Fall, dass das Gerät äußerlich oder innerlich mit gefährlichen Stoffen verunreinigt worden ist.



VORSICHT

Der Benutzer darf keine anderen als die in diesem Kapitel aufgeführte Pflege- und Wartungsarbeiten am Gerät und den Komponenten vornehmen.

Beachten Sie dabei die Hinweise im Abschnitt "Sicherheitsanweisungen" S. 9. Die Einhaltung der Sicherheitshinweise ist die Voraussetzung für einen störungsfreien Betrieb. Befolgen Sie stets alle Warnungen und Hinweise, die auf dem Gerät selbst angebracht sind oder vom Steuerprogramm ASpect LS angezeigt werden.

Um eine einwandfreie und sichere Funktion zu gewährleisten, sollte das ZEEnit 650 P jährlich durch den Kundendienst der Analytik Jena überprüft werden.



VORSICHT

Verbrennungsgefahr an heißen Oberflächen! Beachten Sie vor Wartung des Graphitrohrofens die Abkühlphasen.

5.1 Wartungsübersicht

Wartungsobjekt	Tätigkeit	Anlass, Fristen	
Grundgerät			
Sicherung	Sicherung wechseln	Wenn notwendig	
Probenraum	Von sublimierten Substanzen reinigen.	Regelmäßig	
	Fenster für Strahleintritt und -austritt im Probenraum reinigen.	Bei Sichtprüfung: Schlieren, Ein- brennrückstände Wenn Energieverluste auftreten.	
Graphitrohrofen		5	
Graphitrohr	Reinigen durch Ausheizen über Reinigungsprogramm der Steu- ersoftware.	Täglich	
lridiumbeschichtetes Graphitrohr	lridiumschicht abdampfen.	Nach ca. 500 Atomisierungen oder für eine Neubeschichtung (Störungen verursachen ver- fälschte Messergebnisse)	
Ofenfenster	Mit einem fusselfreien, alko- holgetränkten Tuch abwischen. Bei hartnäckigen Verschmut- zungen mit einer handelsübli- chen Reinigungslösung für UV- Küvetten (z.B. HELLMA NEX II) reinigen.	Wöchentlich	
Graphitelektroden	Kontaktflächen der Elektroden mit Wattetupfer, fusselfreiem alkoholgetränktem Tuch oder Fließpapier reinigen.	Regelmäßig	
	Auf Verschleiß achten, ggf. er- setzen.	Halbjährlich	
Pipettiereinsatz	Reinigen und spülen.	Kann täglich notwendig sein, abhängig von Art der Proben	
Autosampler AS-GF / AS-F und AS-FD			
Dosierschlauch/ Kanülen	Auf Ablagerungsfreiheit, Kni- cke und Risse prüfen.	Regelmäßige Kontrolle, da Abla- gerungen die Messergebnisse verfälschen können.	
Spülgefäß, Mischgefäß	Reinigen.	Regelmäßig	
Gasanschlüsse			
	Auf Dichtheit prüfen.	Wenn Anschlüsse neu verbun- den worden sind und wenn deutlicher Druckabfall am Ma- nometer erkennbar ist.	
Mobiles Kühlaggregat KM5			

Wasserbehälter	Wasserstand im Wasserbehäl- ter kontrollieren und mit ent- härtetem Wasser auffüllen	Nach Leerung, sonst vierteljähr- lich
Kühllamellen	Schmutzfrei halten	Ständig

5.2 Grundgerät

5.2.1 Sicherungswechsel



WARNUNG

Gefahr von elektrischem Schlag!

Vor dem Sicherungswechsel AAS stets am Netzschalter ausschalten und vom Netz trennen. Die Netzeingangssicherungen (F1, F2) und die interne Sicherung für die Magnetstromversorgung (F1 intern MagSV) dürfen nur durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von der Analytik Jena autorisierte Personen gewechselt werden.

Die Sicherungen des ZEEnit 650 P befinden sich auf der Geräterückseite. Sie sind beschriftet.

Sicherungen auf der Rückseite (siehe Abb. 19)

Nummer der Sicherung	Тур	Gesicherter Stromkreis
F1	32 A/T	Netzeingang
F2	32 A/T	Netzeingang
F3	T 6,3 A/H	Steckdose für externes Zubehör
F4	T 6,3 A/H	Steckdose für externes Zubehör
F5	T 2,5 A/H	Primärseite Trafo, NTL
F6	T 2,5 A/H	Primärseite Trafo, NTL
F7	T 6,3 A/H	Magnetstromversorgung
F8	T 6,3 A/H	Magnetstromversorgung
F9	T 0,08 A	D ₂ -HKL
F10	T 0,25 A	HKLs
F11	T 0,08 A	Booststrom
F12	Т1А	Heizung für Booststrom
F13	T 0,032 A	Analog
F14	T 3,15 A	Glühwendel
F1 intern	TR5-T100 mA	Messleitung Zeeman-Graphitrohrofen
F1 intern MagSV	FF 4 A/H	Magnetstromversorgung

Die Sicherung F1 intern für die Messleitung Zeeman-Ofen befindet sich gut zugänglich am hinteren Ofenunterbau.

Wenn F1 intern MagSV geschmolzen ist, erscheint in der Software ASpect LS die Meldung, dass ein Fehler in der Magnetsteuerung vorliegt. ASpect LS gibt an, welche Sicherungen zu prüfen sind.

5.2.2 Probenraum reinigen

- 1. Probenraum regelmäßig mit einem fusselfreien, mit Alkohol angefeuchteten Tuch reinigen.
- 2. Befinden sich in der Wanne des Flammenprobenraums Flüssigkeitsreste, z. B. vom Ablauf des Siphons, Probenraumwanne vorziehen, entleeren und mit trockenem Tuch auswischen.
- 3. Werden Energieverluste festgestellt, Strahleintritts und -austrittsfenster der Probenräume prüfen:

Mit einem fusselfreien und mit Alkohol benetzten Tuch (Optiktuch) Fenster schlierenfrei sauber wischen.

5.3 Graphitrohrofen

5.3.1 Graphitrohrofen warten

Nach längerer Betriebsdauer lagern sich Probenrückstände, Modifikatoren und sublimierte Kohlenstoffanteile des Graphitrohres auf den Kontaktflächen der Graphitelektroden, dem Ofenmantel, dem Strahlungssensor (für Strahlung freier Durchgang vom Graphitrohr durch Ofenmantel und untere Elektrode zum Sensor notwendig) und dem Pipettiereinsatz ab. Diese Ablagerungen können Ursache für Kontaminationsprobleme sein und zu erhöhten Abweichungen des Formierungs-Faktors führen. Beschädigte Ofenteile (Ofenmantel, Graphitrohr, Elektroden) können Ursache für schlechte Analyseergebnisse sein.



VORSICHT

Verbrennungsgefahr am heißen Ofen!

Den Graphitrohrofen vor Pflege- und Wartungsarbeiten abkühlen lassen.

5.3.2 Ofenfenster reinigen



BEACHTE

Die Quarzscheiben der Ofenfenster nicht mit den Fingern berühren. Fingerabdrücke brennen ein.

Ofenfenster nicht im Ultraschallbad reinigen. Die UV-Durchlässigkeit der Fenster kann dadurch vermindert werden.

Versprödungsgefahr für Dichtgummis. Beim Reinigen der Ofenfenster mit alkoholgetränktem Tuch sicherstellen, dass die Dichtgummis nicht mit Alkohol benetzt werden!

- 1. Ofen abkühlen lassen.
- 2. Ofen öffnen und beide Ofenfenster aus ihrer Führung ziehen. (Das linke Ofenfenster kann auch bei geschlossenem Ofen entnommen werden.)
- 3. Ofenfenster mit einem fusselfreien alkoholgetränkten Tuch abwischen. Bei hartnäckigen Verschmutzungen mit einer handelsüblichen Reinigungslösung für UV-Küvetten (Bestell-Nr. 407-320.002) reinigen.
- 4. Die Ofenfenster wieder auf ihre Führung schieben, dabei die Dichtringe schonen.

5.3.3 Graphitoberflächen reinigen

Nach der täglichen Nutzung sind die Graphitoberflächen zu reinigen.

- 1. ZEEnit 650 P einschalten und Software ASpect LS starten (beweglicher Ofenteil muss zum Öffnen/Schließen mit Druck beaufschlagt sein).
- 2. Mit Schaltfläche \varTheta das Fenster **Ofen** öffnen. Auf die Karte **Kontrolle** wechseln.
- 3. Ofen mit der Schaltfläche [Ofen öffnen] öffnen.
- 4. Pipettiereinsatz aus dem beweglichen Ofenteil nehmen und in 0,1 1 N HNO₃ reinigen.

Anschließend gut mit schwach angesäuertem oder entmineralisiertem Wasser spülen.

- 5. Kontaktflächen der Elektroden mit watteverstärktem Tupfer, alkoholgetränktem fusselfreiem Tuch oder Fließpapier reinigen.
- 6. Innenliegende Flächen des Ofenmantels mit watteverstärktem Tupfer reinigen.

5.3.4 Graphitrohrofen vom Zeeman-Magnet trennen und wieder einfahren

Zum Wechseln von Elektroden und Ofenmantel müssen der Graphitrohrofen aus dem Probenraum herausgezogen und die Ofenteile vom Magneten getrennt werden.

1. Die Arretierungsschraube (Kreuzgriffschraube, 7 in Abb. 37) für den Graphitrohrofen

Arbeitsschritte Trennen



BEACHTE

lösen.

Kollisionsgefahr! Der Ofen darf für den folgenden Arbeitsschritt nicht geöffnet sein!



- 1 Inertgaszuführung Spülgas (innerer Gasstrom)
- Kühlwasserzuführung
- Pipettieröffnung
- Kühlwasserzuführung
- Inertgaszuführung Schutzgas (äußerer Gasstrom)
- Anschlag für MPE
- Arretierungsschraube Graphitrohrofen
- Arretierungsschraube Ofenschlitten

Abb. 38 Arretierungsschrauben Graphitrohrofen

- 2. Graphitrohrofen aus dem Probenraum bis zum Anschlag herausziehen.
- 3. Das linke Ofenfenster (2 in Abb. 39) nach oben herausziehen und den Gasschlauch (1 in Abb. 39) vom Stutzen unterhalb des Ofenfensters abziehen.





1

- Abb. 39 Ausgefahrener Ofen, rechte Seite
- 4. Beide Schläuche rechts vom Ofen abziehen.
- 5. Pipettiereinsatz (3 in Abb. 39) aus dem schwenkbaren Ofenteil herausnehmen.



Abb. 40 Ausgefahrener Ofen

- 6. Mit Schaltfläche **[Ofen öffnen]** im Fenster **Spektrometer Kontrolle** Graphitrohrofen öffnen.
- 7. Graphitrohr herausnehmen.



1 Graphitrohr

1

2

3

4

Argonschlauch

satz)

Linkes Ofenfenster

Stopfen (hier: Pipettierein-

Schwenkbares Ofenteil

- 2 Dichtungsplatte für linkes Ofenfenster
- 3 Kreuzgriffschraube Ofenschlitten

Abb. 41 Ausgefahrener Ofen, offen, linke Seite

- 8. Die Dichtungsplatte (2 in Abb. 40) für das linke Ofenfenster abschrauben (4 Schlitzschrauben aus Titan).
- 9. Kreuzgriffschraube (3 in Abb. 40) links vom Ofenschlitten lösen.
- 10. Ofenschlitten vorsichtig von Hand nach rechts aus dem feststehenden Magneten herausdrücken.
1 Ofenmantel



Abb. 42 Ausgefahrener Ofenschlitten

Der Ofen ist jetzt bereit für die Wartungsarbeiten, Ofenmantel und Elektroden sind leicht zugänglich. Bringen Sie nach abgeschlossener Wartung den Ofen in die Ausgangslage zurück:

Arbeitsschritte Ofen in Ar-
beitsposition bringen1.Ofenschlitten von Hand zwischen die Polschuhe (2 in Abb. 42) des Zeeman-Magne-
ten zurückdrücken.

- 2. Ofenschlitten mit Kreuzgriffschraube (3 in Abb. 40) fingerfest anschrauben.
- 3. Die Dichtungsplatte für das linke Ofenfenster anschrauben.
- 4. Den Gasschlauch auf den Stutzen (4 in Abb. 42) unterhalb des Ofenfensters aufstecken (Schnellverschluss).
- 5. Beide Gasschläuche auf der rechten Ofenseite anstecken (Abb. 38).
- 6. Das linke Ofenfenster in die Führung am Ofen einsetzen.
- 7. Graphitrohrofen bis zum Anschlag in den Probenraum schieben und arretieren.

5.3.5 Temperatursensorgruppe ausbauen und reinigen

Vor dem Elektrodenwechsel muss der Temperatursensor ausgebaut werden. Der Sensor für die Temperatur-Rekalibrierung ist von unten im unteren Ofenteil montiert. Der Temperatursensor empfängt die Strahlung durch Öffnungen im Ofenmantel und in der unteren Elektrode direkt vom Graphitrohr.

- 1. Die zwei Rändelschrauben (1 in Abb. 43) an der Unterseite des Ofens lösen.
- 2. Sensorgruppe (2 in Abb. 43) aus der Halterung herausziehen. Dabei darauf achten, dass der Dichtring auf dem Sensor nicht verloren geht.
- 3. Front des Strahlungssensors mit fusselfreiem, alkoholgetränktem Tuch reinigen.



Rändelschrauben

Sensorgruppe

Abb. 43 Blick von unten auf Ofen mit Strahlungssensorgruppe

Gegebenenfalls jetzt die untere Elektrode und den Ofenmantel wechseln, dann die Sensorgruppe in umgekehrter Reihenfolge wieder einbauen. Darauf achten, dass der Dichtring eingesetzt ist. Rändelschrauben nur fingerfest anziehen.

5.3.6 **Obere Elektrode wechseln**

Die Elektroden sind immer nur paarweise zu wechseln, entweder bei Bedarf oder bei einem Formierungsfehler > 10 auch nach dem Reinigen der Elektroden und Wechsel des Graphitrohres. Das Ofenwerkzeug ist nicht im Lieferumfang enthalten und kann optional bestellt werden. Der Wechsel der Elektroden kann auch durch den Service erfolgen.



- 1 Handspiegel
- 2 Pinzette
- 3 Schraubendreher
- 4 Ratschenschlüssel für Sechskantbit
- 5 Sechskantbit und Verlängerung
- 6 Ausdrückwerkzeug für Elektroden und Ofenmantel

Abb. 44 Ofenwerkzeug

- 1. Obere Elektrode mit Ausdrückwerkzeug ausdrücken:
 - Die Ausdrückvorrichtung (6 in Abb. 44) bis zum Anschlag in die Ofenbacke schrauben, mittels Ratschenschlüssel (4 in Abb. 44) das Ausdrückwerkzeug vorsichtig weiter eindrehen, bis die Elektrode aus dem Elektrodenhalter herausfällt. Ausdrückvorrichtung aus der Backe herausschrauben.

7

8

9



1 Elektrode

Graphitrohr-Justierhilfe

10 Druckstück für obere Elektrode

Druckstück für untere Elektrode mit kurzer

Spindel, Flanschmutter und Spindelmutter

Druckstück für Ofenmantel mit langer Spindel

- 2 Flanschmutter
- 3 Spindel
- 4 Ratschenschlüssel

Abb. 45 Elektrode teilweise herausgedrückt

2. Flanschmutter (3 in Abb. 46) der Einziehwerkzeuge bis zum Anschlag in die Ofenbacke einschrauben.



BEACHTE

Zerstörungsgefahr für Elektrode. Beim Ansetzen und Einziehen der Elektrode sorgfältig auf Parallelität der Elektrode zur Ofenbacke achten. Falls die Elektrode versehentlich verkantet angesetzt wurde, wieder ganz herausdrücken und neu ansetzen.

3. Die kürzere Spindel in das Druckstück "obere Elektrode" einführen. Eine neue Elektrode über die Spindel führen. Druckstück "obere Elektrode" mit Spindel und Elektrode in die Ofenbacke einführen, Druckstück über die Ofenbacke schieben und dabei die Elektrode ausrichten. Spindelmutter mit aufgesetzter Unterlegscheibe von Hand bis zum Anschlag auf das freie Spindelende schrauben. Die Elektrode mittels Spindelmutter und Ratschenschlüssel bis zur festen stirnseitigen Anlage in die Ofenbacke einziehen.



- 1 Druckstück
- 2 Elektrode
- 3 Flanschmutter
- 4 Spindelmutter

Abb. 46 Elektrode mit Einziehwerkzeug an die Backe angesetzt

- 4. Die Spindelmutter abschrauben, dabei das Druckstück mit der linken Hand halten und abziehen. Die Flanschmutter herausschrauben.
- 5. Abgeriebenen Graphitstaub absaugen oder wegblasen.

5.3.7 Graphitrohrofenmantel und untere Elektrode wechseln

Graphitrohrofenmantel und die untere Elektrode sind zu wechseln:

- Bei Beschädigung
- Wenn Kontaminationen sich nicht durch Reinigen beseitigen lassen
- Falls nach Reinigung der Elektrode und Wechsel des Graphitrohres der Formierungsfaktor >10 bleibt.

Die Elektroden immer paarweise wechseln!

- 1. Den Graphitrohrofen vom Zeeman-Magneten trennen (\rightarrow Abschnitt "Graphitrohrofen vom Zeeman-Magnet trennen und wieder einfahren" S.70).
- 2. Die Temperatursensorgruppe ausbauen (→ Abschnitt "Temperatursensorgruppe ausbauen und reinigen" S.73)
- 3. Die Ausdrückvorrichtung (6 in Abb. 44) an Stelle des ausgebauten Temperatursensors bis Anschlag einschrauben.



- 1 Ofenmantel, zylindrischer Ansatz teilweise sichtbar
- 2 Ausdrückvorrichtung
- 3 Ausgebaute Sensorgruppe, am Kabel hängend

Abb. 47 Ofenmantel, teilweise herausgedrückt

- 4. Die Spindel der Ausdrückvorrichtung mit Ratschenschlüssel drehen. Den Ofenmantel beim Herausdrücken mit einer Hand führen. Ofenmantel und untere Elektrode entnehmen.
- 5. Die Ausdrückvorrichtung aus dem Ofen herausschrauben, an gleicher Stelle die Flanschmutter der Einziehwerkzeuge bis zum Anschlag einschrauben.
- 6. Die kürzere Spindel in das Druckstück "untere Elektrode" einführen.
- 7. Eine neue untere Elektrode auf die Spindel stecken. Druckstück "untere Elektrode" mit Spindel und Elektrode in den Ofenschlitten einführen, dabei das Druckstück über den Ofenschlitten schieben und die Elektrode zur Öffnung ausrichten.
- 8. Spindelmutter mit aufgesetzter Unterlegscheibe bis zum Anschlag auf das freie Spindelende schrauben.

Druckstück

im Ofenunterteil Spindel

Druckstück liegt an Ofenoberseite an

Ofenmantel steht mit dem zylindrischen Ansatz zentrisch über der Zylinderöffnung



Abb. 48 Ofenmantel, bereit zum Einziehen



BEACHTE

Zerstörungsgefahr für Elektrode. Beim Ansetzen und Einziehen der Elektrode sorgfältig auf Parallelität der Elektrode zum Bock achten. Falls die Elektrode versehentlich verkantet eingesetzt wurde, wieder ganz herausdrücken und neu ansetzen.

- 9. Elektrode mittels Spindelmutter und Ratschenschlüssel bis zur festen stirnseitigen Anlage in den Ofenschlitten einziehen.
- 10. Spindelmutter lösen und abschrauben. Druckstück "untere Elektrode" und Spindel entfernen. Abgeriebenen Graphitstaub absaugen oder wegblasen.
- 11. Flanschmutter der Einziehwerkzeuge im Ofenmantel belassen.
- 12. Die lange Spindel in das Druckstück "Ofenmantel" stecken.
- 13. Neuen Ofenmantel auf die Öffnung des Ofenschlittens aufsetzen. Das Druckstück "Ofenmantel" mit Spindel so über Ofenmantel und Ofenteil führen, dass der Passquader in die Öffnung an der Oberseite des Ofenmantels ragt und die seitlichen Druckflächen des Druckstücks an der Ofenmanteloberseite anliegen.
- 14. Spindelmutter mit aufgesetzter Unterlegscheibe bis zum Anschlag auf das freie Spindelende schrauben.



BEACHTE

Zerstörungsgefahr für Ofenmantel, falls das Drehmoment beim Einziehen sprunghaft zunimmt. Ständig auf Parallelität zwischen Ofenmantel und Ofenunterteil achten. Falls der Ofenmantel verkantet, wieder ganz herausdrücken und neu ansetzen.

- 15. Spindelmutter mit Ratschenschlüssel einschrauben und dabei den Ofenmantel bis zum Anschlag einziehen.
- 16. Spindelmutter lockern und entfernen. Druckstück und Spindel abnehmen. Abgeriebenen Graphitstaub absaugen oder wegblasen. Flanschmutter herausschrauben.
- 17. Den gereinigten Strahlungssensor einbauen. Die beiden Rändelschrauben fingerfest anschrauben.
- 18. Ein Graphitrohr mit Pinzette einsetzen.
- 19. Mit Schaltfläche **[Ofen schließen]** im Fenster **Spektrometer Kontrolle** Graphitrohrofen schließen.
- 20. Graphitrohrofen gemäß Abschnitt "Graphitrohrofen vom Zeeman-Magnet trennen und wieder einfahren" S. 70 in die Ausgangslage zurückbringen

5.3.8 Graphitrohr reinigen und wechseln

Standard-Graphitrohr rei-	Täglich		
nigen	Arbeitsschritte siehe Kapitel "Graphitrohr reinigen / ausheizen" S.56.		
lridiumbeschichtetes Gra- phitrohr reinigen	Täglich Arbeitsschritte siehe Kapitel "Graphitrohr reinigen / ausheizen" S.56.		
lridiumschicht im Graphit- rohr abdampfen	Nach ca. 500 Atomisierungen oder für Neubeschichtung. Arbeitsschritte siehe Kapitel "Graphitrohr reinigen / ausheizen" S.56.		
Graphitrohr wechseln	Das Graphitrohr zeigt deutlichen Abbrand, die Pyrolyseschicht ist verbraucht. Bei einem Formierungsfaktor > +10 % erfolgt keine automatische Temperaturkorrektur mehr, das Graphitrohr ist nur noch bedingt verwendbar. Es sollte gewechselt werden oder die Temperatur manuell im Ofenprogramm angepasst werden.		
	Arbeitsschritte siehe Kapitel "Graphitrohr in den Graphitrohrofen einsetzen" S.53.		

5.4 Probengeber AS-GF

Folgende Wartungsarbeiten sind am AS-GF auszuführen:

- Verunreinigungen des Probentellers und des Gehäuses mit trockenem Lappen täglich entfernen.
- Dosierschlauch spülen, warten, wechseln.
- Dosierspritze wechseln
- Reinigung, nachdem Spülgefäß oder Mischgefäß übergelaufen sind.

5.4.1 Dosierschlauch spülen

Der Dosierschlauch ist vor und nach der Arbeit zu spülen. Dabei wird Spüllösung aus der Vorratsflasche entnommen, über die Dosierspritze in den Dosierschlauch gepumpt und in das Spülgefäß abgegeben.

- 1. ZEEnit 650 P einschalten und Software ASpect LS starten.
- 2. In ASpect LS mit 🔤 das Fenster **Probengeber** öffnen.
- 3. Spülvorgang mit der Schaltfläche **[Spülen]** starten.

Hinweis: Sollte der Dosierschlauch beim Spülen nicht ordnungsgemäß in das Spülgefäß eintauchen, muss der Probengeber in der Spülposition neu ausgerichtet werden.

 Im Fenster Funktionstest Schaltfläche [Probengeber ausrichten] aktivieren. Im Bereich zu justierende Position die Option Spülposition aktivieren. Im Bereich Justierung Spülposition Tauchtiefe im Listenfeld eingeben (ca. 40 mm). Ausrichtung des Schwenkarms mit den Pfeiltasten korrigieren. Einstellungen speichern und Fenster schließen.

Achtung: Beim erneuten Aufrufen des Fensters **[Probengeber ausrichten]** erscheint unter **Tiefe** der Wert **13 mm**, nicht der gespeicherte Wert.

5. Spülvorgang gegebenenfalls mehrfach wiederholen.

Das Ausführen des Spülvorgangs kann in der Methode vereinbart und so automatisch vor und nach der Messung ausgeführt werden.

Hinweis: Ist eine Methode aktiv, so wird mit dem Betätigen der Schaltfläche **[Spü-len]** im Fenster **Probengeber** die in der Methode eingestellte Anzahl Spülzyklen abgearbeitet.

– Probengeber		– 🗆 X
Parameter Techn. Parameter Funktionstes	t Positionen	
Spurwahl/Tellerdrehung O Gefäß-Nr. Spülposition Mischposition	Tauchheber Tiefe [mm]: 0 📮	Fehlertest Version: 14.599
O Rohrposition Pipettor Geschwindigkeit 3 ♥ Volumen [µL]: 0 ♥ Aufnehmen Abgeben	Testprogramme Testprogramm 1 Testprogramm 2 Testprogramm 2	 Spur-/Tellerantrieb Tellerkennung Dosierer (Antrieb) Dosierer (Volumen)
Ventil zur Flasche Rücksetzen	○ Testprogramm 3 Start	OK Abbrechen

Abb. 49 Fenster "Probengeber / Funktionstest" in der Software ASpect LS

5.4.2 Dosierschlauch warten

Ein beschädigter, geknickter oder mit Ablagerungen versehener Dosierschlauch kann Ursache für verfälschte Messergebnisse sein. Wartungsarbeiten sind:

- Dosierschlauch reinigen
- Dosierschlauch kürzen
- Dosierschlauch wechseln



1 Schlauchhalter

- 2 Dosierschlauch
- 3 Schlauchhalter
- 4 Schraubverschluss am Dosierer
- 5 Arretierungsschraube Schlauchführung
- 6 Klemmmutter an der Schlauchführung

Abb. 50 Dosierschlauch am AS-GF

Dosierschlauch reinigen

Die Reinigung des Dosierschlauchs ist in Abhängigkeit vom Probenmaterial erforderlich, wenn:

- Die Phasengrenze zwischen Probe, Spülflüssigkeit und zwischenliegender Luftblase unscharf oder die Blase segmentiert ist.
- Die Probe verschleppt wird (Schlauch ist innen kontaminiert).

Als Reinigungslösung wird 8- bis 13-prozentige Natriumhypochlorit-Lösung (NaOCl) empfohlen. Der nachfolgend beschriebene Reinigungsvorgang ist bei Bedarf mehrmals zu wiederholen.

- 1. Natriumhypochlorit-Lösung in ein 5-mL-Sondergefäß füllen und die Probentellerposition 101 damit bestücken.
- 2. ZEEnit 650 P einschalten und Software ASpect LS starten.
- 3. In ASpect LS mit das Fenster **Probengeber** öffnen. Auf die Karte **Funktionstest** (Abb. 49 S. 80) wechseln.
- Im Bereich Spurwahl/Tellerdrehung im Listenfeld "101" eingeben und die Option Gefäß-Nr. aktivieren. Der Probengeberarm bewegt sich zur Position "101".
- 5. Im Bereich **Tauchheber** im Listenfeld **Tiefe** mit den Pfeiltasten den Probengeberarm in das Sondergefäß absenken (ca. 50 mm). **Hinweis:** Probengeber senkt sich nur bei

Betätigen der Pfeiltasten ab. Deshalb nach direkter Werteingabe in das Listenfeld noch einmal Pfeiltasten betätigen! 6. Im Bereich Pipettor im Listenfeld Volumen [µL] mit den Pfeiltasten das aufzunehmende Volumen einstellen (ca. 100 - 200 µL). Das Volumen kann in 50 µL-Schritten eingestellt werden. 7. Schaltfläche [Aufnehmen] betätigen. Der Probengeber füllt den Dosierschlauch mit der Reinigungsflüssigkeit. 8. Reinigungsflüssigkeit ca. 20 min einwirken lassen. 9. Im Bereich Spurwahl/Tellerdrehung die Option Spülposition aktivieren. 10. Probengeberarm bewegt sich zum Spülgefäß. 11. Im Bereich Tauchheber im Listenfeld Tiefe mit den Pfeiltasten den Probengeberarm in das Spülgefäß absenken (ca. 40 mm). Bei direkter Werteingabe in das Listenfeld noch einmal Pfeiltasten betätigen. 12. Mit Schaltfläche [Abgeben] den Dosierschlauch in das Spülgefäß entleeren. 13.5 Spülzyklen starten. (5 x Schaltfläche [Spülen] betätigen). 1. Klemmmutter an der Schlauchführung (6 in Abb. 50) lockern und Dosierschlauch Dosierschlauch des AS-GF nach oben herausziehen. kürzen 2. Dosierschlauch mit einer Rasierklinge oder Skalpell im Winkel von 10° bis 15° schräg abschneiden. 3. Dosierschlauch so weit in Schlauchführung schieben, bis der Dosierschlauch ca. 8 mm unten herausragt. 4. Dosierschlauch mit Klemmmutter arretieren. 5. Injektionstiefe der Probe neu justieren (\rightarrow Abschnitt "AS-GF justieren" S. 60). Dosierschlauch des AS-GF 1. Klemmmutter an der Schlauchführung (6 in Abb. 50) lockern und Schlauch herausziehen. Schlauch aus den Schlauchhaltern am Probengeberarm und an der Rückseite wechseln des Probengebers (1 und 3 in Abb. 50) herausnehmen. 2. Schraubverschluss am T-Ventil des Dosierers (4 in Abb. 50) lösen. 3. Neuen Dosierschlauch am Ventil festschrauben und durch die Schlauchhalter führen. 4. Dosierschlauch so weit in die Schlauchführung schieben, bis er 8 mm unten herausragt, mit Klemmmutter arretieren. 5. Injektionstiefe der Probe neu justieren (\rightarrow Abschnitt "AS-GF justieren" S. 60).

5.4.3 Dosierspritze wechseln

Die folgenden Ausführungen gelten für die Probengeber AS-GF (Graphitrohr) und AS-FD (Flamme). Die Dosierer unterscheiden sich lediglich in der Größe der Dosierspritze (500 bzw. 5000 µL).



- 1 T-Ventil
- 2 Dosierspritze, bestehend aus Kolben und Glaszylinder
- 3 Befestigungsschraube
- 4 Antriebsstange

Abb. 51 Dosierer an AS-GF und AS-FD

- 1. ZEEnit 650 P einschalten und Software ASpect LS starten. Im Fenster **QuickStart** Technik auswählen: **Graphitrohr** (AS-GF) oder **HydrEA** (AS-FD).
- 2. Mit 🛥 das Fenster **Probengeber** öffnen. Auf die Karte **Funktionstest** wechseln.
- Im Bereich Pipettor im Listenfeld Volumen [μL] mit den Pfeiltasten ein aufzunehmendes Volumen einstellen (AS-GF: 500 μL; AS-FD 5000 μL). Geschwindigkeit auf 6-7 erhöhen.
- 4. Schaltfläche **[Aufnehmen]** betätigen. Der Kolben der Dosierspritze bewegt sich nach unten.
- 5. Befestigungsschraube (3 in Abb. 51) abschrauben.
- 6. Dosierspritze (2 in Abb. 51) vom Ventil abschrauben und entnehmen.
- 7. Neue Dosierspritze am Ventil anschrauben.
- 8. Kolben vorsichtig nach unten ziehen, bis die Öse am Kolbenende deckungsgleich mit dem Loch in der Antriebsstange ist.
- 9. Kolben mit der Befestigungsschraube fingerfest an die Antriebsstange schrauben. Achtung: Materialschäden bei zu großer Kraftaufwendung! Schraube nicht zu fest anziehen.
- 10. Im Fenster **Probengeber** auf Schaltfläche **[Initialisieren]** klicken. Der Kolben des Dosierers bewegt sich in die Ausgangsstellung zurück.

5.4.4 Reinigen nach Gefäßüberlauf

Wenn im Analysenablauf das Spülgefäß übergelaufen ist, ist der Arbeitsablauf unmittelbar zu unterbrechen und das Gerät zu reinigen.

- 1. Ablauf sofort stoppen.
- 2. Flüssigkeit mit Zellstoff oder Wischtuch aufsaugen. Oberfläche trocken wischen.
- Selbstständigen Abfluss herstellen, d.h. Knickstelle im Ablaufschlauch beseitigen bzw. Eintauchen des Ablaufschlauchs in die Flüssigkeit in der Abfallflasche verhindern.

5.5 Autosampler AS-F, AS-FD

Bei Bedarf täglich Verunreinigungen des Probentellers und des Gehäuses mit trockenem Lappen entfernen. Außerdem bedarfsweise:

- Mischgefäß spülen
- Kanüle(n) am Probengeberarm wechseln
- Ansaugschlauch und Dosierschlauch wechseln
- Dosierspritze wechseln wie bei AS-GF (\rightarrow Abschnitt "Dosierspritze wechseln" S. 82)
- Reinigung, nachdem Spülgefäß oder Mischgefäß übergelaufen sind

5.5.1 Mischgefäß des AS-FD spülen

Das Mischgefäß ist vor und nach der Arbeit zu spülen, um Verklebungen oder Verkrustungen zu vermeiden. Vor Ansetzen des ersten Standards / der ersten Probe wird das Mischgefäß automatisch gespült. Im laufenden Betrieb können weitere Spülungen sinnvoll sein.

Mischgefäß vor und nach der Messung spülen
 In ASpect LS mit das Fenster Probengeber öffnen.
 Auf der Karte Parameter in der Gruppe Spülen Mischgefäß ein Volumen von 25 mL eingeben.
 Mit der Schaltfläche [Start] den Spülvorgang starten.

4. Den Spülvorgang gegebenenfalls mehrmals wiederholen.

Aus der Vorratsflasche werden 25 mL Spülflüssigkeit entnommen, in das Mischgefäß abgegeben und anschließend automatisch abgepumpt.

System vor längerer Au-
ßerbetriebnahme spülenWurden dem Verdünnungsmittel (bidestilliertes oder angesäuertes bidestilliertes Was-
ser) Salze zugegeben, müssen Dosierer und Ventil vor längerer Außerbetriebnahme mit
Methanol oder Ethanol gespült werden. Andernfalls kann es auch hier zu Verkrustungen
und damit Verstopfungen kommen.

- 1. Methanol oder Ethanol in die Vorratsflasche für Verdünnungsmittel füllen.
- 2. Spülvorgang wie im Abschnitt "System vor und nach der Messung spülen" beschrieben ausführen. Spülvorgang mehrmals wiederholen.

5.5.2 Kanülen mit Führung am Probengeberarm des AS-FD wechseln

Die Kanülen mit Führung sind zu wechseln, wenn deutliche Kontaminationen oder eine mechanische Zerstörung auftreten (erkennbar an hohen Standardabweichungen bei den Messwerten).

- 1. Schläuche von den Kanülen abziehen.
- 2. Feststellschraube am Probengeberarm lockern.
- 3. Kanülenführung mit Kanülen nach oben herausziehen.

4. Führung mit den neuen Kanülen in den Probengeberarm einführen und mit der Feststellschraube befestigen.

Bruchgefahr!

Höhe der Kanülen so einstellen, dass sie 1-2 mm oberhalb des Blocks mit Spül- und Mischgefäß enden.

5. Probenansaugschlauch auf die dünnere Kanüle stecken. Dosierschlauch für Verdünnungsmittel auf die dickere Kanüle stecken.

5.5.3 Kanüle am Probengeberarm des AS-F wechseln

Die Kanüle zur Aufnahme der Probe (dünne Kanüle) ist zu wechseln, wenn deutliche Kontaminationen oder eine mechanische Zerstörung der Kanülen auftreten (erkennbar an hohen Standardabweichungen bei den Messwerten).

- 1. Probenansaugschlauch von der Kanüle abziehen.
- 2. Feststellschraube am Probengeberarm lockern und Kanüle herausziehen.
- 3. Neue Kanüle einführen und mit Klemmmutter befestigen.

Bruchgefahr!

Höhe der Kanülen so einstellen, dass sie 1-2 mm oberhalb des Blocks mit Spül- und Mischgefäß enden.

4. Ansaugschlauch auf die neue Kanüle stecken.

5.5.4 Ansaugschlauch wechseln

Ist der Ansaugschlauch kontaminiert, muss er gewechselt werden.

- 1. Ansaugschlauch von der dünneren Kanüle am Probengeberarm und dann von der Zerstäuberkanüle abziehen.
- 2. Neuen Schlauch auf die passende Länge schneiden und auf beide Kanülen stecken.

5.5.5 Schlauchset für Verdünnungsmittel und Spülflüssigkeit am AS-FD wechseln

- 1. Dosierschlauch für Verdünnungsmittel von der dickeren Kanüle am Probengeberarm abziehen und durch die Schlauchführung fädeln.
- 2. Schlauch für Spülflüssigkeit an der Rückseite des Probengebers lösen.
- 3. Die ummantelten Schläuche aus der Befestigungslasche auf der Rückseite des Probengebers ziehen.
- 4. Schlauch für Spülflüssigkeit aus der Vorratsflasche ziehen.
- 5. Dosierschlauch vom Umschaltventil abschrauben.
- 6. Neues Schlauchset mit Dosierschlauch (Kennzeichnung "1") am Umschaltventil anschrauben und ummantelte Schläuche mit der Befestigungslasche auf der Rückseite des Probengebers befestigen.
- 7. Den Schlauch mit der Kennzeichnung "2" in die Vorratsflasche für Spülflüssigkeit einführen.
- 8. Den Schlauch für Spülflüssigkeit an der Rückseite des Probengebers festschrauben.

9. Das zweite Ende des Dosierschlauchs durch die Schlauchführung auf die dickere Kanüle des Probengeberarms schieben.

5.5.6 Reinigen nach Gefäßüberlauf

Wenn im Analysenablauf das Spülgefäß oder Mischgefäß (bei AS-FD) übergelaufen ist, ist der Arbeitsablauf unmittelbar zu unterbrechen und das Gerät zu reinigen.

- 1. Messablauf sofort stoppen.
- 2. Flüssigkeit mit Zellstoff oder Wischtuch aufsaugen. Oberfläche trocken wischen.
- 3. *Spülgefäß*: Selbstständigen Abfluss herstellen, d.h. Knickstelle im Ablaufschlauch beseitigen bzw. Eintauchen des Ablaufschlauchs in die Flüssigkeit in der Abfallflasche verhindern.

Mischgefäß (nur bei AS-FD):

Mit **G** das Fenster **Probengeber** öffnen. Auf die Karte **Funktionstest** wechseln. Im Bereich **Pumpen** Kontrollkästchen **Mischgefäßpumpe** aktivieren, um Pumpe zu starten.

Pumpe laufen lassen, bis die Flüssigkeit abgepumpt ist.

Kontrollkästchen Mischgefäßpumpe deaktivieren, um Pumpe zu stoppen

5.6 Mobiles Kühlaggregat KM 5

	Hinweis: Beachten Sie die Wartungs- und Pflegehinweise in der separaten Bedienungs- anleitung "Kühlmobil KM 5".
Wartungsarbeiten	 Vierteljährlich Füllstand und Sauberkeit der Kühlflüssigkeit prüfen.
	 Bei auftretenden Luftblasen im K
Leeren	1. Ein 5 Liter fassendes Auffanggefäß bereithalten.
	2. Bei ausgeschaltetem ZEEnit 650 P den Rücklaufschlauch des KM 5 (Anschluss ist am KM 5 gekennzeichnet mit <) in das Auffanggefäß halten.
	3. KM 5 einschalten.
	 Der Umlaufkühler wird leergepumpt.
Füllen und entlüften	1. Deckel am KM 5 öffnen und Verschluss der Einfüllöffnung abnehmen.
	2. Mit Einfülltrichter 5 L enthärtetes Wasser (bis ca. 5 cm unterhalb des Deckels) ein- füllen.
	3. Den Rücklaufschlauch in den Kühlmittelbehälter des KM 5 stecken.
	 KM 5 einschalten. Pumpe der Umlaufkühlung so lange laufen lassen, bis das rück- fließende Wasser frei von Luft ist. Gegebenenfalls das KM 5 mehrmals aus- und ein- schalten.
	 KM 5 ausschalten. Rücklaufschlauch wieder an KM 5 stecken. Einfüllöffnung und Deckel des KM 5 schließen.

5.7 Versorgungsanschlüsse

Wartungsarbeiten

Gasanlage auf Dichtheit prüfen:

- Wöchentlich als Sicherheitsüberprüfung.
- Wenn in der Gasversorgungsanlage nach Schließen des Sperrhahns das nachgeschaltete Manometer deutlichen Druckabfall zeigt.
- Wenn bei erneuter Inbetriebnahme ein Gasanschluss geöffnet wurde.
- 1. Anschlüsse mit stark schäumender Flüssigkeit einpinseln (z. B. Seifenlösung). Bilden sich bei Inbetriebnahme Schaumbläschen an den Gasanschlüssen, ZEEnit 650 P ausschalten und Gaszufuhr abstellen.
- 2. Gasanschlüsse fest anschrauben, dabei auf korrekten Sitz achten und erneut auf Dichtheit prüfen.

6 Transport des ZEEnit 650 P

Hilfsmittel

- 4 Tragegriffe
- Maulschlüssel 19 mm (im Lieferumfang)



VORSICHT

Verletzungsgefahr! Das ZEEnit 650 P wiegt 170 kg. Gerätetransport nur mit 4 Personen und fest eingeschraubten Tragegriffen.



VORSICHT

Verbrennungsgefahr an heißen Oberflächen! Beachten Sie bei der Vorbereitung des AAS für den Transport Abkühlphasen.



BEACHTE

Nicht geeignetes Verpackungsmaterial und fehlende Transportsicherungen können zu Schäden am Gerät führen!

Transportieren Sie das ZEEnit 650 P nur in der Originalverpackung. Sichern Sie darüber hinaus den Monochromator mit der Transportsicherung.

- 1. Alle Komponenten deinstallieren, siehe Kapitel "Installation und Inbetriebnahme" S.35. Sicherstellen, dass der Ablaufschlauch aus dem Probenraum entfernt wurde.
- 2. Die Gasversorgung vor den Geräteanschlüssen schließen.
- 3. Die Gasanschlüsse an der Rückseite des ZEEnit 650 P lösen:
 - Argonschlauch von Olive lösen.
- 4. Schnellverschlüsse der Kühlmittelschläuche lösen.
- 5. Elektrische Anschlüsse lösen.



BEACHTE

Mobiles Kühlaggregat nicht kippen. Kann es nicht aufrecht transportiert werden oder ist ein Ferntransport erforderlich, das mobile Kühlaggregat KM5 leeren.

- 6. Mobiles Kühlaggregat leeren (\rightarrow Abschnitt "Mobiles Kühlaggregat KM 5" S.86)
- 7. Vier Stopfen aus den Bohrungen für Tragegriffe auf beiden Geräteseiten entfernen und aufbewahren.
- 8. Vier Tragegriffe fest bis Anschlag in die Bohrungen einschrauben.

7 Entsorgung

In der Atomabsorptionsspektrometrie fallen in der Regel nur flüssige Abfallstoffe an. Diese enthalten neben Metall- bzw. Schwermetallionen vorwiegend verschiedene Mineralsäuren, die bei der Probenvorbereitung verwendet werden. Zur gefahrlosen Beseitigung dieser Abfälle müssen die anfallenden Lösungen beispielsweise mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung neutralisiert werden.

Die neutralisierten Abfälle müssen gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung zugeführt werden.

Das ZEEnit 650 P mit seinen elektronischen Komponenten ist nach Ablauf der Lebensdauer nach den geltenden Bestimmungen als Elektronikschrott zu entsorgen.

HKL entsorgen Sie entsprechend den örtlichen Vorschriften oder wenden Sie sich an den Kundendienst der Analytik Jena.

8 Spezifikationen

8.1 Technische Daten

8.1.1 Daten zum ZEEnit 650 P

Techniken	Graphitrohrtechnik gelöster und fester Proben im Einstrahlbetrieb mit Zeeman- oder Deuterium-Untergrundkorrektur			
	Hydrid- und Hg-Kaltdampftechnik im Einstrahlbetrieb mit Deuterium-Untergrundkor- rektur			
	HydrEA-Technik im Einstr	rahlbetrieb mit Deuterium-Untergrundkorrektur		
Untergrundkorrektur	Zeeman-Untergrundkorrektur Transversal angeordnetes und mikroprozessormoduliertes, bipolares Magnetfeld mit 3 Korrekturmodi:			
	 2-Feld-Technik: Der maximale Feldwert ist in Stufen zwischen 0,5 und 1 Tesla wählbar. 			
	 3-Feld-Technik: Feldwerte sind in Stufe 	en zwischen 0,1 und 0,95 Tesla wählbar.		
	 Dynamik-Mode 			
	 Deuterium-Untergrund 	dkorrektur mit stromgeregelter D ₂ -HKL		
Photometer	Einstrahlanordnung mit Zweistrahl-Basislinienstabilität			
	 Hohe Lichtausbeute 			
	 Quarzvergütete Spiegeloptik 			
	 Weitbereichs-Photomultiplier R928, 9-stufig 			
	 Quarzpolarisator mit A dem Strahlengang her 	Antireflexbeschichtung und UV-optimierter Transmission, aus rausfahrbar		
Monochromator	Aufstellung	Optimierte Czerny-Turner-Anordnung mit ebenem Hologitter, automatische Einstellung von Wellenlänge und Spaltbreite		
	Wellenlängenbereich	185 bis 900 nm		
	Spaltbreite	0,2 nm; 0,5 nm; 0,8 nm; 1,2 nm		
Lampenwechsler für HKL	PC-gesteuerter 8fach-Lan Lese-Einheit (RFID) für de	npenwechsler für vollautomatischen Betrieb mit einer Schreib- en Einsatz codierter Lampen.		
Hohlkatodenlampen HKL,	Lampentyp: Glimmentladu	ngslampen für 68 Elemente mit Linienstrahlung im UV/VIS-Bereich		
codiert	Lampenstrom	2 bis 20 mA		

	Betriebsart	elektrische Taktung - im Zeemann-Betrieb 2-und 3-Feld-Mode - im D ₂ -Graphitbetrieb und Hydrid-Betrieb - im Flammen-Betrieb	200 Hz 100 Hz 50 Hz
	Stromversorgung	2 Netzteile, stromstabilisiert - für aktive Lampe - zum Vorheizen	
Super-Hohlkatodenlam-	Lampentyp: Glimmentladu	ngslampen mit Zusatzentladung. Linienstrahler ir	m UV/VIS-Bereich
pen, codiert	Lampenstrom	2 bis 20 mA	
	Booststrom	0 bis 50 mA	
	Betriebsart	elektrische Taktung	
		- im Zeemann-Betrieb 2-und 3-Feld-Mode - im D ₂ -Graphitbetrieb und Hydrid-Betrieb - im Elammen-Betrieb	200 Hz 100 Hz 50 Hz
Deuterium-Hohlkatoden-	Lampentyp: Glimmentladu	ngslampe mit Kontinuumstrahlung im UV-Bereic	h
lampe	Lampenstrom	5 bis 35 mA	
	Betriebsart	elektrische Taktung - im Graphitbetrieb und Hydrid-Betrieb - im Flammen-Betrieb	100 Hz 50 Hz
Analytische Betriebsarten in Absorption	Gesamtabsorptionspezifische und unspe	zifische Absorption	
Anzeigebetriebsarten	Extinktion	-0.01 bis 3.00	
	Konzentration	Wertebereich 5-stellig (0.001 bis 99999). F	inheit frei wählbar
	normierte Energie	0 % bis 100 %	
Messwertverarbeitung	Messfrequenz (Einzelwertfolge)	 - im Zeeman-Betrieb 2-Feld-Mode - im Zeeman-Betrieb 3-Feld-Mode - im D₂-Graphit-Betrieb und Hydrid-Betrieb (korrigierte Einzelwerte) 	150 Hz 200 Hz 100 Hz
	Signalerfassung	Auf Signal-Rausch-Verhältnis optimiertes M Messwerterfassungssystem auf Basis der Co Sampling Technik (CDS-Technik)	ikroprozessor- rrelated Double
	Signalauswertung, Integrationsart	Mittelwert Wiederholter Mittelwert Maximalwert: Maximalwert der Extinktion Integralwert: zeitintegrierte Extinktion	
	Integrationszeit	0,1 bis 600 s	

Nullabgleich (AZ-Messzeit)	0,1 bis 600 s
Verzögerung	0 bis 600 s
Energie-Messzeit	0,3 s
Glättung	laufender Mittelwert: über 0, 2, 4, 8, 12, 16 oder 20 Messpunkte gewichtete Mittelung: über 0, 5, 11, 19 oder 25 Messpunkte (Methode der kleinsten Fehlerquadrate nach Golay-Savitzky)
Arten der Messwertdarstel- lung	Extinktion, Konzentration
Anzahl der Digits	3, 4 oder 5
Einheiten der Konzentra- tion	mg/L, μg/mL, ng/mL, μg/L, ng/L oder anwenderdefiniert
Ergebnisanzeigefenster	Alphanumerische Werte Balkendarstellung integrierter Werte (Bargraph) Zeitlicher Verlauf des Einzel-Peaks Überlagernde Peak-Grafik Überblick über Peak-Verläufe
Spezielle Fenster	Temperatur-Zeit-Programm (Ofenprogramm) Optimierung des Ofenprogramms Hg/Hydrid-Report Konzentrationswerte in der Bezugskurve Peak-Verläufe mit variablen Integrationsgrenzen
QC- Fenster (Quality Check)	QC-Blindwert – Leerwert -Regelkarte QC-Kontrollproben – Mittelwert-Regelkarte – Wiederfindungs-Regelkarte QC-Doppelbestimmung Probe/Matrix – Differenzen-Regelkarte (Trend-Regelkarte) – Spannweite-Regelkarte (Range-Regelkarte) – Präzisions-Regelkarte (SD-Regelkarte) QC-Aufstocken Probe – prozentuale Wiederfindungsrate-Regelkarte
Statistik-Methoden	Sigma-Statistik – Mittelwertbildung mit Standardabweichung (SD), Relativer Standardabweichung (RSD) Median-Statistik – Medianwert mit Spannweite (R) und relativer Spannweite (R %)

	Vertrauensintervall	wahlweise: absolut, relativ oder abschaltbar	
		wählbarer Vertrauensbereich:	
		68,3 % (1 σ)	
		90 % (1,6 o)	
		95,4 % (2 σ)	
		99 % (2,6 o)	
		99,7 % (3 o)	
		99,9 % (3,6 o)	
Calibrierung	Kalibrierverfahren	Standard-Kalibrierung (Rekalibrierung)	
		Eingabelungsverfahren	
		Standard-Addition (fur Feststofftechnik 3-D-Darstellung) Additions-Kalibrierung	
	Anpassen der Bezugskurve	linear, variable Gewichtsfunktionen	
		nichtlinear, variable Gewichtsfunktionen	
	Anzahl Standards	1 bis 30	
	Anzahl Additions-Konzent- rationen	1 bis 30	
	Rekalibrierung	Zwei-Punkt-Rekalibrierung mit Angabe des Rekalibrierfaktors	
tromyorsorgung			
Sconwersorgung	Versorgungspannung	200 / 220 / 240V ±10% werkseitig einstellbar	
	Frequenz	50/60 Hz	
	Netzabsicherung installati-	Schmelzsicherung 35 A träge	
		Keine Sicherungsautomaten!	
	Mittlere typische Leistungs- aufnahme	2100 VA	
	Maximale Stromaufnahme	52 A über 8 s bzw. 85 A über 1 s	
	Ausgangssteckdose	wie Eingangssteckdose (200/220/240V ±10%, 50/60Hz)	
		zum Anschluss des Zubehörs: PC; Kompressor, Hydridsystem	
	Überspannungskategorie	ll nach DIN EN 61010-1	
	Verschmutzungsgrad	2 nach DIN EN 61010-1	
	Schutzklasse	1	
	Schutzart	IP 20	

Gerätesicherungen

Netzeingangssicherung: Die Netzeingangssicherungen dürfen nur durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von der Analytik Jena autorisierte Personen gewechselt werden.

gL-G-Sicherungseinsätze (10×38 mm²) nach 60947-3.

Nummer der Sicherung	Тур	Gesicherter Stromkreis
F1 / F2	32 A/T	Netzeingang

	Nummer der Sicherung	Тур	Gesicherter Stromkreis
	F3 / F4	T 6,3 A/H	Steckdose für externes Zubehör
	F5 / F6	T 2,5 A/H	Primärseite Trafo, NTL
	F7 / F8	T 6,3 A/H	Magnetstromversorgung
	F9	T 0,08 A	D2-HKL
	F10	T 0,25 A	HKLs
	F11	T 0,08 A	Booststrom
	F12	T 1 A	Heizung für Booststrom
	F13	T 0,032 A	Analog
	F 14	T 3,15	Glühwendel
	Interne Sicherungen		
	Nummer der Sicherung	Тур	Gesicherter Stromkreis
	F1 intern	TR5-T 100 mA	Messleitung Zeemannofen
	F1 intern MagSV	FF 4 A/H	Magnetstromversorgung
Umgebungsbedingungen	nach DIN ISO 90022-2:2003 / 01		
	Korrosionsschutz	Gegen die zum Einsatz kommenden Analyseproben ist das Ge- rät korrosionsfest.	
	Arbeitstemperatur	+10 °C bis +40 °C	
	Luftfeuchte im Betrieb Max. 93 % bei +40 °C		°C

G-Sicherungseinsätze (5×20 mm²) nach IEC 60127.

Lagertemperatur (Trocken- - 40 °C bis +70 °C

mittel verwenden)

Maße und Gewichte

Masse	170 kg
Abmessungen (B x H x T):	790 mm × 645 mm × 735 mm
Gerätetransport	Nur mit zugehörigen, fest eingeschraubten Transportgriffen möglich

8.1.2 Mindestanforderungen der Software

Computer	Grafikauflösung 1280x1024 Pixel oder höher	
(Mindestanforderung)	Maus/Trackball	
	2 USB 2.0 Schnittstellen	
Betriebssystem	Windows 8.1, 10 (32-Bit/64-Bit)	

8.1.3 Daten zur Graphitrohrtechnik

Graphitrohrofen

Probengeber AS-GF

Probenart	Gelöst Fest	
Rohrtyp	IC-Rohr (Wandatomisierung) IC-Rohr mit 1-PIN-Plattform IC-Rohr Feststoff Alle Rohrtypen sind pyrobeschichtet.	
Volumen	max. 50 μL	
Temperatureinstellung	Temperatur zwischen Raumtemperatur und 3000 °C, in Schritten von 1 °C einstellbar	
Temperatur-Zeit-Program- mierung (Ofenprogramm)	bis zu 20 Schritte innerhalb festgelegter Grenzen frei program- mierbar, 0 bis 999 s/Schritt, in Abständen von 1 s Temperaturanstieg (Rampe): 1 °C/s bis 3000 °C/s linear und maximale nichtlineare Rampen (Full Power FP / No Power NP) Regelung von Inertgas und Zusatzgas Einfügen von Injektions- und Anreicherungsschritten Festlegen des Startpunktes für Auto-Zero und Integration	
Kühlwasser	min. 2,5 L/min, sedimentfrei 20 °C bis 40 °C	
Inertgas	Argon 4.8 und besserZulässige Bestandteile:Sauerstoff \leq 3 ppmStickstoff \leq 10 ppmKohlenwasserstoffe \leq 0,5 ppmFeuchte \leq 5 ppmVerbrauch:max. 2 L/min(abhängig vom Temperatur-Zeit-Programm)Eingangsdruck:6 bis 7 bar	
Sicherheitskreise für Schutz vor	Überhitzung Trafo der Ofenheizung Überhitzung der Magnetspulen Graphitrohrbruch Überhitzung des Graphitrohrofens Betrieb bei geöffnetem Graphitrohrofen Betrieb mit zu geringem Kühlwasserfluss Betrieb mit zu geringem Eingangsdruck Inertgas Fehlfunktionen des Magnetsteuer- und Versorgungssystems	
Probengeber mit Verdünnur	ngsfunktion, komplette PC-Steuerung	
Probenteller Probengefäße Sondergefäße	108 Positionen 100 Stück, 1,5 mL 8 Stück, 5 mL	
Pipettiervolumen	1 bis 50 μL	
Spülvolumen	0,5 mL, Anzahl Spülzyklen wählbar	

	Programm-Methoden	Standard
	-	Modifikator
		Verdünnung
		Addition
		Automatische Anreicherung
	Masse	7,2 kg
Mobiles Kühlaggregat KM 5	Luftkühler mit Thermostat; FCKW-frei	
	Tankinhalt	5 L
	Fördermenge	3 L/min
Zubehör für direkte Fest- stoffanalyse	SSA 600	Feststoff-Probengeber für automatische Betriebsart
	SSA 6	Feststoff-Probengeber für manuelle Betriebsart
8.1.4 Daten zu Pro	obengebern für Hydric	I- und HydrEA-Technik
Autosampler AS-F	Probengeber ohne Verdünnungsfunktion, komplett PC-gesteuert	
	Probenteller 139/15	
	Probengefäße	129 Stück, 15 mL
	Sondergefäße	10 Stück, 50 mL
	Probenteller 54/ 50	
	Probengefäße	54 Stück, 50 mL
	Stromversorgung	über AAS-Grundgerät
	Spülflasche	2 L
	Masse	6,5 kg

Autosampler AS-FD

Probengeber mit Verdünnungsfunktion, komplett PC-gesteuert

Probenteller 139/15		
Probengefäße	129 Stück, 15 mL	
Sondergefäße	10 Stück, 50 mL	
Probenteller 54/ 50		
Probengefäße	54 Stück, 50 mL	
Dosierer im Fluidik-Modul	5 mL	
Stromversorgung	über AAS-Grundgerät	
Spülflasche	2 L	
Flasche für Verdünngslösung	2 L	
Masse (Gesamt)	10,0 kg	
Probengeber	6,5 kg	
Fluidik-Modul	3,5 kg	

Hg-/ Hydridsysteme HS 60 modular, HS 55 modular, HS50

Hydrid- und HydrEA-Technik

siehe Bedienungsanleitung Hg-Hydridsysteme

8.2 Richtlinien und Normen

Es wird die Übereinstimmung mit folgenden für das Produkt geltenden Bestimmungen und Richtlinien erklärt:

- EMV-Richtlinie -2014/30/EU
- RoHS-Richtlinie 2011/65/EU
- Niederspannungsrichtlinie 2014/35/EU

Angewandte harmonisierte Normen sind:

- EN 61326-1: 2013
- EN 61010-1: 2010
- EN 61010-2-61:2015
- EN 50581:2012

Richtlinien für die Volksrepublik China

Das Gerät enthält reglementierte Substanzen (nach Richtlinie "Management Methods for the Restriction of the Use of Hazardous Substances in Electrical and Electronic Products"). Analytik Jena garantiert, dass diese Stoffe bei bestimmungsgemäßer Verwendung in den nächsten 25 Jahren nicht austreten und damit innerhalb dieser Periode keine Gefahr für Umwelt und Gesundheit darstellen.