

Manuel d'utilisation

HS 55 (Mode Batch)

Système Hg/Hydrures

Système HydrEA



Fabricant Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Strasse 1
07745 Jena / Allemagne
Téléphone : +49 3641 77 70
Fax : +49 3641 77 9279
E-mail : info@analytik-jena.com

Service technique Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Strasse 1
07745 Jena / Allemagne
Téléphone : +49 3641 77 7407
Fax : +49 3641 77 9279
E-mail : service@analytik-jena.com



Suivre ces instructions pour une utilisation correcte et en toute sécurité.
Conserver ce manuel pour toute consultation ultérieure.

Informations générales <http://www.analytik-jena.com>

Numéro de document /

Édition D (11/2022)

Documentation technique Analytik Jena GmbH+Co. KG

© Copyright 2022, Analytik Jena GmbH+Co. KG

Sommaire

1 Informations de base.....	5
1.1 Concernant ce manuel d'utilisation	5
1.2 Utilisation conforme à l'usage prévu	5
2 Sécurité.....	7
2.1 Marquage de sécurité sur l'appareil.....	7
2.2 Exigences posées au personnel d'exploitation.....	8
2.3 Consignes de sécurité pour le transport et le montage.....	8
2.4 Consignes de sécurité pour l'exploitation	8
2.4.1 Consignes de sécurité relatives à la protection contre l'explosion et contre l'incendie	9
2.4.2 Consignes de sécurité relatives au système électronique.....	9
2.4.3 Consignes de sécurité relatives à l'exploitation des bouteilles et systèmes de gaz comprimé.....	10
2.4.4 Manipulation des matières auxiliaires et consommables	10
2.5 Consignes de sécurité relatives à la maintenance et la réparation.....	11
2.6 Marche à suivre en cas d'urgence	11
3 Structure et fonction.....	13
3.1 Fonction et principe de mesure	13
3.2 Structure.....	14
3.2.1 Pompe de tuyau.....	17
3.2.2 Module Batch.....	17
3.2.3 Groupe de 4 valves pour le contrôle du gaz	18
3.2.4 Hg Plus Upgrade Modul (option).....	19
3.2.5 Plaque signalétique	20
3.3 Déroulement de la mesure.....	20
4 Installation et mise en service.....	22
4.1 Installer la technique d'analyse des hydrures et d'analyse Hg.....	22
4.1.1 Installer l'unité de cuvette	22
4.1.2 Installer le système Hg/hydrure sur l'AAS	25
4.1.3 Commuter entre les modes de fonctionnement	29
4.2 Remplacer le Hg Plus Upgrade Modul.....	30
4.3 Installer la technique HydrEA.....	32
4.3.1 Préparer le système d'analyse pour la technique HydrEA	32
4.3.2 Revêtement du tube en graphite	33
4.3.3 Installer le système Hg/hydrure sur l'AAS	34
4.3.4 Ajuster le distributeur d'échantillons Graphite avec la canule en titane	36
5 Utilisation	37
5.1 Préparation des matières d'exploitation et des solutions étalons	37
5.2 Mise en marche et arrêt de l'appareil.....	39
6 Maintenance et entretien.....	40
6.1 Aperçu de la maintenance.....	40
6.2 Remplacement des fusibles.....	40
6.3 Nettoyer la cuvette et les fenêtres de la cuvette.....	41
6.4 Contrôler et remplacer le tuyau de la pompe.....	42

6.5	Contrôler et changer le joint de la bride dans le module Batch.....	43
6.6	Remplacer le sécheur de tuyaux.....	43
6.7	Remplacer le collecteur en or.....	44
6.8	Maintenance de la technique HydrEA.....	45
6.8.1	Nettoyer le tube graphite avec revêtement.....	45
6.8.2	Évaporer la couche d'iridium ou d'or.....	45
7	Élimination des pannes.....	47
8	Transport et stockage.....	48
8.1	Transport.....	48
8.1.1	Préparer l'appareil pour le transport.....	48
8.1.2	Déplacement de l'appareil dans le laboratoire.....	49
8.1.3	Renvoyer l'appareil en cas d'entretien.....	49
8.2	Stockage.....	50
9	Élimination.....	51
10	Spécifications.....	52
10.1	Caractéristiques techniques.....	52
10.2	Normes et directives.....	53
11	Aperçu des révisions.....	55

1 Informations de base

1.1 Concernant ce manuel d'utilisation

Contenu

Ce manuel d'utilisation décrit le système Hg/hydrure HS 55.

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

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

Conventions

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

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

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

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

Symboles et mots-clés utilisés

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



AVERTISSEMENT

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



ATTENTION

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



REMARQUE

Donne des indications sur des dommages matériels et environnementaux possibles.

1.2 Utilisation conforme à l'usage prévu

Le système Hg/hydrure doit uniquement être utilisé en association avec un spectromètre d'absorption atomique Analytik Jena.

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

2 Sécurité

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

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

2.1 Marquage de sécurité sur l'appareil

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

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

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

Symbole d'avertissement	Signification	Remarque
	Avertissement indiquant un lieu dangereux	Sur le raccord du chauffage de la cuvette : avertissement, tension électrique dangereuse. Toujours éteindre l'appareil avant de brancher et débrancher le câble de raccordement.
	Avertissement contre une surface chaude	Sur le capot rouge de l'appareil : Risque de brûlure sur le Hg Plus Upgrade Modul (option). Avant d'ouvrir le capot, laisser refroidir le module.
Panneau d'avertissement « Caution Hot » (prudence, chaud)	Avertissement contre une surface chaude	Sur le chauffage de la cuvette : Risque de brûlure sur le chauffage de la cuvette. Durant le fonctionnement, maintenir une distance de sécurité.
Symboles d'obligation / symboles d'avertissements	Signification	Remarque
	Débranchez la fiche secteur avant de monter, démonter ou d'ouvrir l'appareil.	Sur l'interrupteur d'alimentation/l'entrée d'alimentation : Éteindre l'appareil et débrancher l'interrupteur d'alimentation avant de monter, démonter ou ouvrir l'appareil.
	Uniquement pour la République populaire de Chine	L'appareil contient des substances réglementées. En cas d'utilisation de l'appareil conformément à l'usage prévu, la société Analytik Jena GmbH+Co. KG garantit que ces substances ne s'échapperont pas au cours des 25 prochaines années.

2.2 Exigences posées au personnel d'exploitation

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

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

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

2.3 Consignes de sécurité pour le transport et le montage

Une installation incorrecte peut entraîner des dangers considérables. Il peut en résulter un choc électrique.

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

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

- L'appareil n'est pas doté de poignées. Pour le transport, saisir fermement l'appareil avec les deux mains par le dessous et le soulever.
- Veillez à ce que l'appareil soit complètement vidé. Rincez soigneusement les tuyaux de la pompe et de dosage afin d'éviter toute projection de solution d'agent réducteur. Cette solution est corrosive, dangereuse pour la santé et peut attaquer les vêtements.
- Retirez le flacon de réserve d'agent réducteur. Videz la bouteille avant le transport.
- Il y a un risque de blessure si des pièces ne sont pas fixées correctement. Lors du transport, sécuriser les composants de l'appareil conformément aux consignes du manuel d'utilisation.
- Risque pour la santé en cas de mauvaise décontamination ! Avant de retourner l'appareil à Analytik Jena, effectuez une décontamination dans les règles de l'art et documentez-la. Le protocole de décontamination est disponible auprès du service après-vente avec la déclaration du retour. Si le protocole de décontamination n'est pas rempli, l'appareil ne sera pas reçu. L'expéditeur peut être tenu responsable des dommages causés par une décontamination insuffisante de l'appareil.

2.4 Consignes de sécurité pour l'exploitation

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

Respectez les consignes suivantes :

- L'appareil ne doit être utilisé que si tous les dispositifs de sécurité (par ex. caches en amont des composants électroniques) sont présents, correctement installés et parfaitement opérationnels.

- Contrôler régulièrement le bon état des dispositifs de protection et de sécurité. Remédier immédiatement à tout défaut.
- Les dispositifs de protection et de sécurité ne doivent jamais être retirés, modifiés ni mis hors service pendant l'exploitation.
- Pendant l'exploitation, assurez toujours une bonne accessibilité de l'interrupteur secteur sur le côté droit du boîtier.
- Les modifications, transformations et extensions réalisées sur l'appareil ne peuvent être effectuées qu'après avoir consulté Analytik Jena. Toute modification non autorisée peut limiter la sécurité d'utilisation de l'appareil et entraîner des limitations de garantie et d'accès au service après-vente.
- Les dispositifs de ventilation de l'appareil doivent être en état de marche. Les grilles et les fentes de ventilation recouvertes ou autres peuvent perturber le bon fonctionnement de l'appareil ou l'endommager.
- Lorsqu'elle fonctionne, l'unité de cuvette est très chaude. Ne pas toucher les pièces chaudes pendant ou immédiatement après l'utilisation de l'appareil. Il convient de tenir compte des temps de refroidissement à la température ambiante (min. 1 h).
- Maintenir les substances inflammables à l'écart de l'unité de cuvette.
- Le collecteur en or (Hg Plus Upgrade Modul, option) est également très chaud lorsqu'il fonctionne. Ouvrez seulement le capot de l'appareil une fois que le module a refroidi.
- Attention lors de la manipulation des objets en verre. Risque de bris de verre et de blessure !
- Pendant le fonctionnement, il y a un risque d'écrasement de la pompe tubulaire. Les cheveux longs et les vêtements amples peuvent se coincer dans la pompe et être aspirés. Porter une protection adaptée pour les cheveux et des vêtements ajustés.

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

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

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

2.4.2 Consignes de sécurité relatives au système électronique

L'appareil comporte des tensions électriques potentiellement mortelles ! Le contact avec des composants sous tension peut entraîner la mort, des blessures graves ou des chocs électriques douloureux.

- La fiche de secteur ne doit être raccordée qu'à une prise conforme à la classe de protection I (conducteur de protection) de l'appareil. L'appareil ne doit être raccordé qu'au niveau de sources d'alimentation présentant la même tension que celle qui est indiquée sur la plaque signalétique. Assurez-vous que le câble secteur amovible de l'appareil soit remplacé par un câble secteur de taille inadéquate (sans conducteur de protection). Il est interdit de rallonger le câble d'alimentation.
- Toujours éteindre le module de base et les composants système avant de les raccorder au secteur.
- Toujours éteindre le module de base et les composants système avant de brancher ou débrancher les câbles de raccordement électrique entre le module de base et les composants système.
- Toujours éteindre l'appareil avec l'interrupteur secteur et débrancher la fiche de secteur de la prise avant d'ouvrir l'appareil !

- Tous les travaux sur le système électronique doivent être effectués uniquement par le service après-vente d'Analytik Jena et par un personnel spécialisé, autorisé spécialement à cette fin.

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

- Les gaz de service proviennent des bouteilles de gaz comprimé ou des systèmes de gaz comprimé. Les gaz de service doivent avoir la pureté requise.
- Les bouteilles et systèmes de gaz comprimé doivent uniquement être manipulés par des personnes disposant des connaissances et d'une expérience spécifiques sur les systèmes de gaz comprimé.
- Les tuyaux de gaz comprimé et les détendeurs doivent être utilisés uniquement pour les gaz auxquels ils sont affectés.
- Les conduites de distribution, les tuyaux, les raccords à vis et les détendeurs pour oxygène ne doivent contenir aucune trace de graisse.
- Vérifier régulièrement l'absence de fuites et de dommages visibles sur toutes les conduites, tous les tuyaux et raccords à vis. Réparer immédiatement les fuites et les dommages.
- Avant de réaliser les travaux d'inspection, de maintenance et de réparation sur les bouteilles de gaz comprimé, fermer l'alimentation en gaz de l'appareil.
- Une fois la réparation et la maintenance effectuées sur les composants des bouteilles ou systèmes de gaz comprimé, contrôler le bon fonctionnement de l'appareil avant de le remettre en service.
- Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation soi-même !

2.4.4 Manipulation des matières auxiliaires et consommables

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

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

- L'appareil ne doit être utilisé qu'avec un dispositif d'aspiration en fonctionnement. Toujours veiller à une bonne aération des locaux de travail.
- Les travaux de nettoyage nécessitant l'usage d'acide fluorhydrique doivent être exécutés dans une hotte de laboratoire. Il convient de porter un tablier en caoutchouc, des gants et un masque facial pour manipuler l'acide fluorhydrique.
- Dans le cas de mesures effectuées sur un produit à base de cyanure, il faut s'assurer qu'une formation d'acide cyanhydrique (acide prussique) dans le flacon de décharge est impossible.

Lors de la manipulation de réactifs, toujours porter des lunettes et des gants de protection.

- Le borohydrure de sodium (NaBH_4) et l'hydroxyde de sodium (NaOH) sont fortement corrosifs, hygroscopiques et extrêmement agressifs en solution.

La réaction du borohydrure de sodium et de la solution d'échantillon acide conduit à la libération d'hydrogène. Il convient d'empêcher la formation de mélanges chauds et explosifs d'hydrogène et d'air dans la cuvette. La conduite de gaz allant du récipient de réaction à la sortie de la cuvette doit être dépourvue d'oxygène. C'est pourquoi il convient de prendre les mesures suivantes :

- La cuvette ainsi que les fenêtres doivent toujours être fermées hermétiquement afin d'empêcher une intrusion de gaz. Remplacer la cuvette dès l'apparition de petites fissures ou de dommages sur les surfaces frontales.
- Conduire le gaz de la sortie de la cuvette au dispositif d'aspiration.

Respectez les consignes suivantes :

- Il est de la responsabilité de l'exploitant qu'une décontamination raisonnable soit effectuée, dans le cas où l'appareil a été pollué à l'extérieur ou l'intérieur par des substances dangereuses.
- Retirer les éclaboussures, les gouttes ou de grandes quantités de liquides avec un matériel absorbant tel que le coton, des lingettes de laboratoire ou de la cellulose.
- En cas d'impuretés biologiques, essuyer les endroits concernés avec un désinfectant adéquat, comme par ex. solution Incidin-Plus. Puis, essuyer les endroits nettoyés.
- Le boîtier est uniquement destiné à la désinfection par essuyage. Si le désinfectant est équipé d'une tête de pulvérisation, appliquer le désinfectant sur des chiffons appropriés.
Travaillez avec du matériel infectieux de manière particulièrement minutieuse et propre, car l'appareil ne peut pas être décontaminé dans son ensemble.
- Avant d'employer un autre procédé de nettoyage ou de décontamination que celui prescrit par le fabricant, assurez-vous auprès de ce dernier que le procédé prévu n'endommage pas l'appareil. Les plaques de sécurité se trouvant sur l'appareil ne doivent pas être éclaboussées de méthanol.

2.5 Consignes de sécurité relatives à la maintenance et la réparation

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

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

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

2.6 Marche à suivre en cas d'urgence

- S'il n'y a pas de risque de blessures immédiat, en cas de danger ou d'accidents, éteindre si possible immédiatement l'appareil et les composants système raccordés à l'interrupteur secteur et/ou retirer les fiches de secteur des prises.

- Après la désactivation des appareils, fermer le gaz aussi vite que possible.

3 Structure et fonction

3.1 Fonction et principe de mesure

Technique d'analyse des hydrures

La technique des hydrures permet la détermination sans matrice des éléments As; Bi; Sb; Se; Sn; Te. Elle est basée sur la formation d'hydrures métalliques gazeux obtenus par la réduction des échantillons acides par le borohydrure de sodium NaBH_4 . Les hydrures métalliques sont transportés jusqu'à la cuvette en quartz par le gaz porteur et l'hydrogène libéré. Ils s'y décomposent alors progressivement par des processus de collision entre des particules de verre et la paroi du verre à des températures de 850 ... 950 °C. Les atomes métalliques libres absorbent le rayonnement primaire sur la ligne de résonance.

La technique des hydrures permet pratiquement d'exclure des interférences spectrales, puisque seul l'élément à déterminer en tant qu'hydrure métallique gazeux parvient dans l'atomiseur.

Technique à vapeur froide

La technique à vapeur froide permet de procéder à la détermination du mercure. En plus du borohydrure de sodium, NaBH_4 , le chlorure d'étain (II) SnCl_2 , peut également être utilisé en tant que réducteur. Au cours de la réaction avec la solution d'échantillon acide, une vapeur de mercure atomique apparaît, qui est transportée vers la cuvette Hg grâce au gaz porteur, l'argon. Les atomes libres de mercure absorbent le rayonnement primaire sur la ligne de résonance. Le chauffage de la cuvette de la température ambiante à une température de 150 °C peut diminuer les perturbations de fond par l'humidité.

Technique HydrEA

La technique HydrEA combine la technique d'analyse des hydrures ou d'analyse du Hg à vapeur froide à la technique à tube graphite. Elle sert à la détermination sélective et très sensible des éléments générant les hydrures As; Bi; Sb; Se; Sn; Te ou Hg avec l'atomiseur électrothermique.

Le système Hg/hydrure produit les hydrures métalliques gazeux ou la vapeur atomique de Hg. Le distributeur d'échantillons Graphite (AS-GF) transmet les analytes avec le gaz porteur argon dans le four à tube graphite. Les hydrures métalliques s'y enrichissent à une température de préchauffage de 300 °C sur le tube standard couvert d'iridium pour l'atomisation murale. Ils s'y décomposent alors. Les atomes métalliques fixés atomisent à une température de 2100 °C. Le nuage de vapeur atomique absorbe le rayonnement primaire sur la ligne de résonance.

La vapeur de mercure atomique s'enrichit à une température de 65 °C sur le tube standard couvert d'or. Les atomes de mercure atomisent à une température de 950 °C.

Aperçu des systèmes Hg/hydrure

Système Hg/hydrure	Série de fonctions
HS 50	Le système Batch le plus simple avec principe de réaction pneumatique La cuvette en quartz est réchauffée par la flamme d'acétylène-air.
HS 55	Système Batch avec unité de cuvette à chauffage électrique L'utilisateur remplit manuellement la solution d'échantillon dans le récipient de réaction du système Hg/hydrure. La solution d'agent réducteur est dosée automatiquement par une pompe tubulaire à 1 canal.
HS 60	Système Hg/hydrure pour fonctionnement en injection de flux avec unité de cuvette à chauffage électrique

Système Hg/hydrure	Série de fonctions
	<p>La solution d'échantillon et d'agent réducteur, l'acide et les déchets sont transportés dans le système via des pompes tubulaires.</p> <p>Les distributeurs d'échantillons AS-F et AS-FD peuvent alimenter les solutions d'échantillon dans le système Hg/hydrure de façon entièrement automatique.</p>

Tous les systèmes Hg/hydrure permettent la détermination sensible des éléments générant les hydrures et du mercure grâce à la technique d'analyse des hydrures et en vapeur froide.

Vous pouvez étendre la série de fonctions des systèmes Hg/hydrure HS 55 et HS 60 avec les accessoires et modules suivants :

Module	Série de fonctions
Cuvette Hg (tulipe)	Cuvette en forme de tulipe pour une sensibilité supérieure lors de la détermination du mercure
Hg Plus Upgrade Modul	Enrichissement du mercure sur un collecteur en or pour l'analyse des ultra-traces
HydrEA Upgrade Kit	<p>Couplage des systèmes Hg/hydrure avec le tube en graphite AAS pour l'analyse des ultra-traces des éléments générant les hydrures et le mercure.</p> <p>La distribution des échantillons vers l'AAS doit impérativement être effectuée avec un distributeur d'échantillons AS-GF.</p>

Vous pouvez compléter ces accessoires et modules en mains propres.

3.2 Structure

Le système Hg/hydrure est composé d'un module de base, du module de fonction et d'un module pour l'enrichissement du mercure disponible en option. Les trois modules sont imbriqués les uns sur les autres et reliés électriquement par des connecteurs mixtes.

Le Système Hg/hydrure peut être combiné aux appareils AAS suivants :

- ZEE nit 700 P, ZEE nit 700 Q, ZEE nit 650 P
- Série contrAA 800
- Série novAA 800, novAA 350i

Concernant l'utilisation de systèmes Hg/hydrure sur des modèles AAS de Analytik Jena plus anciens, contactez le service après-vente.

Vous trouverez des informations détaillées concernant la structure des appareils AAS et l'exécution d'analyses dans le manuel d'utilisation des appareils AAS.



Fig. 1 Système Hg/hydrure avec appareil AAS

Sur la plaque avant du module de fonction Batch se trouvent tous les modules suivants :

- Pompe tubulaire à 1 canal pour le transport du réducteur
- Module Batch en tant qu'unité de réaction
- Bouton-poussoir pour le démarrage des mesures

Le tuyau de la pompe est également disposé à cet endroit. Il est très facile à atteindre et peut être remplacé par l'utilisateur. Le tracé des lignes colorées sur la plaque avant désigne le câblage et facilite ainsi les travaux de maintenance.

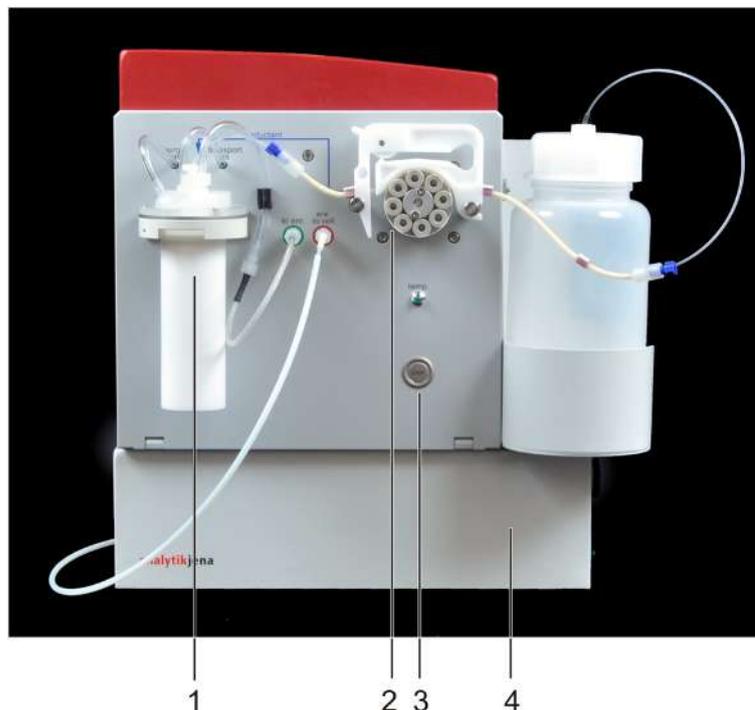


Fig. 2 Vue avant avec modules principaux

- | | | | |
|---|---|---|---------------------------|
| 1 | Module Batch avec récipient de réaction | 2 | Pompe tubulaire à 1 canal |
| 3 | Bouton-poussoir « Start » | 4 | Module de base |

On trouve le groupe de 4 valves pour l'alimentation en gaz à l'intérieur du module de fonction. On trouve également sur le côté droit de l'appareil le flacon de réserve du réducteur dans un support de fixation. C'est à cet endroit que se trouvent également les raccords électriques.

Le module d'enrichissement du mercure disponible en option est inséré par le haut dans le module de fonction et ainsi raccordé électriquement à celui-ci. Le câblage part du cadre du module de fonction pour rejoindre la plaque avant. Lorsque vous commutez entre les modes d'exploitation « Hydride (batch) »/« Hg without enrichment (batch) » et « Hg with enrichment (batch) », modifiez uniquement le câblage au niveau de la plaque avant.

Versez l'échantillon manuellement sur le système Hg/hydride. Pour ce faire, pipettez un volume de 1 ... 20 ml dans le récipient de réaction et serrez celui-ci avec un léger mouvement de rotation sur la tête du module Batch de façon étanche au gaz.

Après le démarrage de l'analyse, la pompe tubulaire à 1 canal dose automatiquement le réducteur dans le récipient de réaction. La réaction rapide et parfois violente libère des hydrides métalliques gazeux ou de la vapeur atomique de Hg. Au cours de la réaction avec NaBH_4 , de l'hydrogène apparaît en tant que sous-produit.

L'argon sert de gaz porteur et de gaz de rinçage. Le flux d'argon transport les produits de réaction directement vers l'appareil AAS ou vers un collecteur en or pour l'enrichissement en mercure. Le mercure enrichi est alors libéré lors de l'étuvage du collecteur en or et transporté vers l'atomiseur par un flux d'argon directement raccordé.

Une fois la séquence de mesure terminée, retirez le récipient de réaction, rincez-le et remplissez-le d'un nouvel échantillon.

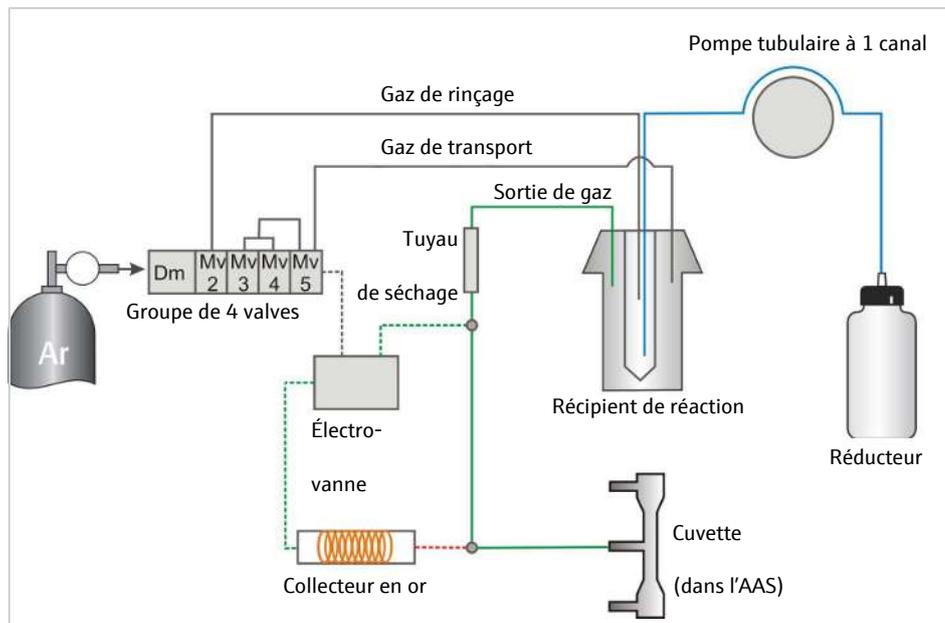


Fig. 3 Schéma fonctionnel

Le système Hg/hydrure utilise en général le borohydrure de sodium NaBH_4 en tant que réducteur. Mais il est également possible d'utiliser le chlorure d'étain (II) SnCl_2 pour la détermination du mercure.



REMARQUE

Effort de travail important lors du changement de réducteur

Un changement de réducteur nécessite d'importants travaux de maintenance.

- Remplacer tous les tuyaux qui sont entrés en contact avec le réducteur.
- Rincer soigneusement le système Hg/hydrure avant la distribution d'échantillon suivante.

3.2.1 Pompe de tuyau

La pompe tubulaire à 1 canal est équipée d'une cassette Snap-in réglable et d'un tuyau tubulaire en isoprène d'un diamètre intérieur de 2,06 mm. Elle ne fonctionne que pendant la durée du pompage et transporte le réducteur à 4 vitesses différentes qui peuvent être sélectionnées.

3.2.2 Module Batch

Le module Batch se compose d'un récipient de réaction à fond de forme conique pour des volumes d'échantillon de 1 ... 20 ml et de la tête.

La tête dispose de :

- Alimentation en gaz de rinçage (avec marquage "purge gas" sur la tête), débit de gaz argon 15 l/h
- Alimentation en gaz de transport (avec marquage "transp. gas"), débit de gaz argon 6 l/h + 25 l/h
- Sortie de gaz vers la cuvette (avec marquage "to cell")
- Joint de bride pour le récipient de réaction
- Pointe de dosage

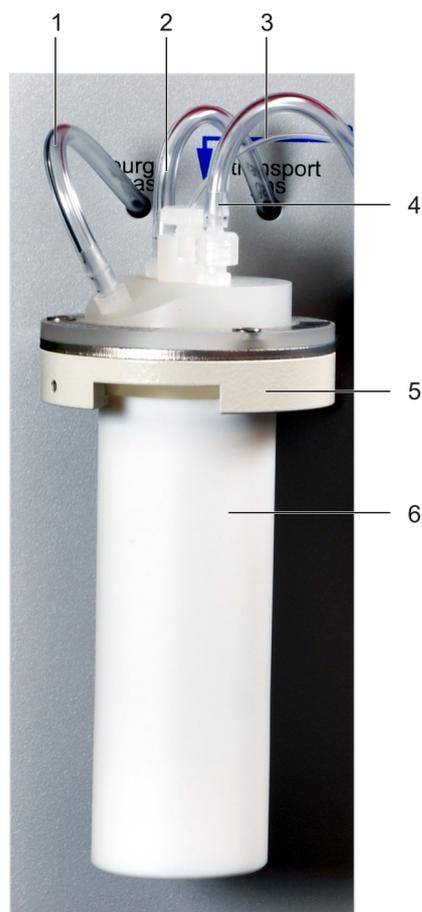


Fig. 4 Module Batch

- | | |
|-------------------------------------|-------------------------------------|
| 1 Alimentation en gaz "purge gas" | 2 Alimentation en gaz "transp. gas" |
| 3 Tuyau de dosage pour le réducteur | 4 Sortie de gaz "to cell" |
| 5 Tête | 6 Récipient de réaction |

Le réducteur et le gaz de rinçage ("purge gas") sont dirigés jusqu'au fond du récipient de réaction à travers la pointe de dosage. La réaction avec l'échantillon se produit ensuite dans la partie inférieure du récipient de réaction. Le gaz de réaction libéré et le gaz de rinçage accélèrent la réaction. Le gaz de balayage entraîne l'hydrure métallique libéré ou la vapeur de Hg hors de la solution d'échantillon. Le gaz de transport ("transp. gas") entre par le haut du récipient de réaction. Il transporte l'hydrure métallique ou la vapeur de mercure hors du récipient de réaction vers l'atomiseur dans l'appareil AAS ou vers le collecteur en or.

3.2.3 Groupe de 4 valves pour le contrôle du gaz

Le groupe de 4 valves fournit des flux de gaz réglés de manière fixe, qui sont commandés par le logiciel :

Soupape MV2	Flux de gaz F2 mit débit 15 l/h <ul style="list-style-type: none"> ▪ Gaz de rinçage constant via la pointe de pipette du module Batch
Soupapes MV3/MV4	Flux de gaz F3 avec débit 6 l/h et flux de gaz F4 avec 25 l/h <ul style="list-style-type: none"> ▪ Flux de gaz de transport : les débits peuvent être sélectionnés séparément ou en tant que débit général (31 l/h).
Soupape MV5	La soupape raccorde les flux de gaz F3 et F4 au module Batch ou au collecteur en or pour évacuer le mercure libéré.

3.2.4 Hg Plus Upgrade Modul (option)

Le module disponible en option se trouve dans un emplacement situé en haut dans le système Hg/hydrure. Pour accéder au module, soulevez le couvercle rouge du système Hg/hydrure.

Le module est constitué des composants suivants :

- Tube en quartz avec le collecteur en or
- Capteur à infrarouges
- Ventilateur
- Électrovanne 3/2 voies (à l'entrée)

L'électrovanne raccorde les flux de gaz suivants au collecteur en or :

- Gaz de réaction pour le chargement du collecteur en or
- Débit de gaz direct pour l'évacuation du mercure enrichi

Le collecteur en or est l'élément principal du module. Le collecteur en or contient un filet or-platine d'environ 20 mm de large. Le filet est fixé dans le tube en quartz.

Le collecteur en or enrichit le mercure à partir du gaz de réaction à sa surface par amalgamation. Le collecteur en or libère le mercure lors de l'étuvage à une température d'environ 630 °C.

Le tube en quartz est entouré par une spirale chauffante de forme ondulée. Celle-ci alimente le collecteur en or en chaleur depuis l'extérieur lors de l'étuvage. Un capteur à infrarouges surveille la température. Une fois l'étuvage terminé, le ventilateur axial refroidit le tube en quartz avec de l'air. Ainsi, le système Hg/hydrure prépare le collecteur en or pour la mesure suivante.

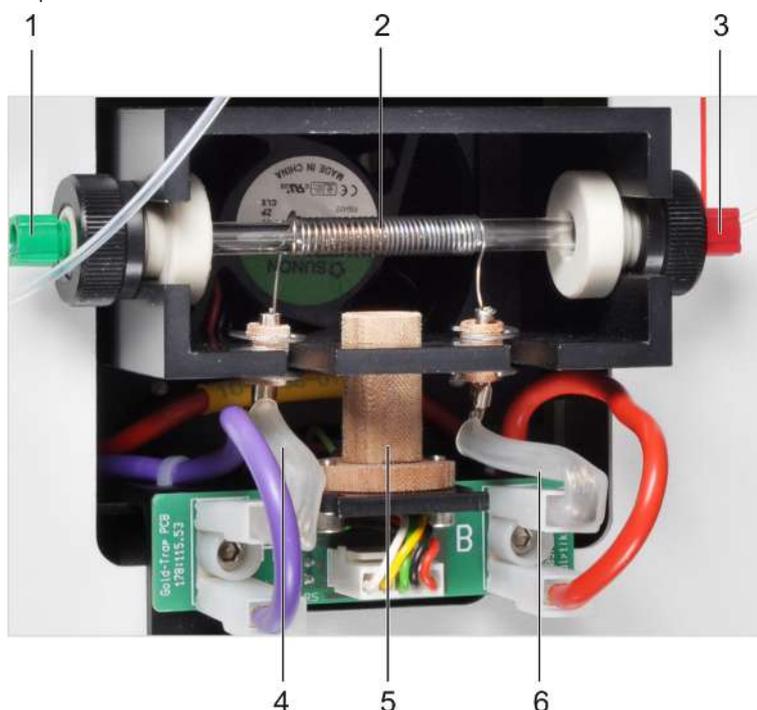


Fig. 5 Collecteur en or

- | | | | |
|---|-----------------------|---|----------------------|
| 1 | Entrée de gaz | 2 | Fil chauffant |
| 3 | Sortie de gaz | 4 | Raccord de chauffage |
| 5 | Capteur à infrarouges | 6 | Raccord de chauffage |

3.2.5 Plaque signalétique

La plaque signalétique se trouve à l'arrière de l'appareil. La plaque signalétique contient les informations suivantes :

- Nom de l'entreprise et adresse complète du fabricant
- Désignation de l'appareil : désignation de type et nom commercial
- Numéro de modèle et de série

3.3 Déroulement de la mesure

Vous pouvez démarrer une mesure via le bouton de démarrage sur le système Hg/hydrure ou par le biais du logiciel de commande et d'analyse de l'AAS.

Démarrez la mesure immédiatement après avoir rempli un nouvel échantillon dans le récipient de réaction et rendu ce dernier étanche au gaz. Le système Hg/hydrure débarrasse ensuite le récipient de réaction de l'air qu'il contient avec de l'argon. Après une période d'attente, le logiciel définit la valeur nulle (AZ = Auto Zéro).

La pompe tubulaire commence à pomper le réducteur dans le récipient de réaction après la compensation de la ligne de base. Le débit de rinçage démarre avec une légère temporisation : Le support de gaz argon rince les hydrures métalliques ou le mercure élémentaire formés vers l'AAS. De la vapeur atomique se forme dans la cuvette en quartz ou dans le four à tube graphite. Les hydrures métalliques se décomposent par des processus de collision.

Lors de la détermination du mercure, la période de pré-rinçage et la période d'attente AZ sont supprimées pour ne pas évacuer prématurément le mercure volatil de l'échantillon. La valeur nulle est déterminée sur une période de seulement 2 s au lieu de 4 s.

Déroulement de la mesure avec enrichissement

Avant la distribution des échantillons vers l'atomiseur de l'appareil AAS, le système Hg/hydrure enrichit le mercure à partir d'un ou plusieurs échantillons sur le collecteur en or. Lors de l'étuvage, le collecteur en or libère à nouveau le mercure. Avec le refroidissement qui s'ensuit, le système Hg/hydrure prépare le collecteur en or pour la mesure suivante.

Temps de fonctionnement

Dans le logiciel de commande et d'analyse, vous pouvez définir les temps de fonctionnement dans une méthode pour le système Hg/hydrure.

Option	Description
Prewash time	Période de rinçage du récipient à l'argon avant la réaction (formateurs d'hydrures) La période de pré-rinçage est utilisée pour l'évacuation de l'air afin d'empêcher une réaction de gaz détonnant dans la réaction qui s'ensuit.
Pump time	Pendant cette période, le réducteur est pompé dans un récipient pour provoquer une réaction.
AZ wait time	Période immédiatement avant la compensation de la ligne de base (AZ = Auto Zéro)
Wash time	Les périodes de rinçage sont nécessaires pour le transport du gaz de réaction dans le flux d'argon. Les voies de transport peuvent être représentées graphiquement.
Heat. time collector	Pendant cette période, le chauffage fonctionne pour libérer le mercure enrichi du collecteur en or.
Cool. time collector	Pendant cette période, le collecteur en or est refroidi pour le préparer à l'enrichissement suivant.

Représentation graphique

Un clic sur **Plot** dans la fenêtre **Method | Hydride** permet d'ouvrir la représentation graphique des voies de gaz. La fenêtre indique les opérations qui se déroulent partiellement en parallèle lors de chaque phase de la mesure.

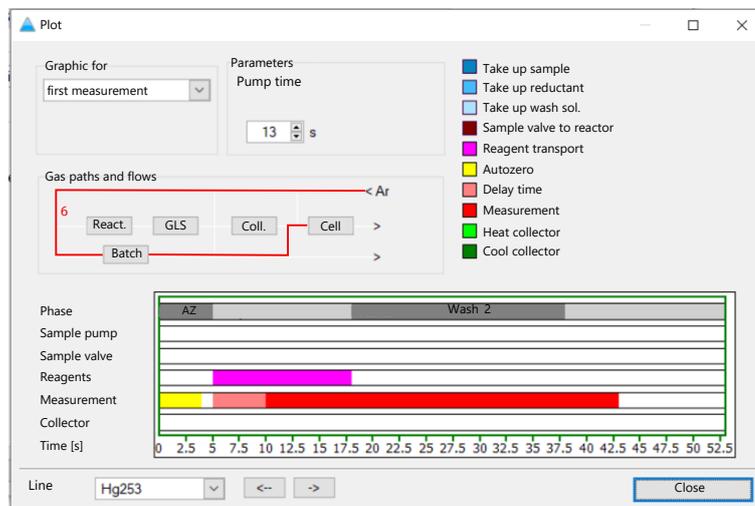


Fig. 6 Représentation graphique : Voie de gaz et déroulement de la mesure

4 Installation et mise en service

En général, le service après-vente de Analytik Jena ou des personnes autorisées par Analytik Jena installent le système Hg/hydrure et l'appareil AAS. Vous pouvez installer vous-même le système Hg/hydrure en tant que livraison supplémentaire.

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

Pour un fonctionnement sans problème, veuillez vous assurer que les conditions de mise en place sont respectées. Pour ce faire, vérifiez les conditions d'installation mentionnées dans le manuel d'utilisation de votre appareil AAS.

4.1 Installer la technique d'analyse des hydrures et d'analyse Hg



REMARQUE

Un son persistant, composé de bips, est émis en cas d'installation erronée.

Un son persistant, composé de bips, est émis en cas d'installation erronée de l'appareil.

- Vérifiez dans ce cas les étapes d'installation effectuées.

Vous trouverez des informations relatives à l'appareil AAS dans le mode d'emploi séparé.

4.1.1 Installer l'unité de cuvette



AVERTISSEMENT

Risque de formation d'un gaz détonnant

La cuvette doit être fermée de façon étanche au gaz pour la technique d'analyse des hydrures, sinon un mélange de gaz détonnant, qui peut exploser à des températures élevées, se forme dans la cuvette.

- Contrôlez les faces d'extrémité taillées de la cuvette.
- Remplacez immédiatement la cuvette si vous constatez de petits dommages.



REMARQUE

Risque de corrosion

Lorsque des restes d'acide se trouvent dans le siphon du système chambre de mélange/brûleur, il existe un risque que l'unité de cuvette soit corrodée sous l'effet des vapeurs acides.

- Rincez le siphon via la tubulure de la chambre de mélange avec 500 ml d'eau avant de mettre l'unité de cuvette sur la tubulure de la chambre de mélange.
- ▶ Retirer le brûleur du col du brûleur.
- ▶ Rincer le siphon de la chambre de mélange avec 500 ml d'eau.

- ▶ Glisser puis bloquer l'unité de cuvette sur le brûleur du col.
- ▶ Replier l'unité de cuvette vers le haut. Insérer la cuvette à mercure adaptée :



Fig. 7 Cuvette en quartz pour la technique d'analyse des hydrures

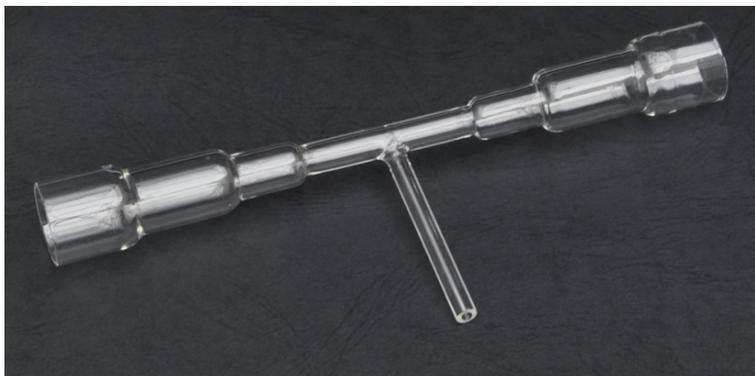


Fig. 8 Cuvette à mercure (en quartz, forme de tulipe)

- ▶ En cas de **technique d'analyse des hydrures** : Insérer la cuvette en quartz.
- ▶ Fermer et verrouiller l'unité de cuvette.
- ▶ Glisser la douille à fenêtre en quartz des deux côtés puis la bloquer à l'aide des tôles à ressort.
- ▶ Enfoncer le tuyau à gaz du système Hg/hydrure sur la tubulure centrale de la cuvette. Le raccord du tuyau à gaz sur le système Hg/hydrure porte le marquage "to cell".
- ▶ Enfoncer le tuyau de dérivation du gaz sur la tubulure extérieure. Si possible, accrocher la pièce en T dans le compartiment à échantillons, à l'arrière sur la tôle du compartiment à échantillons.
- ▶ Glisser le tuyau de dérivation du gaz dans la hotte aspirante.
- ▶ En cas de **technique d'analyse du mercure en vapeur froide** : Insérer la cuvette à mercure.
- ▶ Fermer et verrouiller l'unité de cuvette.
- ▶ Bloquer la cuvette à mercure avec les ressorts à traction, de sorte qu'elle soit fixée en position.
- ▶ Enfoncer le tuyau à gaz du système Hg/hydrure sur la tubulure centrale de la cuvette. Le raccord du tuyau à gaz sur le système Hg/hydrure porte le marquage "to cell".
 - ✓ L'unité de cuvette est installée dans l'appareil AAS.

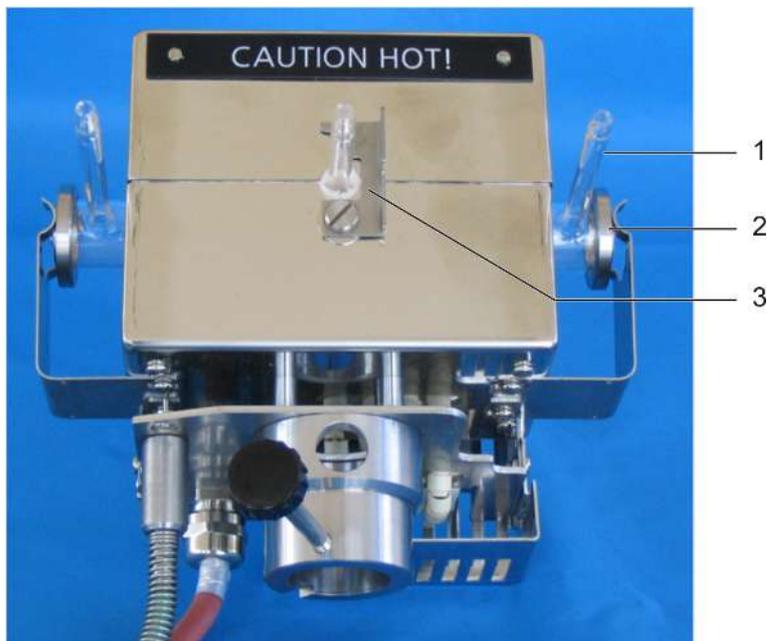


Fig. 9 Unité de cuvette avec cuvette en quartz

- | | |
|--|-------------------------------|
| 1 Cuvette en quartz pour la technique d'analyse des hydrures | 2 Douille à fenêtre en quartz |
| 3 Verrouillage | |

Installer l'unité de cuvette sur le ZEEnit 650 P

Le modèle ZEEnit 650 P est uniquement équipé avec un four à tube graphite. Ce modèle se distingue par le fait que vous pouvez retirer le four à tube graphite du compartiment à échantillons et installer l'unité de cuvette pour la technique Hg/hydrure.

- ▶ Desserrer la vis de fixation à l'avant, sous le four à tube graphite.
- ▶ Retirer le four à tube graphite du compartiment à échantillons.
- ▶ Bloquer la plaque du four dans la position sortie à l'aide de la broche de sécurité.

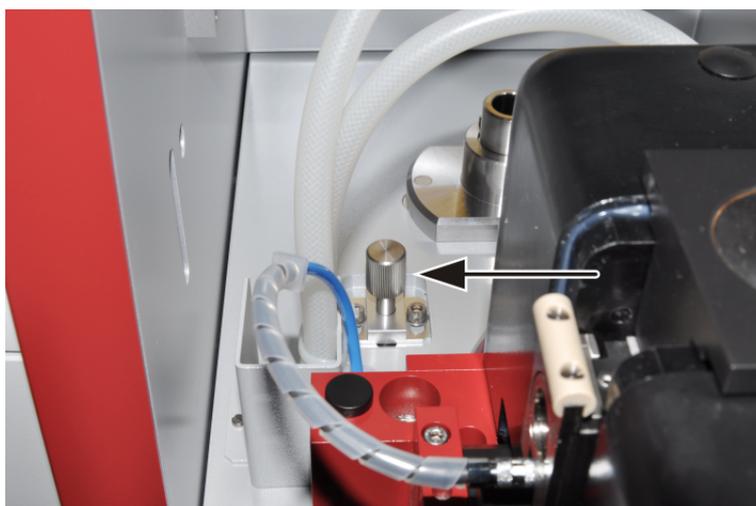


Fig. 10 Broche de sécurité sur la plaque du four.

- ▶ Insérer le logement pour l'unité de cuvette dans les fiches prévues à cet effet sur la plaque de base dans le compartiment à échantillons.
- ▶ Placer l'unité de cuvette sur le logement et la bloquer avec la vis de fixation.

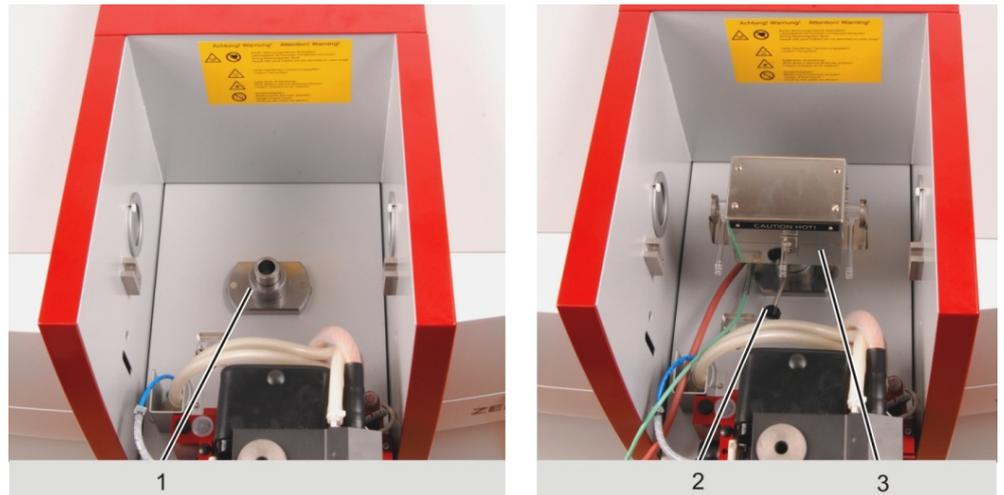


Fig. 11 Logement et unité de cuvette pour système Hg/hydrure

- 1 Logement pour l'unité de cuvette 2 Vis de fixation
3 Unité de cuvette

- ▶ Insérer la cuvette adaptée dans l'unité de cuvette et poursuivre conformément à la description au début du chapitre.

4.1.2 Installer le système Hg/hydrure sur l'AAS



ATTENTION

Tension dangereuse sur le raccord du chauffage de la cuvette

Une tension dangereuse peut être présente sur le raccordement du chauffage de la cuvette.

- Toujours éteindre l'appareil et les composants avant de les raccorder au secteur.
- Toujours éteindre l'appareil avant de brancher ou débrancher les câbles de raccordement électrique entre l'appareil et les composants système. Sinon, il existe aussi un risque d'endommager le système électronique sensible.



Fig. 12 Système Hg/hydrure installé sur l'AAS

Raccordement électrique et interfaces

- ▶ Poser le système Hg/hydrure à droite de l'appareil AAS ou sur une table à côté de l'appareil AAS.
- ▶ Raccorder électriquement l'unité de cuvette au système Hg/hydrure.
 - Raccorder le câble chauffant au raccord "cell heating".
 - Raccorder le câble du capteur de température au raccord "cell sensor".
 - Fixer la mise à la terre du câble du capteur avec la vis moletée au bornier du système Hg/hydrure.
- ▶ Raccorder le module de fonction à l'AAS : L'appareil AAS met les tensions (+5 V/ +24 V) à disposition du module de fonction.
 - Brancher la fiche « AAS » du câble jumelé sur la prise AS ou Sampler Flame de l'appareil AAS.
 - Brancher la fiche D-Sub « HS » du câble le plus fin du câble jumelé sur la prise "input 5 V/24 V" du système Hg/hydrure.
 - La fiche verte et ronde « AS » du câble jumelé reste libre.
 - Brancher le câble de signalisation sur la fiche HS ou Hydridsystem de l'appareil AAS. Raccorder l'autre extrémité du câble à l'interface "AAS/RS 232" du système Hg/hydrure.

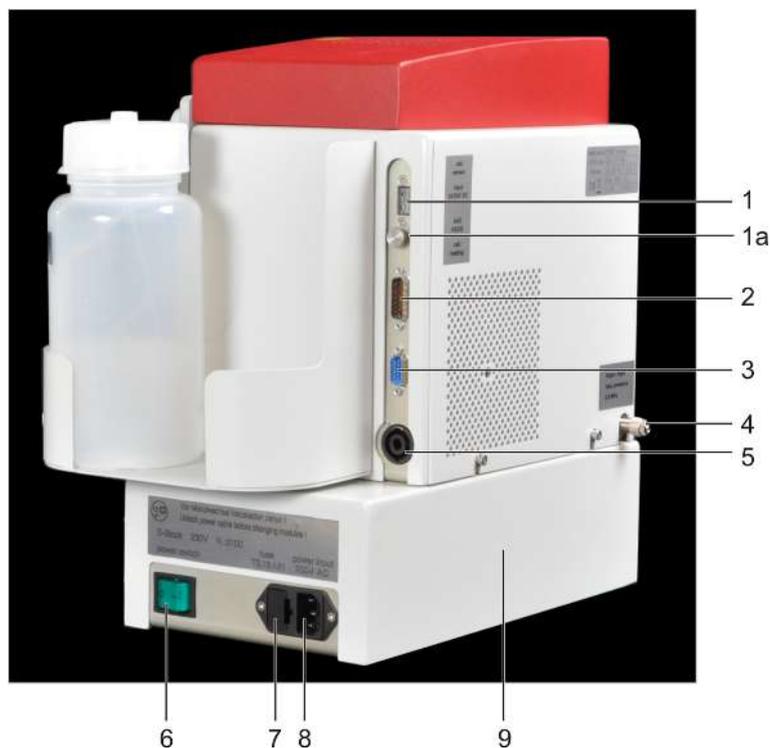


Fig. 13 Raccords sur le côté droit de l'appareil

- | | |
|---|---|
| 1 Raccord du capteur de température de l'unité de cuvette "cell sensor" | 1a Vis moletée de mise à la terre |
| 2 Connecteur d'alimentation +5 V/+24 V de l'AAS | 3 Interface "AAS/RS 232" |
| 4 Raccord d'argon | 5 Raccord du chauffage de la cuvette "cell heating" |
| 6 Interrupteur d'alimentation | 7 Boîtier de fusible |
| 8 Port d'alimentation | 9 Module de base |

- ▶ Brancher le câble secteur sur le port d'alimentation du module de base. La multiprise livrée avec l'appareil AAS est à utiliser pour le raccordement.
- ▶ Relier le tuyau d'argon avec raccord de cloison à la face arrière.

Mode de fonctionnement « Hydride »/« Hg sans enrichissement »

- ▶ Sélectionner le tuyau de séchage : Type "Hy" pour la technique d'analyse des hydrures ou type "Hg" pour la détermination du mercure.
- ▶ Raccorder le tuyau de la cuvette au tuyau de séchage à l'aide du connecteur Luer femelle.
- ▶ Raccorder le tuyau de séchage à la sortie de gaz "to cell" du module Batch via le tuyau de raccordement.
- ▶ Si cela n'a pas encore été effectué : relier le tuyau de la cuvette à la tubulure centrale de la cuvette.



Fig. 14 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hydride »/« Hg sans enrichissement »

Mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement »

- ▶ Sélectionner le tuyau de séchage type "Hg".
- ▶ Raccorder le tuyau de séchage au raccord de gaz "to cell" du module Batch via le tuyau de raccordement.
- ▶ Visser l'autre extrémité du tuyau au raccord "to enr." (to enrichment – vers l'enrichissement) sur la plaque avant.
- ▶ Relier le tuyau de la cuvette au raccord "enr. to cell" sur la plaque avant.
- ▶ Si cela n'a pas encore été effectué : relier le tuyau de la cuvette à la tubulure centrale de la cuvette.



Fig. 15 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement »

Transport du réducteur

- ▶ Remplir le flacon de réserve avec du réducteur.
- ▶ Relier le tuyau de prélèvement du réducteur (à vis creuse bleue) au tuyau de la pompe tubulaire à 1 canal et le plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve du réducteur.
- ▶ Accrocher la cassette du tuyau au système Hg/hydrure. Régler le levier à cran de sorte que la solution soit transportée de façon uniforme.
 - ✓ Le système Hg/hydrure est ainsi installé sur l'appareil AAS et prêt à effectuer des mesures.

Ordre de mise en marche

Le module de fonction est alimenté en tensions de fonctionnement +5 V/+24 V par l'appareil AAS. La tension d'alimentation n'est connectée qu'au module de base. Pendant l'initialisation de la mise en service, le module de fonction contrôle la fréquence d'alimentation. En l'absence de tension au niveau du module de base, le module de fonction interrompt l'initialisation.

Il en résulte la séquence suivante de mise en marche :

- ▶ Mise en marche du système Hg/hydride.
- ▶ Activer l'appareil AAS.
 - ✓ Les premières mesures peuvent être effectuées.

4.1.3 Commuter entre les modes de fonctionnement

Lorsque vous souhaitez commuter entre les modes de fonctionnement « Hydrures » ou « Hg sans enrichissement » et « Hg avec enrichissement », vous devez modifier le câblage au niveau de la plaque avant du module Batch.

Mode de fonctionnement « Hydride »/« Hg sans enrichissement »

- ▶ Sélectionner le tuyau de séchage : Type "Hy" pour la technique d'analyse des hydrures ou type "Hg" pour la détermination du mercure.
- ▶ Raccorder le tuyau de la cuvette au tuyau de séchage à l'aide du connecteur Luer femelle.
- ▶ Raccorder le tuyau de séchage à la sortie de gaz "to cell" du module Batch via le tuyau de raccordement.
- ▶ Si cela n'a pas encore été effectué : relier le tuyau de la cuvette à la tubulure centrale de la cuvette.



Fig. 16 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hydride »/« Hg sans enrichissement »

Mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement »

- ▶ Sélectionner le tuyau de séchage type "Hg".
- ▶ Raccorder le tuyau de séchage au raccord de gaz "to cell" du module Batch via le tuyau de raccordement.
- ▶ Visser l'autre extrémité du tuyau au raccord "to enr." (to enrichment – vers l'enrichissement) sur la plaque avant.
- ▶ Relier le tuyau de la cuvette au raccord "enr. to cell" sur la plaque avant.
- ▶ Si cela n'a pas encore été effectué : relier le tuyau de la cuvette à la tubulure centrale de la cuvette.



Fig. 17 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement »

Sélectionner la cuvette

- ▶ Mode de fonctionnement « **Hydrures** » : Utiliser la cuvette en quartz.
- ▶ Installer la cuvette dans l'unité de cuvette de l'appareil AAS et la verrouiller avec les fenêtres en quartz.
- ▶ Mode de fonctionnement « **Hg avec/sans enrichissement** » : Sélectionner la cuvette à mercure en forme de tulipe en option. Il est également possible d'utiliser la cuvette en quartz.
- ▶ Installer la cuvette dans l'unité de cuvette et la bloquer à l'aide des ressorts.

4.2 Remplacer le Hg Plus Upgrade Modul



AVERTISSEMENT

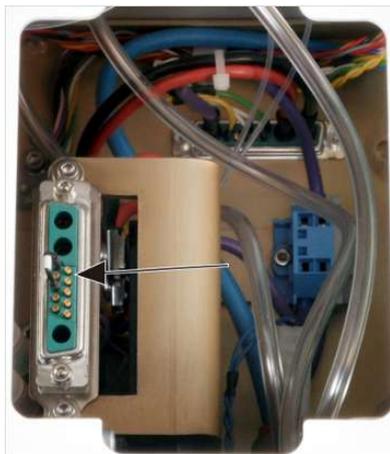
Risque de choc électrique

Lors de la transformation du système Hg/hydrure, il existe le risque de toucher des composants conducteurs de tension et de subir un choc électrique.

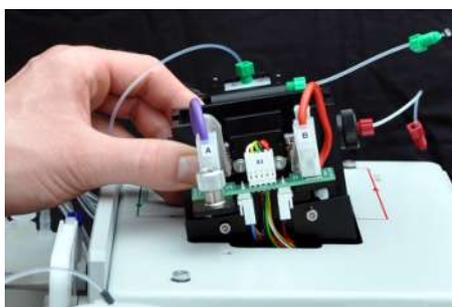
- Avant la transformation : Éteindre le système Hg/hydrure et l'AAS.
- Débrancher la fiche de secteur du raccord.
- Débrancher tous les câbles de raccordement vers l'AAS et l'unité de cuvette.

Outil logiciel pour l'équipement supplémentaire

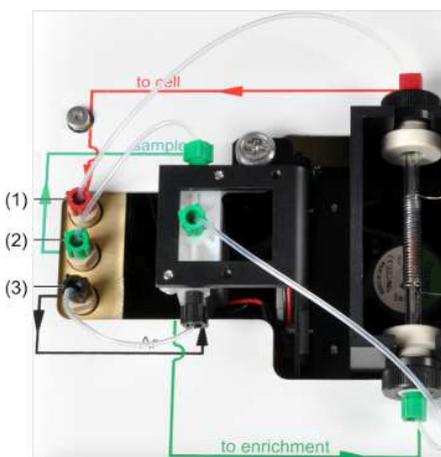
- ▶ Insérer le CD fourni dans le PC. Lancer le logiciel HS Wizard et suivre les instructions à l'écran.
- ▶ Sélectionner le spectromètre utilisé.
- ▶ Sélectionner la configuration de sortie du système Hg/hydrure.
- ▶ Sélectionner la configuration cible du système Hg/hydrure avec enrichissement du mercure.



- ▶ Ouvrir le capot rouge du système Hg/hydrure.
- ▶ Tirer la fiche de court-circuit à l'intérieur du système Hg/hydrure vers le haut et la retirer.



- ▶ Insérer le module. Aligner le module avec les broches de guidage et l'enfoncer vers le bas jusqu'à ce que la liaison soit établie.
- ▶ Fixer le module avec les vis moletées.



- ▶ Raccorder les tuyaux au système Hg/hydrure à travers le cadre :
 - Tuyau avec les vis creuses rouges sur le raccord arrière avec la flèche rouge (1)
 - Tuyau avec les vis creuses vertes sur le raccord intermédiaire avec la flèche verte (2)
 - Tuyau avec les vis creuses noires sur le raccord avant avec la flèche noire (3)
- ▶ Refermer le capot rouge.
- ▶ Relier le système au réseau électrique, à l'appareil AAS et à l'unité de cuvette.
- ▶ Mettre les appareils en marche, d'abord le système Hg/hydrure, puis l'AAS.
- ▶ Cliquer sur le bouton **[suivant]** dans le logiciel HS Wizard après la phase d'initialisation des appareils. Quitter le logiciel.

Test fonctionnel

- ▶ Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS.
- ▶ Dans la fenêtre **Quick Start**, sélectionner la technique **Hydrure** et initialiser la configuration des appareils.
- ▶ Fermer la fenêtre avec **OK**.
- ▶ Cliquer sur le bouton **Hydrure system**.
- ▶ Vérifier le fonctionnement du chauffage. Ouvrir le capot rouge de l'appareil.
- ▶ Dans la fenêtre **Hydrure system**, dans l'onglet **Control** sous **Collector**, sélectionner l'option **Heating on**.
- ▶ Vérifier si la spirale chauffante s'allume.
- ▶ Tester le refroidissement. Sélectionner l'option **Cooling on**.
- ▶ Vérifier si un flux d'air vertical est présent.

- ▶ Quitter le test de fonctionnement. Sélectionner l'option **off**. Fermer le capot rouge.
- ▶ Refermer la fenêtre **Hydride system**.
 - ✓ Le nouveau module est opérationnel.

4.3 Installer la technique HydrEA



REMARQUE

Message d'erreur en cas de fiche isolante absente

Aucune unité de cuvette n'est utilisée dans le cas de la technique HydrEA. Le système Hg/hydrure émet un signal sonore lorsque le raccord du capteur de température est libre.

- Pour un fonctionnement correct de l'appareil, enficher la fiche isolante fournie dans le raccord du capteur de température.

Procédez à l'installation en respectant les étapes suivantes dans cet ordre :

- ▶ Si le système Hg/hydrure est déjà installé : préparer le système d'analyse pour la technique HydrEA.
- ▶ Installer et ajuster la technologie par tube graphite et le distributeur d'échantillons Graphite (AS-GF), voir le manuel d'utilisation de l'appareil AAS.
- ▶ Recouvrir le tube en graphite d'iridium ou d'or.
- ▶ Équiper le système Hg/hydrure avec la technique HydrEA.
- ▶ Ajuster le distributeur d'échantillons Graphite avec la canule en titane (pour technique HydrEA).

4.3.1 Préparer le système d'analyse pour la technique HydrEA



ATTENTION

Tension dangereuse sur le raccord du chauffage de la cuvette

Une tension dangereuse peut être présente sur le raccordement du chauffage de la cuvette.

- Toujours éteindre l'appareil et les composants avant de les raccorder au secteur.
- Toujours éteindre l'appareil avant de brancher ou débrancher les câbles de raccordement électrique entre l'appareil et les composants système. Sinon, il existe aussi un risque d'endommager le système électronique sensible.

Préparez le système d'analyse comme suit si vous souhaitez convertir la technique d'analyse des hydrures ou la technique d'analyse à vapeur froide Hg sur la technique HydrEA :

- ▶ Éteindre l'appareil et l'AAS. Débrancher la fiche secteur de la prise.
- ▶ Laisser l'unité de cuvette refroidir.
 - ⚠ ATTENTION ! Risque de brûlure sur l'unité de cuvette.
- ▶ Débrancher le câble de raccordement du capteur de température et du chauffage de la cuvette du système Hg/hydrure.
- ▶ Insérer la fiche de court-circuit fournie dans le raccord du capteur de température.

- ▶ Si l'appareil de base ne possède qu'un compartiment à échantillons : retirer le distributeur d'échantillons Flamme du compartiment à échantillons et le placer à côté du système Hg/hydrure.
- ▶ Débrancher le tuyau de la cuvette de la cuvette.
- ▶ Pour les appareils AAS avec un seul compartiment à échantillons : retirer la cuvette et démonter l'unité de cuvette.

4.3.2 Revêtement du tube en graphite



REMARQUE

Endommagement de la canule en titane

Le revêtement du tube en graphite ne doit pas se produire avec la canule en titane du distributeur d'échantillons Graphite. Dans le cas contraire, la canule ne peut plus être utilisée pour effectuer des mesures.

- Ne procédez au revêtement du tube en graphite qu'avec la configuration standard du distributeur d'échantillons, c'est-à-dire avec le tuyau de prélèvement en MFA.

Recouvrez le tube en graphite avec de l'iridium pour la détermination des éléments générant les hydrures et avec de l'or pour la détermination du mercure.

Recommandation

Pipettez 3 fois de suite respectivement 50 µl de la solution mère d'iridium ou d'or (1000 mg/l) dans le tube en graphite avec le distributeur d'échantillons et sécher la solution sur le tube en graphite. Après le programme du four de revêtement, il reste 150 µg d'iridium ou d'or métallique sur le fond du tube.

Lors du recouvrement et de l'étuvage du tube en graphite, ne dépassez pas une température de 2200 °C (iridium) ou 1000 °C (or). Sinon, des pertes d'iridium ou d'or surviennent.

- ▶ Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS.
- ▶ Dans la fenêtre **Quick Start**, sélectionner la technique **Graphite Furnace (Wall)** et initialiser la configuration des appareils.
- ▶ Fermer la fenêtre avec **OK**.
- ▶ Cliquer sur le bouton **Furnace**.
- ▶ Sélectionner l'onglet **Plot** et cocher **Graphite tube coating**.
- ▶ Définir les paramètres de revêtement.
 - **Cycles** = Nombre de pipettages (recommandé : 3)
 - **Position** = Position de la solution mère d'iridium ou d'or sur l'assiette du distributeur d'échantillons
 - **Vol.** = Quantité d'échantillon à pipetter par cycle (recommandé : 50 µl)
 - **Element** = Ir ou Au
- ✓ Le graphique sur l'onglet représente la température en fonction du temps lors du revêtement du tube par l'iridium ou l'or.
- ▶ Poser la coupelle d'échantillons contenant la solution mère d'iridium ou d'or sur la position sélectionnée sur l'assiette du distributeur d'échantillons.
- ▶ Commencer le revêtement en cliquant sur **Start**.
 - ✓ Le tube en graphite est recouvert d'iridium ou d'or.

Programme de revêtement Ir

Étape	Température [°C]	Vitesse [°C/s]	Temps de maintien [s]	Gaz de rinçage
Séchage	90	5	40	Max
Séchage	110	1	40	Max
Séchage	130	1	40	Max
Pyrolyse	1200	300	26	Arrêt
Atomiser	2100	500	8	Arrêt
Étuvage	2100	0	5	Moyenne

Programme de revêtement Au

Étape	Température [°C]	Vitesse [°C/s]	Temps de maintien [s]	Gaz de rinçage
Séchage	80	5	25	Max
Séchage	90	1	25	Max
Séchage	110	5	10	Max
Pyrolyse	110	0	6	Arrêt
Atomiser	950	500	5	Arrêt
Étuvage	950	0	5	Moyenne

4.3.3 Installer le système Hg/hydrure sur l'AAS

- ▶ Sur le distributeur d'échantillons Graphite (AS-GF), desserrer l'écrou de serrage sur le guide du tuyau, retirer le tuyau de dosage par le haut et le ranger dans le flacon des déchets.
- ▶ Insérer la canule en titane pour la technique HydrEA jusqu'au coude formé dans le guide du tuyau puis la serrer.
- ▶ Placer le système Hg/hydrure à proximité de l'AAS.

Raccordement électrique et interfaces

- ▶ Raccorder la fiche isolante du système Hg/hydrure au raccord du capteur de température de l'unité de cuvette.
 - i** REMARQUE ! L'appareil émet un signal sonore en l'absence de fiche isolante.
- ▶ Raccorder le module de fonction à l'AAS : L'appareil AAS met les tensions (+5 V/ +24 V) à disposition du module de fonction.
 - Brancher la fiche « AAS » du câble jumelé sur la prise AS ou Sampler Flame de l'appareil AAS.
 - Brancher la fiche D-Sub « HS » du câble le plus fin du câble jumelé sur la prise "input 5 V/24 V" du système Hg/hydrure.
 - La fiche verte et ronde « AS » du câble jumelé reste libre.
 - Brancher le câble de signalisation sur la fiche HS ou Hydridsystem de l'appareil AAS. Raccorder l'autre extrémité du câble à l'interface "AAS/RS 232" du système Hg/hydrure.

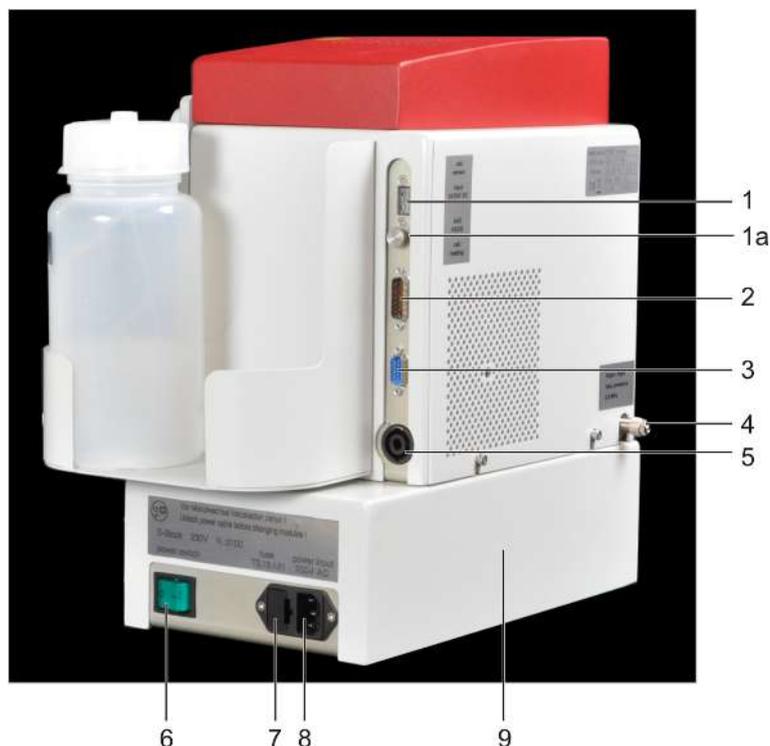


Fig. 18 Raccords sur le côté droit de l'appareil

- | | |
|---|---|
| 1 Raccord du capteur de température de l'unité de cuvette "cell sensor" | 1a Vis moletée de mise à la terre |
| 2 Connecteur d'alimentation +5 V/+24 V de l'AAS | 3 Interface "AAS/RS 232" |
| 4 Raccord d'argon | 5 Raccord du chauffage de la cuvette "cell heating" |
| 6 Interrupteur d'alimentation | 7 Boîtier de fusible |
| 8 Port d'alimentation | 9 Module de base |

- ▶ Brancher le câble secteur sur le port d'alimentation du module de base. La multiprise livrée avec l'appareil AAS est à utiliser pour le raccordement.
- ▶ Relier le tuyau d'argon avec raccord de cloison à la face arrière.
- ▶ Raccorder le tuyau HydrEA avec la pièce d'accouplement sur le raccord "to cell" du module Batch et l'enfoncer sur la canule en titane de l'AS-GF.

Transport du réducteur

- ▶ Remplir le flacon de réserve avec du réducteur.
- ▶ Relier le tuyau de prélèvement du réducteur (à vis creuse bleue) au tuyau de la pompe tubulaire à 1 canal et le plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve du réducteur.
- ▶ Accrocher la cassette du tuyau au système Hg/hydrure. Régler le levier à cran de sorte que la solution soit transportée de façon uniforme.
 - ✓ Le système Hg/hydrure est ainsi installé sur l'appareil AAS et prêt à effectuer des mesures.

Ordre de mise en marche

Le module de fonction est alimenté en tensions de fonctionnement +5 V/+24 V par l'appareil AAS. La tension d'alimentation n'est connectée qu'au module de base. Pendant l'initialisation de la mise en service, le module de fonction contrôle la fréquence d'alimentation. En l'absence de tension au niveau du module de base, le module de fonction interrompt l'initialisation.

Il en résulte la séquence suivante de mise en marche :

- ▶ Mise en marche du système Hg/hydrure.
- ▶ Activer l'appareil AAS.
 - ✓ Les premières mesures peuvent être effectuées.

4.3.4 Ajuster le distributeur d'échantillons Graphite avec la canule en titane

- ▶ Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS.
- ▶ Dans la fenêtre **Quick Start**, sélectionner la technique **HydrEA** et initialiser la configuration des appareils.
- ▶ Fermer la fenêtre avec **OK**.
- ▶ Cliquer sur le bouton **Autosampler**. Sélectionner l'onglet **Techn. parameters** et cliquer sur le bouton **Align sampler to furnace**.
 - ✓ Le logiciel vous guide pas à pas pour procéder au réglage dans les axes x, y et lors de la descente de la canule en titane.
- ▶ Utiliser l'outil d'ajustage :
 - novAA 800, contrAA 800 : Insérer l'outil d'ajustage avec croix d'ajustement dans l'ouverture de pipettage.
 - ZEE nit 700 P, ZEE nit 700 Q, ZEE nit 650 P : Replier le four Zeeman et retirer la fenêtre gauche du four. Retirer le tube en graphite du four. Insérer l'outil d'ajustage avec le perçage par la gauche dans la paroi du four.
- ▶ Suivre ensuite les consignes du logiciel :
 - Régler l'axe x (parallèle à l'axe optique) à l'aide des boutons **left / right** sur la croix d'ajustement ou sur l'ouverture de prélèvement. Procéder au réglage précis avec les vis d'ajustage latérales.
 - Régler l'axe y (profondeur du compartiment d'échantillons) via la vis de réglage.
 - Serrer les vis et sécuriser le réglage avec les contre-écrous.
 - Régler l'axe z à l'aide du logiciel : Abaisser la canule en titane jusqu'à ce que la canule affleure avec l'arête supérieure de l'outil d'ajustage.
- ▶ Enregistrer les réglages en cliquant sur le bouton **Next** dans le logiciel.
- ▶ Retirer l'outil d'ajustage.
- ▶ Préparer le tube en graphite :
 - novAA 800, contrAA 800 : Insérer le cône de dosage dans l'ouverture de pipettage.
 - ZEE nit 700 P, ZEE nit 700 Q, ZEE nit 650 P : insérer la fenêtre gauche du four, insérer le tube en graphite standard ou le tube en graphite recouvert, fermer le four Zeeman.
- ▶ Régler la profondeur d'injection de l'échantillon dans le tube en graphite :
 - Desserrer l'écrou de serrage, placer la canule en titane sur le fond du tube, le cas échéant vérifier la position de la canule avec la caméra du four.
 - Fixer la canule avec l'écrou de serrage.
 - Régler la profondeur d'injection au-dessus du fond du tube (env. 0,5 mm).
- ▶ Terminer le réglage avec **Finish**.
 - ✓ Le distributeur d'échantillons est ajusté et prêt à effectuer des mesures.

5 Utilisation

La préparation de l'appareil AAS pour la technique d'analyse des hydrures et la technique HydrEA est décrite dans le mode d'emploi de l'AAS.

La description dans le mode d'emploi du logiciel est la suivante :

- Définir la technique et le mode de fonctionnement.
- Contrôler le fonctionnement du système Hg/hydrure.
- Régler une méthode d'analyse des hydrures ou HydrEA.
- Définir les paramètres de la méthode pour le distributeur d'échantillons.

5.1 Préparation des matières d'exploitation et des solutions étalons



AVERTISSEMENT

Risque de brûlure

Le borohydrure de sodium et l'hydroxyde de sodium sont fortement corrosifs, hygroscopiques et extrêmement agressifs en solution. L'acide chlorhydrique concentré est très corrosif.

- Lors de la manipulation des matières corrosives, porter des lunettes de protection et des vêtements de protection. Il faut toujours travailler sous une hotte aspirante.
- Respecter toutes les remarques et spécifications des fiches de données de sécurité.
- Lors de la préparation des acides et bases dilués, toujours utiliser de l'eau. Puis commencer par ajouter l'acide ou la base concentrée.



AVERTISSEMENT

Risque d'intoxication par l'arsenic

La solution étalon d'arsenic (1000 mg/l) provoque de graves irritations de la peau et des yeux. La solution est cancérigène.

- Lors de la manipulation de matières dangereuses, porter des lunettes de protection et des vêtements de protection.
- Respecter toutes les remarques et spécifications des fiches de données de sécurité.
- Lors de la préparation des solutions diluées, toujours utiliser de l'eau et mélanger lentement la solution étalon concentrée.

Pour l'utilisation du système Hg/hydrure, vous aurez besoin des solutions suivantes :

- Réducteur ($\text{NaBH}_4/\text{NaOH}$)
- Solutions étalon pour la technique d'analyse des hydrures
- Solutions étalons pour la technique HydrEA
- Solution de réducteur (par ex. KI /acide ascorbique) pour la réduction d'As(+V) et As(+III)

Les échantillons peuvent contenir des ions d'arsenic avec différents degrés d'oxydation. Un traitement de l'échantillon pour une meilleure sensibilité de mesure et une mesure la plus précise possible est donc recommandé.

Recommandation :

- Traitez les échantillons avant le transfert dans le système Hg/hydrure avec la solution de réducteur (KI/acide ascorbique) pour que l'arsenic ait un degré d'oxydation +III. Assurez-vous de la conversion complète d'As(+V) en As(+III).
- Traitez le plus possible les solutions étalons et les échantillons de manière identique. Lorsque les solutions étalons d'arsenic vieillissent, des ions As(+V) se forment dans la solution par réaction avec l'oxygène dans l'air.

Suggestion pour la fabrication des solutions

Réducteur

Solution	Fabrication	Durée de conservation, remarques
Solution mère Dissoudre 3,0 % NaBH ₄ + 1,0 % NaOH	7,5 g NaBH ₄ + 2,5 g NaOH (sous forme de petites pastilles) + 250 ml H ₂ O (eau distillée) dans un bain à ultrasons	Env. 4 ... 6 semaines (au ré- frigérateur à ≤7 °C)
Réducteur 1,0 % NaBH ₄ + 0,3 % NaOH	100 ml solution mère + 200 ml H ₂ O (eau distillée)	Env. 1 ... 2 semaines (au ré- frigérateur à ≤7 °C)

Solutions étalons technique d'analyse d'hydrures

Solution	Fabrication	Durée de conservation, remarques
Solution 1 (solution étalon commerciale) 1000 mg/l As		Voir indications du fabricant
Solution 2 1 mg/l As	100 µL solution 1 + 7 ml HCl (37 % , p. a.) Remplir d'H ₂ O (eau distil- lée.) à 100 ml.	Stable pendant plusieurs jours. Préparer des solutions éta- lons par série de dilutions.
Solutions étalons 0 / 2,0 / 4,0 / 6,0 / 8,0 / 10,0 µg/l As	Ex. : solution étalon 10 µg/l As 1 ml solution 2 + 7 ml HCl (37 % , p. a.) + 1 ml solution KI/acide ascor- bique Après 45 min, remplir d'H ₂ O (eau distillée.) à 100 ml.	Préparer la solution étalon de nouveau chaque jour.

Solutions étalons pour tech- nique HydrEA

Solution	Fabrication	Durée de conservation, remarques
Solution 1 (solution étalon commerciale) 1000 mg/l As		Voir indications du fabricant
Solution 2 10 mg/l As	1 ml solution 1 + 7 ml HCl (37 % , p. a.) Remplir d'H ₂ O (eau distil- lée.) à 100 ml.	Préparer des solutions éta- lons par série de dilutions.
Solution 3 100 µg/l As	1 ml solution 2 + 7 ml HCl (37 % , p. a.)	4 ... 5 jours

Solution	Fabrication	Durée de conservation, remarques
	Remplir d'H ₂ O (eau distillée.) à 100 ml.	
Solutions étalons 0 / 0,2 / 0,4 / 0,6 / 0,8 / 1,0 µg/l As	Ex. : solution étalon 1 µg/l As 1 ml solution 3 + 7 ml HCl (37 % , p. a.) + 1 ml solution KI/acide ascorbique Après 45 min, remplir d'H ₂ O (eau distillée.) à 100 ml.	Préparer la solution étalon de nouveau chaque jour.

Solution KI/acide ascorbique

Solution	Fabrication	Durée de conservation, remarques
5 % KI + 5 % acide ascorbique	2,5 g KI + 2,5 g acide ascorbique Remplir d'H ₂ O (eau distillée.) à 50 ml.	Plusieurs jours (au réfrigérateur à ≤7 °C) Ne plus utiliser en cas de décoloration.

5.2 Mise en marche et arrêt de l'appareil

Travaux à effectuer pour la mise en service quotidienne

- ▶ Accrocher la cassette du tuyau pour l'échantillon dans la pompe tubulaire à 1 canal.
- ▶ Effectuer le serrage du/des tuyau(x) de la pompe en réglant le levier à cran.
- ▶ Charger le système de réducteur :
 - Démarrer le logiciel de commande et d'analyse.
 - Dans la fenêtre **Quick Start**, sélectionner la technique **Hydride** et initialiser la configuration des appareils. Fermer la fenêtre avec **OK**.
 - Cliquer sur le bouton **Hydride syst..**
 - Sélectionner l'onglet **Control** et cliquer sur le bouton **Load system**.
- ✓ L'appareil est prêt à fonctionner.

Travaux à effectuer avant la mise hors service quotidienne

Avant la fermeture, le logiciel demande si vous souhaitez nettoyer le système Hg/hydride.

- ▶ Démarrer le nettoyage du système en cliquant sur **Start**.
- ▶ Après la demande du logiciel, plonger le(s) tuyau(x) de prélèvement dans de l'eau distillée ou dans une solution faiblement acide.
- ▶ Le système Hg/hydride rince le tuyau pour le réducteur.
- ▶ Après le message du logiciel, retirer le tuyau de la solution de rinçage. Le système Hg/hydride pompe ensuite le tuyau pour le vider.
- ▶ Le cas échéant, répéter le nettoyage du système.
- ▶ Détendre le tuyau de la pompe en desserrant la cassette du tuyau au niveau de la pompe tubulaire à 1 canal.
- ▶ Recommandation : Conserver la solution d'agent réducteur au réfrigérateur.
- ✓ L'appareil peut être mis hors service.

6 Maintenance et entretien

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

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

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

6.1 Aperçu de la maintenance

Appareil de base

Intervalle de maintenance	Mesure de maintenance
Une fois par semaine	Vérifier visuellement la présence d'usure, de contamination et de déformations sur les tuyaux de la pompe et la section de tuyau. Remplacer les tuyaux le cas échéant.
Le cas échéant et lorsque les performances analytiques baissent	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Nettoyer la cuvette et les fenêtres de la cuvette. ▪ Remplacer le sécheur de tuyaux. ▪ Remplacer le collecteur en or (Hg Plus Upgrade Modul). ▪ Nettoyer le tube graphite avec revêtement ou évaporer la couche métallique (HydrEA Upgrade Kit) et recouvrir à nouveau le tube. ▪ Remplacer les fusibles de l'appareil.
Lors du remplacement du réducteur	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Remplacer tous les tuyaux qui sont entrés en contact avec le réducteur. ▪ Rincer minutieusement le système.

6.2 Remplacement des fusibles



AVERTISSEMENT

Risque de choc électrique

De hautes tensions se produisent à l'intérieur de l'appareil, pouvant entraîner une risque d'électrocution en cas de contact.

- Avant l'ouverture : Éteindre l'appareil avec l'interrupteur d'alimentation.
- Retirer le câble secteur du raccord.

Les fusibles de l'entrée secteur se trouvent sur le côté droit du module de base et sont étiquetés. vous pouvez remplacer vous-mêmes les fusibles.

Fusibles

Numéro du fusible	Type de fusible pour une tension d'alimentation de 220 ... 230 V	Type de fusible pour une tension d'alimentation de 100 ... 110 V
F1	T 3,15 A H	T 6,3 A H
F2	T 3,15 A H	T 6,3 A H

6.3 Nettoyer la cuvette et les fenêtres de la cuvette

Nettoyer la cuvette et les fenêtres de la cuvette lorsque l'énergie mesurée de la lampe, c'est-à-dire le nombre de counts, diminue. Pour les appareils avec un four Zeeman, vous remarquerez la présence d'une contamination avec l'augmentation de la tension du multiplicateur d'électrons.



AVERTISSEMENT

Risque de brûlure en raison de l'acide fluorhydrique

L'acide fluorhydrique est très corrosif et toxique. Il existe un danger de mort en cas d'ingestion, de contact avec la peau ou d'inhalation.

- Il convient de porter un tablier en caoutchouc, des gants et un masque facial pour manipuler l'acide fluorhydrique. Il faut toujours travailler sous une hotte aspirante.
- Respecter toutes les remarques et spécifications de la fiche de données de sécurité.



AVERTISSEMENT

Risque de formation d'un gaz détonnant

La cuvette doit être fermée de façon étanche au gaz pour la technique d'analyse des hydrides, sinon un mélange de gaz détonnant, qui peut exploser à des températures élevées, se forme dans la cuvette.

- Contrôlez les faces d'extrémité taillées de la cuvette.
- Remplacez immédiatement la cuvette si vous constatez de petits dommages.



ATTENTION

Risque de brûlure

La cuvette est encore très chaude immédiatement après l'utilisation : 600 ... 950 °C (hydrides métalliques) et 150 °C (mercure).

- Avant toute maintenance, laisser l'unité de cuvette refroidir.
- Vérifier la température actuelle de la cuvette dans la fenêtre **Hydride syst.**, onglet **Control**.



REMARQUE

Risque pour la fenêtre en quartz dû à la transpiration des mains et des ultra-sons

Les traces de doigts se matérialisent sur la surface de la fenêtre en quartz et réduisent la transparence.

- Ne pas toucher les surfaces frontales des fenêtres en quartz avec les doigts. Essuyer aussitôt les empreintes de doigts avec de l'éthanol.
- Ne pas nettoyer la fenêtre en quartz dans un bain aux ultra-sons. Ceci pourrait réduire la perméabilité des fenêtres aux rayons UV.

Nettoyer les fenêtres de la cuvette

- ▶ Une fois que l'unité de cuvette a refroidi : Enfoncer à nouveau le ressort à lames et retirer les fenêtres de cuvette avec la douille.
- ▶ Nettoyer les fenêtres de cuvette à l'aide d'acide chlorhydrique dilué.
- ▶ Rincer ensuite les fenêtres de la cuvette à l'eau distillée et laisser sécher sans résidus, par ex. par soufflage avec un gaz inerte.
 - ✓ Les fenêtres de cuvette sont nettoyées.

Nettoyer la cuvette

- ▶ Une fois que l'unité de cuvette a refroidi : Déverrouiller l'unité de cuvette et la replier vers le haut.
- ▶ Retirer la cuvette puis retirer les tuyaux.
- ▶ Nettoyer la cuvette 5 ... 10 min dans le l'acide fluorhydrique concentré froid HF (40 %).
 - ⚠ AVERTISSEMENT ! L'acide fluorhydrique est très corrosif et toxique.
- ▶ Enlever le film de protection qui s'est détaché de l'intérieur du tube en frottant de manière intensive à l'aide d'une brosse ronde adaptée sous l'eau courante.
- ▶ Rincer ensuite la cuvette à l'eau distillée et laisser sécher sans résidus, par ex. par soufflage.
- ▶ Placer la cuvette dans l'unité de cuvette. Verrouiller l'unité de cuvette.
- ▶ Glisser les fenêtres de la cuvette avec la douille des deux côtés puis la bloquer à l'aide de ressorts à lames. Vérifier si les fenêtres de la cuvette se ferment de façon étanche.
 - ✓ La cuvette est propre.

6.4 Contrôler et remplacer le tuyau de la pompe



ATTENTION

Risque de brûlure dû à une solution basique

Les tuyaux contiennent une solution de réducteur basique.

- Avant toute maintenance, quitter le logiciel. Et exécuter le nettoyage du système proposé. Le système Hg/hydride rince les tuyaux et les pompe après le retrait de la solution de rinçage pour les vider.

Vérifiez régulièrement que les tuyaux de la pompe et de dosage du réducteur ne sont pas usés, fortement contaminés et n'ont pas subi de déformations. En cas d'usure prononcée ou de contamination, remplacer l'ensemble du jeu de tuyaux du réducteur (tuyau de prélèvement, tuyau de la pompe, tuyau de dosage).

Veillez noter que les tuyaux doivent également être remplacés lorsque vous changez de réducteur ($\text{NaBH}_4 - \text{SnCl}_2$).

- ▶ Desserrer la vis de l'attache au niveau du module Batch et retirer le tuyau de dosage (MFA).
- ▶ Décrocher la cassette du tuyau, retirer le tuyau de la pompe.
- ▶ Insérer le nouveau tuyau de la pompe dans la cassette. Tenir compte du sens de pompage.
- ▶ Accrocher et serrer la cassette du tuyau.
- ▶ Introduire le nouveau tuyau de dosage (MFA) dans le module Batch. Serrer fermement la vis d'attache.
 - i** REMARQUE ! L'extrémité du tuyau doit se trouver environ 10 mm au dessus de la pointe de la pipette dans le module Batch.
- ▶ Enfoncer le tuyau de prélèvement jusqu'au butoir dans le flacon de réserve du réducteur.
 - ✓ Le nouveau jeu de tuyaux est prêt à fonctionner.

6.5 Contrôler et changer le joint de la bride dans le module Batch

L'anneau d'étanchéité au niveau de la tête du module Batch peut perdre son élasticité et sa capacité d'étanchéité après un temps de fonctionnement prolongé et doit alors être changé.

- ▶ Retirer le récipient de réaction grâce à une rotation de la bride.
- ▶ Vérifier visuellement l'anneau d'étanchéité au niveau de la bride. Retirer l'anneau d'étanchéité s'il est usé et le remplacer par un anneau d'étanchéité neuf.
- ▶ Pousser le récipient de réaction sur la bride et le bloquer avec une rotation.
 - ✓ Le joint de la bride est renouvelé.

6.6 Remplacer le sécheur de tuyaux

Le sécheur de tuyaux est apte à fonctionner tant que la surface n'est pas salie par des particules ou du condensat. Remplacer toujours le sécheur de tuyaux s'il est encrassé. Ne pas essayer de les nettoyer.

- ▶ Desserrer le tuyau de séchage de la pièce du tuyau à la sortie "to cell" du module Batch et du tuyau de la cuvette ou de l'entrée "to enr." au niveau de la plaque avant.
- ▶ Relier le nouveau tuyau de séchage à la pièce du tuyau à la sortie "to cell" du module Batch et du tuyau de la cuvette.
- ▶ En mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement », visser fermement la deuxième extrémité du tuyau à vis creuse sur le raccord "to enr." sur la plaque avant.
 - ✓ Le nouveau tuyau de séchage est prêt à fonctionner.

6.7 Remplacer le collecteur en or



ATTENTION

Risque de brûlure

La cuvette est encore très chaude immédiatement après l'utilisation (jusqu'à 630 °C).

- Laisser refroidir le collecteur en or avec spirale chauffante avant la maintenance.

Remplacer le collecteur en or :

- Lorsque la sensibilité diminue nettement dans le cadre de la détermination du mercure avec enrichissement.
- Lorsque les signaux sont fortement élargis et peu reproductibles.
- Lorsque le pouvoir calorifique augmente.
- Lorsque le collecteur en or n'étuve pas complètement le mercure enrichi. En cas de différences de concentration importantes, l'intensité de la mesure se règle sur plusieurs mesures.

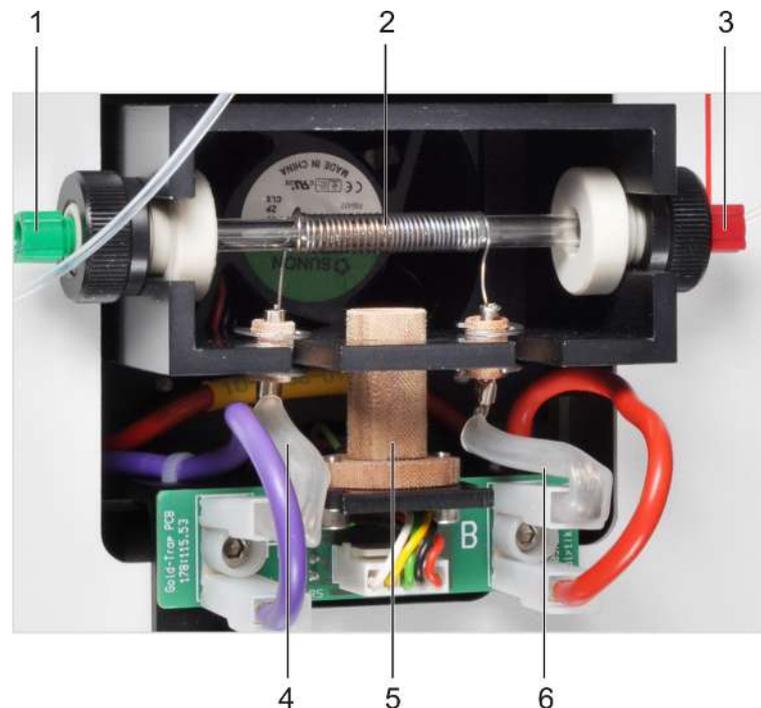


Fig. 19 Collecteur en or

- | | |
|-------------------------|------------------------|
| 1 Entrée de gaz | 2 Fil chauffant |
| 3 Sortie de gaz | 4 Raccord de chauffage |
| 5 Capteur à infrarouges | 6 Raccord de chauffage |

- ▶ Dévisser les tuyaux pour l'entrée de gaz et la sortie de gaz du collecteur en or.
- ▶ Retirer les raccords de la spirale chauffante sur le circuit imprimé.
- ▶ Desserrer le vissage du collecteur en or sur l'emplacement. Démontez le collecteur en or avec spirale chauffante et le vissage.
- ▶ Insérer le nouveau collecteur en or dans le raccord à vis.
- ▶ Insérer le collecteur en or dans le logement. Enficher simultanément les douilles d'isolation sur le fil chauffant dans la rainure.
- ▶ Pousser le collecteur en or jusqu'à la butée et bien le visser.

- ▶ Enficher les raccords de la nouvelle spirale chauffante sur le circuit imprimé.
- ▶ Visser les tuyaux de gaz avec les vis creuses sur les côtés gauche et droit du collecteur en or.
 - ✓ Le nouveau collecteur en or est prêt à fonctionner.

6.8 Maintenance de la technique HydrEA

6.8.1 Nettoyer le tube graphite avec revêtement

Vous pouvez nettoyer le tube en graphite recouvert d'un revêtement en iridium ou en or par étuvage en utilisant la technique HydrEA. Vous pouvez répéter plusieurs fois le processus.

La couche d'iridium se volatilise alors à des températures supérieures à 2200 °C, la couche d'or à des températures supérieures à 1000 °C. Ne dépassez jamais ces températures lors du nettoyage.

- ▶ Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS.
- ▶ Dans la fenêtre **Quick Start**, sélectionner la technique **HydrEA** et initialiser la configuration des appareils.
- ▶ Fermer la fenêtre avec **OK**.
- ▶ Cliquer sur le bouton **Furnace**.
- ▶ Sélectionner l'onglet **Control** et saisir les paramètres pour le nettoyage du tube en graphite dans la section **Clean furnace** :
 - **Temp.** = 2200 °C (pour Ir) ou 1000 °C (pour Au)
 - **Ramp** = 500 °C/s (= augmentation de la température)
 - **Hold** = 10 s
- ▶ Débuter l'étuvage du tube en graphite en cliquant sur le bouton **Start**.
 - ✓ Le tube en graphite est nettoyé grâce à un étuvage de courte durée.

6.8.2 Évaporer la couche d'iridium ou d'or

Vous pouvez évaporer la couche d'iridium ou d'or usagée via un étuvage à une température de ≥ 2500 °C (Ir) ou ≥ 1800 °C (Au). Note ! Le graphite du four commence à se décomposer à partir d'une température de 2600 °C.

Vous pouvez alors à nouveau recouvrir le tube en graphite libéré de la couche métallique pour la technique HydrEA. Vous pouvez également utiliser le tube en graphite en tant que tube en graphite standard dans l'analyse des solutions (mode Standard).

- ▶ Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS.
- ▶ Dans la fenêtre **Quick Start**, sélectionner la technique **HydrEA** et initialiser la configuration des appareils.
- ▶ Fermer la fenêtre avec **OK**.
- ▶ Cliquer sur le bouton **Furnace**.
- ▶ Sélectionner l'onglet **Control** et saisir les paramètres pour le nettoyage du tube en graphite dans la section **Clean furnace** :
 - **Temp.** = ≥ 2500 °C (pour Ir) ou ≥ 1800 °C (pour Au)
 - **Ramp** = 500 °C/s (= augmentation de la température)

- **Hold** = 10 s
- ▶ Débuter l'évaporation de la couche métallique en cliquant sur le bouton **Start**.
 - ✓ L'étuvage libère le tube en graphite de la couche métallique.

7 Élimination des pannes

Dans le cas de la technique d'analyse des hydrures et d'analyse Hg en vapeur froide, il se peut qu'une grande quantité de mousse se forme dans l'échantillon.

- En cas d'échantillon inconnu, testez la formation de mousse.
- Arrêtez immédiatement le processus de mesure si le gaz de transport argon emporte de la mousse jusqu'à la cuvette en quartz.
- Ajoutez quelques gouttes d'agent antimoussant dans les échantillons très moussant : par ex. Dow-Corning DB 110A, agent antimousse à base de silicone ou octanol.

8 Transport et stockage

8.1 Transport

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

Choses à éviter lors du transport :

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

8.1.1 Préparer l'appareil pour le transport



ATTENTION

Tension dangereuse sur le raccord du chauffage de la cuvette

Une tension active dangereuse peut être présente sur le raccord du chauffage de la cuvette.

- Toujours éteindre l'appareil avant de débrancher les câbles de raccordement électrique entre l'appareil et les composants système. Sinon, il existe aussi un risque d'endommager le système électronique sensible.



ATTENTION

Risque de brûlure

La solution de réducteur est très corrosive, car elle contient du borohydrure de sodium et de l'hydroxyde de sodium.

- Lors de la manipulation des solutions corrosives, porter des lunettes de protection et des vêtements de protection.
- Respecter toutes les remarques et spécifications des fiches de données de sécurité.
- Neutraliser les solutions basiques et les éliminer de façon conforme.
- Procéder également avec précaution lors de la manipulation de tuyaux. Ils peuvent en effet contenir des résidus de solution corrosive.

- ▶ Quitter le logiciel de commande et d'analyse et exécuter un nettoyage du système.
 - ✓ Le système Hg/hydrure rince les tuyaux avec de l'eau distillée et les pompe après le retrait de la solution de rinçage pour les vider.
- ▶ Détendre le tuyau de la pompe en desserrant la cassette de tuyau.
- ▶ Éteindre le système Hg/hydrure et l'AAS. Retirer le câble secteur du raccord.
- ▶ Débrancher tous les câbles de raccordement vers l'AAS et l'unité de cuvette.
- ▶ Laisser l'unité de cuvette refroidir.
 - ⚠ ATTENTION ! Risque de brûlure sur l'unité de cuvette.
- ▶ Démonter le tuyau de la cuvette qui raccorde le système Hg/hydrure à l'unité de cuvette dans l'AAS.

- ▶ Retirer la cuvette de l'unité de cuvette.
- ▶ Démonter l'unité de cuvette.
- ▶ Vider et rincer le flacon de réserve.
- ▶ Démonter le récipient de réaction du module Batch avec une rotation.
- ▶ Placer les extrémités ouvertes des tuyaux dans des sachets de protection et les fixer sur l'appareil avec du ruban adhésif.
- ▶ Emballer les accessoires avec précaution. Veiller à ce que les pièces en verre soient emballées dans un emballage résistant aux chocs.
- ▶ Emballer l'appareil et les accessoires dans l'emballage d'origine.
 - ✓ L'appareil est emballé de manière sûre pour le transport.

8.1.2 Déplacement de l'appareil dans le laboratoire



ATTENTION

Risque de blessure lors du transport

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

- Procéder avec précaution lors du déplacement et du transport de l'appareil.

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

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

8.1.3 Renvoyer l'appareil en cas d'entretien

- ▶ Nettoyer toutes les parties de l'appareil de toute contamination biologiquement dangereuse, chimique ou radioactive.
- ▶ Vous recevez un protocole de décontamination du service clientèle lors de la déclaration du retour. Remplir le formulaire et joindre la déclaration de décontamination signée sur l'extérieur de l'expédition.
- ▶ Utiliser uniquement l'emballage d'origine pour l'expédition et mettre la sécurité de transport en place. Si l'emballage d'origine n'est plus disponible, veuillez contacter Analytik Jena ou votre revendeur local.
- ▶ Apposer l'étiquette d'avertissement sur l'emballage :
« **ATTENTION ! APPAREIL ÉLECTRONIQUE FRAGILE !** » doit être apposé sur l'emballage.
- ▶ Joindre une feuille avec les données suivantes :
 - Nom et adresse de l'expéditeur
 - Nom et numéro de téléphone de la personne à contacter en cas de questions
 - Une description détaillée de l'erreur, dans quelles circonstances et dans quelles situations l'erreur se produit.

8.2 Stockage



REMARQUE

Risque de dommages matériels suite aux influences de l'environnement

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

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

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

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

9 Élimination

Ne pas jeter les matières auxiliaires et d'exploitation ni leurs récipients avec les ordures domestiques ; ils ne doivent pas parvenir dans les égouts ni sous terre. Le liquide restant provenant du système Hg/hydrure et du distributeur d'échantillon doit être récolté dans le flacon résistant de 10 L qui fait partie des fournitures livrées avec l'appareil AAS. Pour la mise au rebut des produits restants, observer les consignes correspondantes.

L'appareil doit être éliminé avec ses composants électroniques dès l'expiration de la durée de vie de l'appareil selon les règles en vigueur sur les déchets électroniques.

10 Spécifications

10.1 Caractéristiques techniques

Caractéristiques générales	Désignation/type	HS 55
	Dimensions (l x H x P)	360 x 370 x 240 mm
	Masse	14 kg
Données de procédé	Mode de fonctionnement	Mode Batch (discontinu)
	Éléments pouvant être déterminés	As; Bi; Hg; Sb; Se; Sn; Te
	Techniques (en fonction de la configuration)	<ul style="list-style-type: none"> ■ Technique d'analyse des hydrures ■ Technique d'analyse du Hg en vapeur froide sans enrichissement ■ Technique d'analyse du Hg en vapeur froide avec enrichissement ■ Technique HydrEA
	Réducteur	<p>NaBH₄ 1,0 % avec NaOH 0,3 %</p> <p>Ou bien : SnCl₂ 2 ... 5 % (uniquement pour la détermination du mercure)</p>
Principaux groupes de fonction	Unité de cuvette	<p>Chauffage : électrique, stabilité de la température : ±10 °C</p> <p>Température pour les éléments générant les hydrures : 600 ... 950 °C</p> <p>Température du Hg : température ambiante ou 150 °C</p>
	Cuvettes d'absorption	<p>Cuvette en quartz à fenêtres de quartz amovibles : Longueur 140 mm, diamètre intérieur 15 mm</p> <p>Cuvette à mercure (option) : Longueur 200 mm</p>
	Pompe tubulaire à 1 canal	<p>Transport du réducteur</p> <p>Tuyau en isoprène diamètre intérieur = 2,06 mm, vitesse de la pompe : réglable à 4 niveaux</p>
	Unité de réaction	Module Batch : Récipient PTFE à fond de forme conique
	Hg Plus Upgrade Modul (option)	<p>Collecteur en or : avec alliage or-platine 0,5 g AuPt en tant que filet à mailles serrées</p> <p>Température de chauffage : 630 °C, régulée</p> <p>Refroidissement : ventilateur axial</p>
	Distribution des échantillons	Distributeur d'échantillons technologie par tube graphite AS-GF

Alimentation en gaz	Gaz, pureté	Argon 5.0
	Pression d'entrée	600 kPa
	Pression de travail	150 kPa
	Débit de gaz	<ul style="list-style-type: none"> ■ Gaz de rinçage : 15 l/h ■ Gaz de transport : 6 l/h, 25 l/h, 31 l/h
Caractéristiques électriques	Tension	En fonction du module de base : 220 ... 230 V ou 100 ... 110 V
	Fréquence	50/60 Hz
	Protection	Cartouches de fusibles G (5 x 20 mm) F1/F2 <ul style="list-style-type: none"> ■ T 3,15 A H pour 220 ... 230 V ■ T 6,3 A H pour 100 ... 110 V
	Puissance absorbée (lors du chauffage)	650 VA
	Puissance absorbée (lors d'un fonctionnement de longue durée)	400 VA
	Interfaces vers l'AAS	Alimentation électrique "input 5 V/24 V" Interface "AAS/RS 232"
	Conditions ambiantes	Température d'exploitation
Humidité relative		≤90 % avec 30 °C
Température de stockage		-40 ... +50 °C
Altitude d'utilisation maximale recommandée		2000 m (au-dessus du niveau de la mer)

10.2 Normes et directives

Classe et type de protection	L'appareil est affecté à la classe de protection I. L'appareil a le type de protection IP 20.
Sécurité de l'appareil	<p>L'appareil répond aux normes de sécurité</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ EN 61010-1 ■ L'appareil a le degré de salissure 2 et la catégorie de surtension II.
Compatibilité CEM	L'appareil a été soumis à des tests établissant son déparasitage et sa résistance aux perturbations. Elle est conforme aux exigences de la norme EN 61326-1.
Directives de l'UE	<p>L'appareil répond aux exigences conformément à la directive 2011/65/EU.</p> <p>L'appareil est monté et testé conformément aux normes qui respectent les exigences des directives de l'UE 2014/35/EU et 2014/30/EU. À sa sortie d'usine, l'appareil est en parfait état de fonctionnement et bénéficie d'une parfaite sécurité technique. Pour conserver le bon état de l'appareil et assurer son fonctionnement sans danger, l'utilisateur doit respecter les consignes de sécurité et de travail figurant dans les manuels d'utilisation. Pour les accessoires et les composants système fournis par d'autres fabricants, ce sont leurs manuels d'utilisation qui prévalent.</p>

Directives pour la Chine

L'appareil contient des substances réglementées (conformément à la directive GB/T 26572-2011). En cas d'utilisation de l'appareil conformément à l'usage prévu, la société Analytik Jena garantit que ces substances ne s'échapperont pas dans les 25 prochaines années et que pendant cette période, elles ne constituent pas un risque pour l'environnement et la santé.

11 Aperçu des révisions

Version	Date d'effet	Modifications
A	2019-09	1re Version Remarque : Nouvelle désignation de version après l'introduction du Document Management System (A, B, ...)
B	2021-01	Changement de la forme juridique de l'entreprise
C	2021-11	<ul style="list-style-type: none">■ Installation sur les modèles d'appareil AAS actuels■ Inclusion du document dans le système de rédaction

Table des illustrations

Fig. 1	Système Hg/hydrure avec appareil AAS.....	15
Fig. 2	Vue avant avec modules principaux.....	16
Fig. 3	Schéma fonctionnel	17
Fig. 4	Module Batch	18
Fig. 5	Collecteur en or	19
Fig. 6	Représentation graphique : Voie de gaz et déroulement de la mesure.....	21
Fig. 7	Cuvette en quartz pour la technique d'analyse des hydrides.....	23
Fig. 8	Cuvette à mercure (en quartz, forme de tulipe)	23
Fig. 9	Unité de cuvette avec cuvette en quartz	24
Fig. 10	Broche de sécurité sur la plaque du four.	24
Fig. 11	Logement et unité de cuvette pour système Hg/hydrure	25
Fig. 12	Système Hg/hydrure installé sur l'AAS.....	26
Fig. 13	Raccords sur le côté droit de l'appareil.....	27
Fig. 14	Câblage pour le mode de fonctionnement « Hydrure »/« Hg sans enrichissement »	28
Fig. 15	Câblage pour le mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement »	28
Fig. 16	Câblage pour le mode de fonctionnement « Hydrure »/« Hg sans enrichissement »	29
Fig. 17	Câblage pour le mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement »	30
Fig. 18	Raccords sur le côté droit de l'appareil.....	35
Fig. 19	Collecteur en or	44