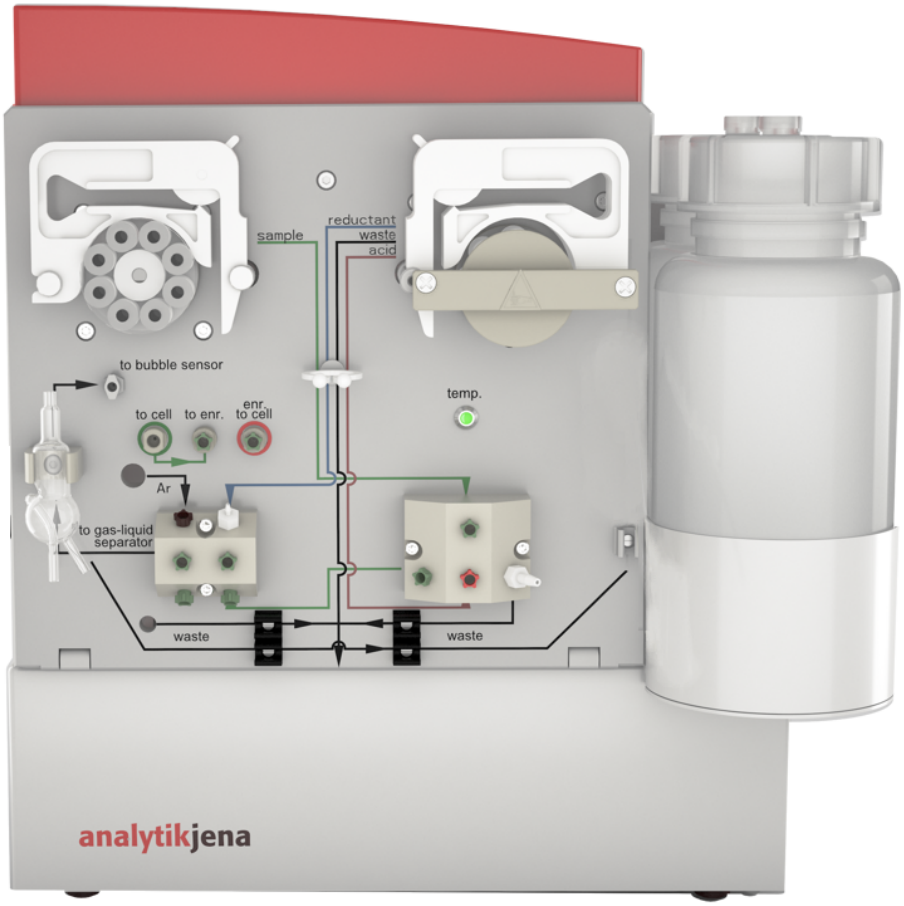
analytikjena
An Endress+Hauser Company

Manuel d’utilisation

HS 60 (Injection liquide)
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 9
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 12
3 Structure et fonction 13
3.1 Fonction et principe de mesure 13
3.2 Structure 14
3.2.1 Pompe à échantillon et à composants 18
3.2.2 Groupe de 2 valves 19
3.2.3 Réacteur 20
3.2.4 Séparateur gaz-liquides 21
3.2.5 Sécheur de membrane du tuyau 21
3.2.6 Détecteur de bulles à soupape de commutation 22
3.2.7 Groupe de 4 valves pour le contrôle du gaz 22
3.2.8 Hg Plus Upgrade Modul (option) 22
3.2.9 Plaque signalétique 23
3.3 Déroulement de la mesure 23
4 Installation et mise en service 26
4.1 Installer la technique d'analyse des hydrures et d'analyse Hg 26
4.1.1 Installer l'unité de cuvette 26
4.1.2 Installer le système Hg/hydride sur l'AAS 29
4.1.3 Commuter entre les modes de fonctionnement 33
4.2 Remplacer le Hg Plus Upgrade Modul 34
4.3 Installer la technique HydrEA 35
4.3.1 Préparer le système d'analyse pour la technique HydrEA 36
4.3.2 Revêtement du tube en graphite 36
4.3.3 Installer le système Hg/hydride sur l'AAS 38
4.3.4 Ajuster le distributeur d'échantillons Graphite avec la canule en titane 40
5 Utilisation 42
5.1 Préparation des matières d'exploitation et des solutions étalons 42
5.2 Mise en marche et arrêt de l'appareil 44
6 Maintenance et entretien 46
6.1 Aperçu de la maintenance 46

6.2 Remplacement des fusibles ... 46
6.3 Nettoyer la cuvette et les fenêtres de la cuvette ... 47
6.4 Contrôler et remplacer les tuyaux de la pompe ... 48
6.5 Remplacement d'une section de tuyau ... 50
6.6 Nettoyer ou remplacer le réacteur ... 50
6.7 Nettoyer le séparateur gaz-liquides ... 52
6.8 Remplacer le sécheur de tuyaux ... 54
6.9 Remplacer le collecteur en or ... 54
6.10 Maintenance de la technique HydrEA ... 56
6.10.1 Nettoyer le tube graphite avec revêtement ... 56
6.10.2 Évaporer la couche d'iridium ou d'or ... 56

7 Élimination des pannes ... 57

8 Transport et stockage ... 58

8.1 Transport ... 58
8.1.1 Préparer l'appareil pour le transport ... 58
8.1.2 Déplacement de l'appareil dans le laboratoire ... 59
8.1.3 Renvoyer l'appareil en cas d'entretien ... 59
8.2 Stockage ... 60

9 Élimination ... 61

10 Spécifications ... 62

10.1 Caractéristiques techniques ... 62
10.2 Normes et directives ... 64

11 Aperçu des révisions ... 65

1 Informations de base

1.1 Concernant ce manuel d'utilisation

Contenu

Ce manuel d'utilisation décrit le système Hg/hydride HS 60.

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/hydride 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 e brancher et débrancher le câble de raccordement.
	Avertissement contre les risques d'écrasement	Sur la pompe à composants : Il existe un risque d'écrasement, principalement pour les mains, au niveau de la pompe à composants. Durant le fonctionnement, maintenir une distance de sécurité.
	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.

Symboles d'obligation / symboles d'avertissements	Signification	Remarque
	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 le tuyau et la pompe de dosage afin d'éviter toute projection de solution d'agent réducteur. Ces solutions sont corrosives, dangereuses pour la santé et peuvent attaquer les vêtements.
- Retirez les flacons de réserve d'agent réducteur et d'acide. Videz les bouteilles 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 sec-

teur 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.
- L'acide chlorhydrique (Hcl) concentré et dilué est très corrosif.

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/hydride 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/hydride

Système Hg/hydride	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/hydride. La solution d'agent réducteur est dosée automatiquement par une pompe tubulaire à 1 canal.
HS 60	Système Hg/hydride pour fonctionnement en injection de flux avec unité de cuvette à chauffage électrique

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

Tous les systèmes Hg/hydride 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/hydride 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	Couplage des systèmes Hg/hydride avec le tube en graphite AAS pour l'analyse des ultra-traces des éléments générant les hydrures et le mercure. La distribution des échantillons vers l'AAS doit impérativement être effectuée avec un distributeur d'échantillons AS-GF.

Vous pouvez compléter ces accessoires et modules en mains propres.

3.2 Structure

Le système Hg/hydride 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/hydride peut être combiné aux appareils AAS suivants :
- ZEEnit 700 P, ZEEnit 700 Q, ZEEnit 650 P
- Série contrAA 800
- Série novAA 800, novAA 350i

Concernant l'utilisation de systèmes Hg/hydride 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.

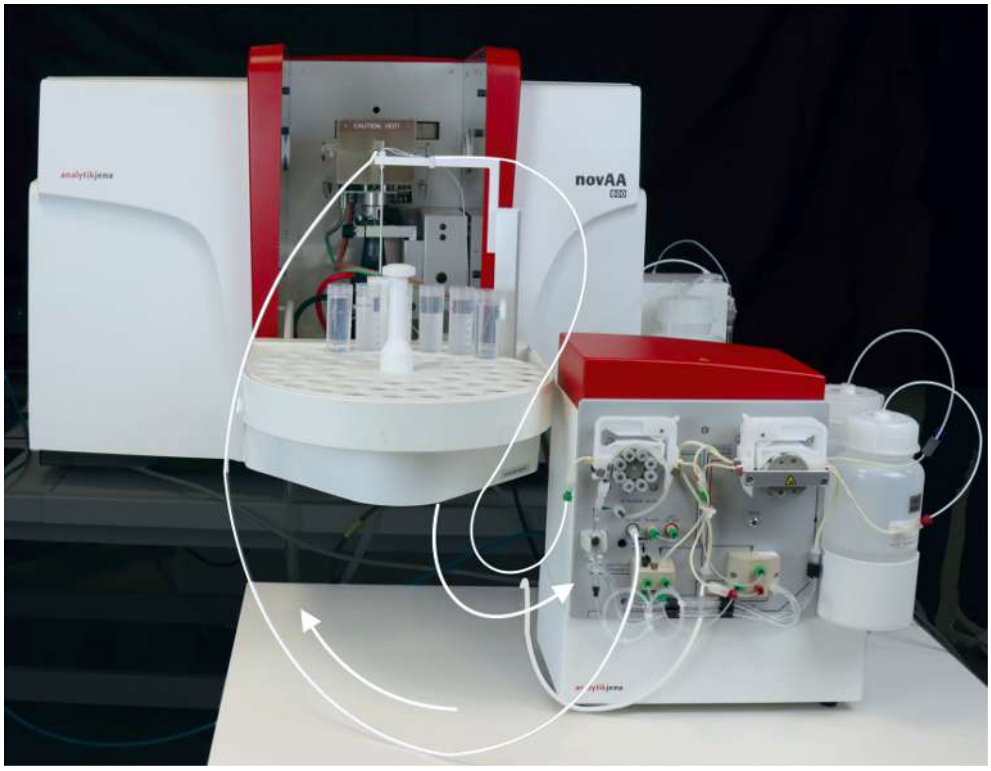


Fig. 1 Système Hg/hydride avec appareil AAS et distributeur d'échantillons Flamme

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

- Pompe tubulaire à 1 canal pour le transport de l'échantillon
- Pompe tubulaire à 3 canaux pour le transport des déchets, du réducteur et de l'acide
- Groupe de 2 valves pour une commutation de l'acide à l'échantillon
- Réacteur avec boucle de réaction
- Séparateur gaz-liquides pour la séparation des produits de réaction gazeux des liquides restants

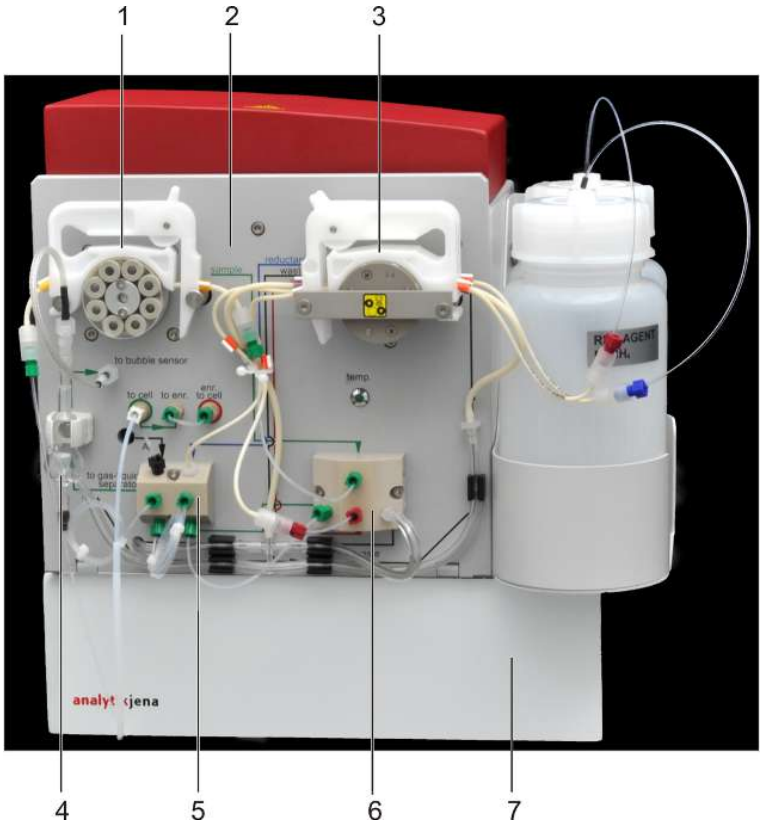


Fig. 2 Vue avant avec modules principaux

1 Pompe à échantillon (pompe tubulaire à 1 canal)
2 Module de fonction à injection de flux
3 Pompe à composants (pompe tubulaire à 3 canaux)
4 Séparateur gaz-liquides
5 Réacteur
6 Groupe de 2 valves
7 Module de base

Tous les modules importants ainsi que les tuyaux de la pompe et de raccordement sont disposés sur la plaque avant du module de fonction. Les tuyaux sont faciles à atteindre et peuvent être remplacés par l'utilisateur. Le tracé des lignes colorées sur la plaque avant désigne le câblage et facilite ainsi les travaux de maintenance.

On trouve également sur le côté droit de l'appareil les flacons de réserve du réducteur et de l'acide dilué disposés dans un support de fixation. C'est à cet endroit que se trouvent également les raccords électriques.

On trouve les éléments suivants à l'intérieur du module de fonction :
- Détecteur de bulles à soupape de commutation permettant de vérifier l'absence d'humidité dans le gaz de réaction
- Groupe de 4 valves destiné à l'alimentation de gaz

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 (continuous) »/« Hg without enrichment (contin.) » et « Hg with enrichment (contin.) », modifiez uniquement le câblage au niveau de la plaque avant.

La pompe tubulaire à 1 canal pompe la solution d'échantillon. La pompe tubulaire à 3 canaux transporte l'acide, le réducteur et la solution de déchets. Le groupe de 2 valves connecte au choix l'échantillon ou l'acide au réacteur et respectivement l'autre composant à la sortie déchets.

L'échantillon et le réducteur se rencontrent dans le réacteur. L'échantillon est réduit et des hydrures métalliques gazeux ou de la vapeur atomique de mercure est libérée. 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 saisit les produits de réaction gazeux et les transporte vers le séparateur gaz-liquides. Là, les phases gazeuse et liquide sont séparées l'une de l'autre.

- Phase gazeuse : hydrures métalliques ou vapeur de mercure, argon et hydrogène
- Phase liquide : solution d'échantillon aqueuse avec les sels dissous

La pompe tubulaire à 3 canaux pompe la phase liquide séparée.

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.

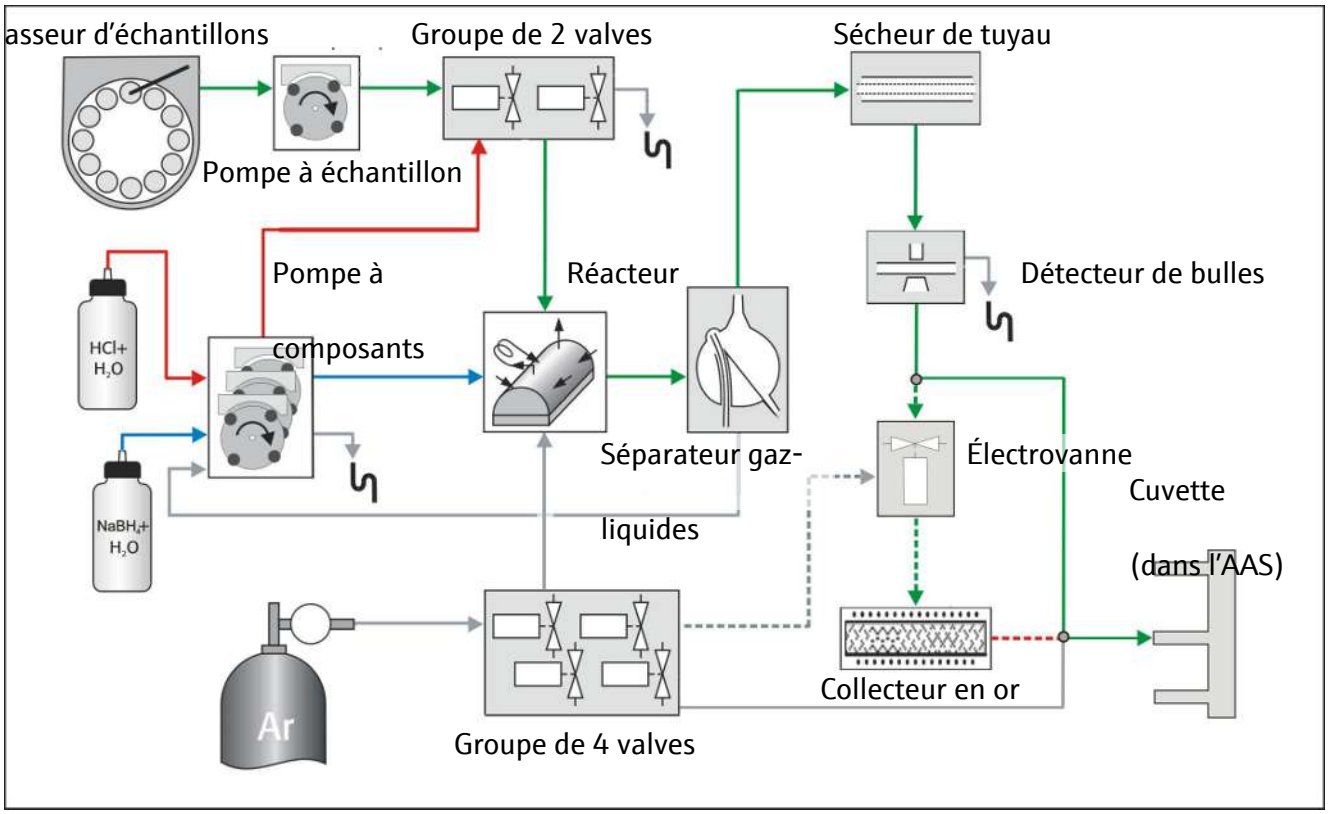


Fig. 3 Schéma fonctionnel

Le système Hg/hydride 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/hydride avant la distribution d'échantillon suivante.

3.2.1 Pompe à échantillon et à composants

Les deux pompes tubulaires sont équipées de cassettes Snap-in réglables. Les pompes transportent l'échantillon et les composants (réducteur, acide, déchets).

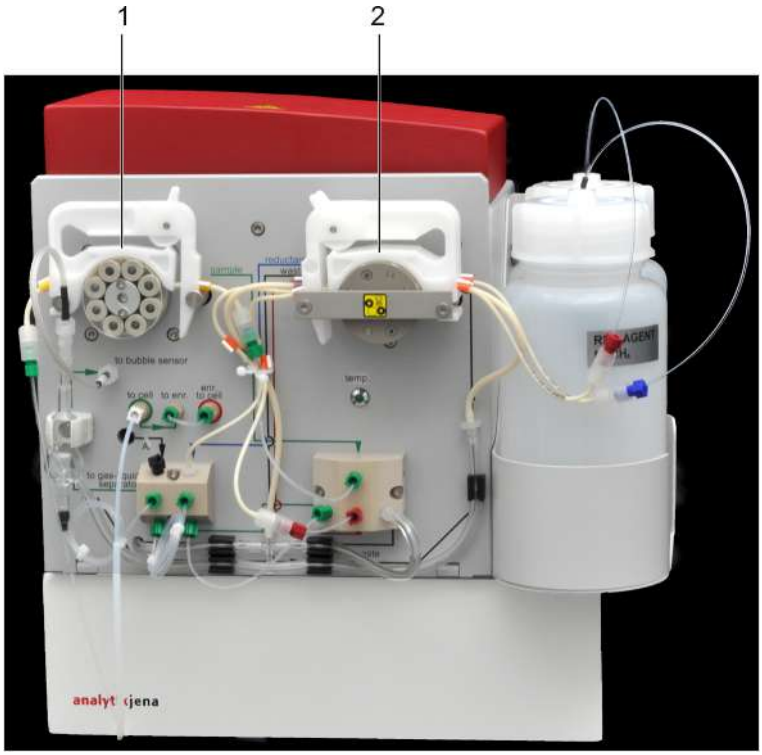


Fig. 4 Pompes tubulaires

1 Pompe à échantillon (pompe tubulaire à 1 canal)

2 Pompe à composants (pompe tubulaire à 3 canaux)

La pompe à échantillon est une pompe tubulaire à 1 canal. Elle est équipée d'un tuyau en ismaprène avec un diamètre intérieur de 1,42 mm. La pompe transporte l'échantillon à 4 vitesses différentes qui peuvent être sélectionnées avec un débit de 4 ... 11 ml/min. La pompe à échantillon ne fonctionne qu'au cours de la période de charge et du temps de réaction.

La pompe à composants est une pompe tubulaire à 3 canaux. La pompe transporte l'acide et le réducteur avec les canaux avant et arrière. Elle pompe la phase liquide hors du séparateur gaz-liquides via le canal central.

La pompe à composants fonctionne pendant l'ensemble du cycle de mesures d'hydrures métalliques et de mercure sans enrichissement avec une vitesse constante.

En cas de mesures de mercure avec enrichissement, la pompe ne fonctionne qu'au début du cycle de mesure jusqu'à la période de rinçage 1 avec une vitesse constante. Pendant la phase de réaction, le système Hg/hydride adapte la vitesse de la pompe sur la pompe d'échantillon. La pompe transporte le réducteur et l'acide avec un débit de 1 ... 7 ml/min.

Aperçu des tuyaux de la pompe

Fonction	Couleur du butoir	Diamètre intérieur ID
Pompe tubulaire à 3 canal		
Tuyau du réducteur	orange-orange	0,89 mm
Tuyau d'acide	orange-orange	0,89 mm
Tuyau de pompage	violet-violet	2,06 mm
Pompe tubulaire à 1 canal		
Tuyau d'échantillon	jaune-jaune	1,42 mm

3.2.2 Groupe de 2 valves

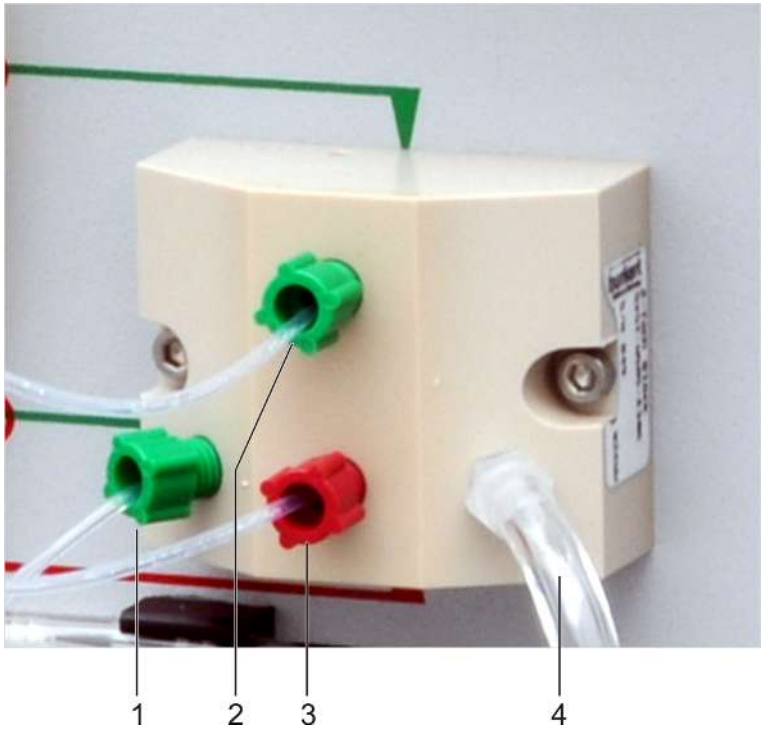


Fig. 5 Groupe de 2 valves

1 Échantillon vers le réacteur
2 Échantillon vers la pompe à échantillon
3 Acide vers la pompe à composants
4 Sortie vers les déchets

Le groupe de 2 valves se compose de deux électrovannes inertes sur un corps de base en PEEK. Le groupe de valves raccorde le flux d'échantillon au réacteur et l'acide aux déchets au cours de la phase de réaction. En mode de fonctionnement Standard, l'acide s'écoule vers le réacteur. Dans ce réglage et avec la pompe à échantillon activée, l'échantillon s'écoule vers les déchets.

3.2.3 Réacteur

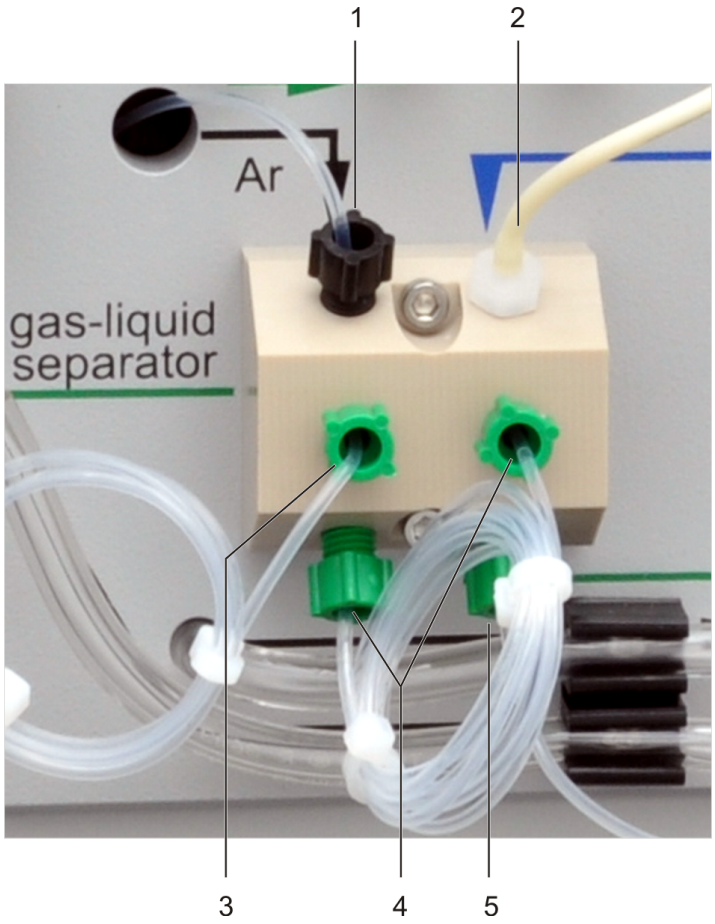


Fig. 6 Réacteur

1 Entrée du gaz inerte argon
2 Entrée du réducteur
3 Sortie des produits de réaction vers le séparateur gaz-liquides
4 Raccords du pont à tuyaux, tuyau du réacteur
5 Entrée d'échantillon (ou de l'acide)

L'échantillon ou l'acide et le réducteur se rencontrent dans le réacteur en PEEK à un angle de 120°. La réaction se déroule dans le tuyau du réacteur. Pendant la réaction, des hydrures métalliques gazeux ou des particules de mercure sont générées. Le tuyau du réacteur en MFA mesure 0,75 m et est enroulé. Son diamètre intérieur est de 1 mm. L'argon et les produits de réaction se rencontrent dans le réacteur à un angle de 120° et s'écoulent à 60°.

3.2.4 Séparateur gaz-liquides

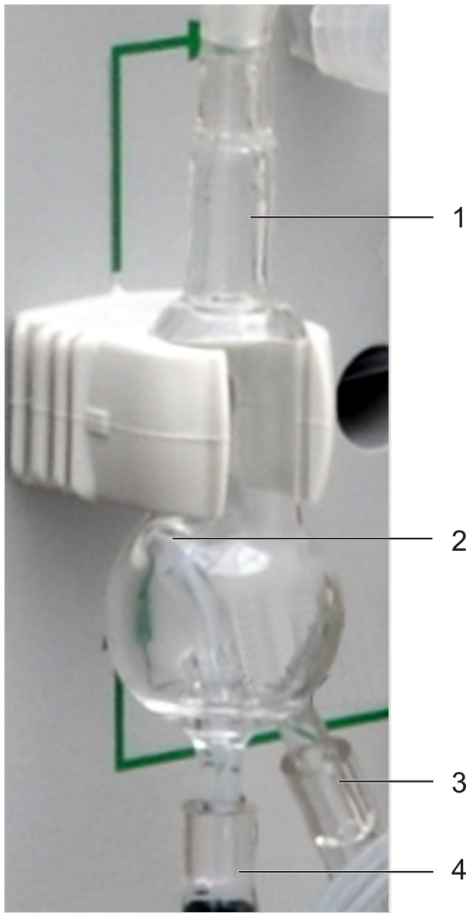


Fig. 7 Séparateur gaz-liquides

1 Sortie du gaz de réaction
2 Protubérance
3 Sortie de déchets liquides
4 Entrée du gaz de réaction

Le séparateur gaz-liquides en verre de type Duran se caractérise par son volume mort réduit. Les produits de réaction sont introduits par le bas. Le tuyau débouche dans une protubérance en forme de demi-sphère. Là, la formation de bulles est fortement réduite, même en cas d'échantillons moussants. Les produits de réaction gazeux sortent par le haut grâce à l'argon, le gaz porteur. Les liquides restants se rassemblent au fond du séparateur gaz-liquides et sont pompés par la pompe à composants;

3.2.5 Sécheur de membrane du tuyau

Le gaz de réaction est séché dans le sécheur de membrane du tuyau par échange d'humidité avec l'air environnant. Ainsi, le sécheur retire l'humidité résiduelle du gaz de mesure. Le sécheur de tuyau relie le séparateur gaz-liquides au détecteur de bulles.

Il existe différents types de sécheurs de membrane de tuyau pour l'analyse du mercure et des hydrures métalliques : Type "Hg" et type "Hy".

3.2.6 Détecteur de bulles à soupape de commutation

Le détecteur de bulles réagit aux plus petites bulles et gouttes. Le liquide provoque une modification de l'indice de réfraction dans le tuyau en MFA. Lorsque la cellule photo-électrique détecte une modification de l'indice de réfraction, l'électrovanne suivante raccorde le flux de gaz aux déchets. L'électrovanne empêche ainsi que l'humidité pénètre dans les tuyaux qui conduisent vers l'atomiseur de l'appareil AAS et le collecteur en or.

3.2.7 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 20 l/h ■ en tant que débit de gaz direct vers la cuvette. Le débit de gaz rince la cuvette en cas de procédé FBR une fois que le niveau maximum d'absorption a été atteint.
Soupapes MV3/MV4	Flux de gaz F3 avec débit 6 l/h et flux de gaz F4 avec 25 l/h ■ 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 réacteur ou au collecteur en or pour évacuer le mercure libéré. La pression de gaz appliquée est surveillée en permanence par un manostat.

3.2.8 Hg Plus Upgrade Modul (option)

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

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/hydride prépare le collecteur en or pour la mesure suivante.

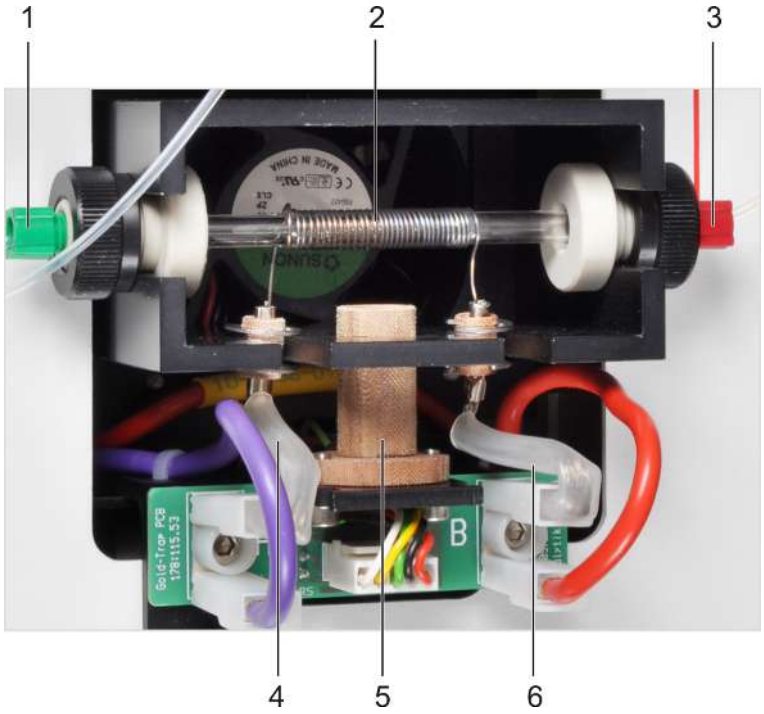


Fig. 8 Collecteur en or

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

3.2.9 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

La première mesure d'un échantillon ou d'une solution étalon commence avec la phase de charge. La pompe à échantillon charge le trajet de l'échantillon jusqu'au groupe de 2 valves avec l'échantillon. La phase de charge est supprimée pour les mesures répétées.

Pendant l'ensemble du déroulement de la mesure, la pompe à composants transporte les réactifs.

Après une période d'attente, le logiciel définit la valeur nulle (AZ = Auto Zéro). Pendant la période d'attente, des conditions constantes peuvent être obtenue dans la cuvette pour un débit de gaz constant.

Ensuite, le groupe de 2 valves valide le passage de l'échantillon vers le réacteur. La pompe à échantillon est en cours de fonctionnement. La mesure démarre avec le début de la réaction.

Le débit de rinçage démarre après une légère temporisation : Le gaz porteur argon rince les hydrures métalliques et le mercure élémentaire vers le spectromètre d'absorption atomique. De la vapeur atomique se forme dans la cuvette en quartz ou dans le four à tube graphite. Les hydrures métalliques se décomposent à nouveau par des processus de collision sur des surfaces chaudes.

Déroulement de la mesure avec enrichissement

Avant la distribution des échantillons vers l'AAS, le système Hg/hydride enrichit le mercure 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/hydride prépare le collecteur en or pour la mesure suivante.

Déroulement de la mesure avec FBR

Le procédé FBR (Fast Baseline Return) est adapté pour la détermination du mercure sans enrichissement. Dès que le signal du mercure dépasse un seul maximal, le système Hg/hydride rince la cuvette avec un débit de gaz élevé. Ainsi, le signal diminue pour revenir rapidement à la ligne de base.

Le même débit de gaz élevé s'écoule pendant la période d'attente Auto Zéro. Le débit de gaz élevé crée les mêmes conditions pour la mesure de la valeur nulle que pour l'interruption de signal ultérieur.

Rinçage du système

Le rinçage du système peut être effectué à différents moments :

- après chaque mesure d'échantillon
- en tant qu'action dans le tableau des échantillons
- uniquement en cas de dépassement des concentrations

En fonction de la présélection, le rinçage du système n'est réalisé qu'avec de l'acide dilué ou avec du réducteur et de l'acide.

Lors du rinçage à l'acide, le tuyau de prélèvement d'échantillon du distributeur d'échantillons est plongé dans la coupelle de rinçage. Le distributeur d'échantillons pompe l'acide du flacon de réserve dans la coupelle de rinçage. En cas de travail manuel, le logiciel vous invite à plonger le tuyau de prélèvement d'échantillon dans un flacon contenant de l'acide.

Le rinçage à l'aide d'un réducteur et d'acide dilué commence toujours par le réducteur. Pour ce faire, préparez un récipient avec un système de réducteur sur le distributeur d'échantillons. En mode manuel, plongez le tuyau de prélèvement dans un flacon de réserve contenant du réducteur.

Après le rinçage avec du réducteur, il peut se produire un temps d'action qui va durer de quelques secondes à quelques minutes. Ce n'est qu'après que le système procède à un rinçage à l'acide.

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/hydride.

Option	Description
Load time	La pompe à échantillon à besoin de cette période pour remplir le trajet d'aspiration jusqu'au groupe de 2 valves avec l'échantillon. L'échantillon en excès est évacué en tant que déchet. Cette période est uniquement utilisée pour la première mesure d'un nouvel échantillon.
Reaction time	Pendant cette période, la pompe à échantillon pompe l'échantillon dans le réacteur. Cette période est le paramètre décisif pour la quantité d'échantillon alimenté et la sensibilité de la mesure.
AZ wait time	Période immédiatement avant la compensation de la ligne de base (AZ = Auto Zéro)

Option	Description
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.

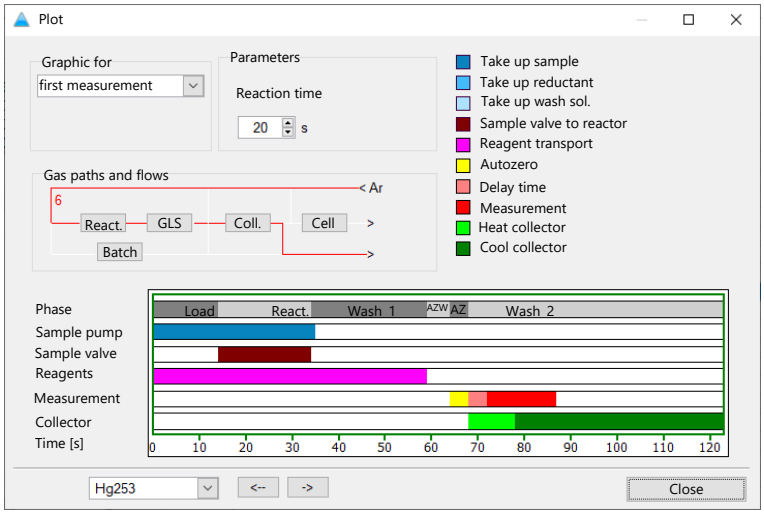


Fig. 9 Représentation graphique : Voie de gaz et déroulement de la mesure

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/hydride et l'appareil AAS. Vous pouvez installer vous-même le système Hg/hydride 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. 10 Cuvette en quartz pour la technique d'analyse des hydrures

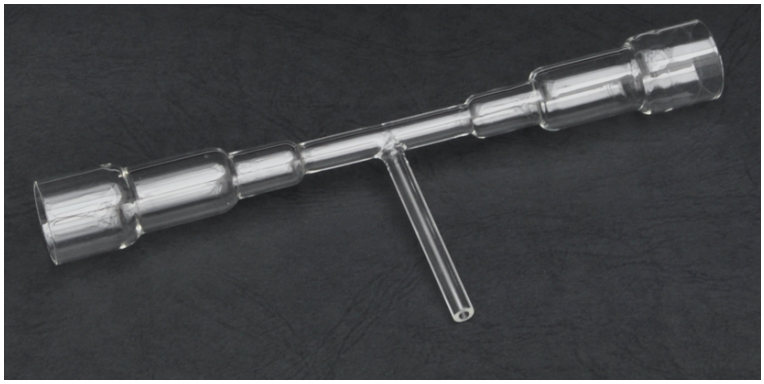


Fig. 11 Cuvette à mercure (en quartz, forme de tulipe)

- 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/hydride sur la tubulure centrale de la cuvette. Le raccord du tuyau à gaz sur le système Hg/hydride 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/hydride sur la tubulure centrale de la cuvette. Le raccord du tuyau à gaz sur le système Hg/hydride porte le marquage "to cell".

  ✓ L'unité de cuvette est installée dans l'appareil AAS.

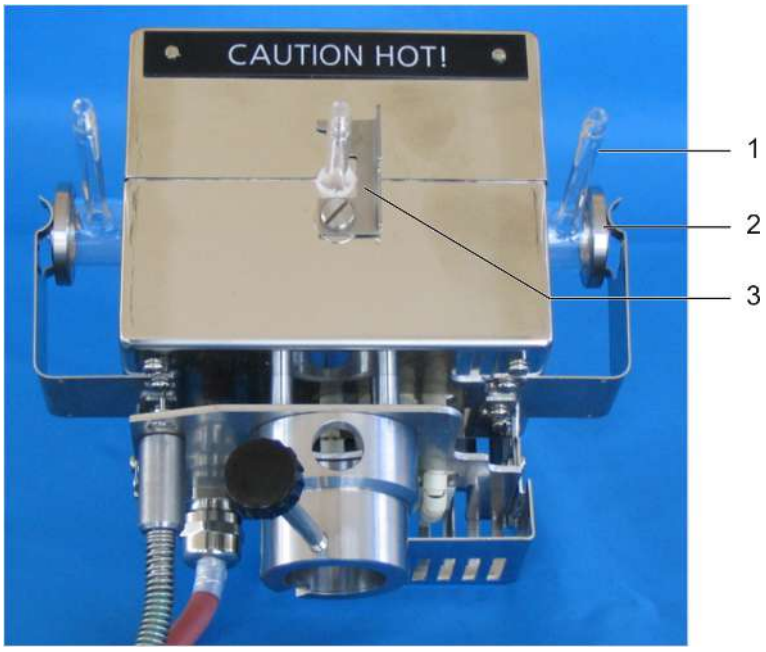


Fig. 12 Unité de cuvette avec cuvette en quartz

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/hydride.

- 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.

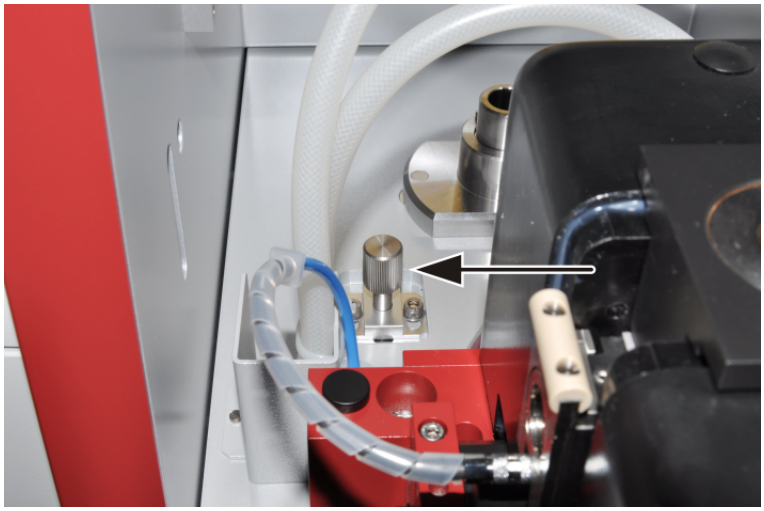


Fig. 13 Broche de sécurité sur la plaque du four.

- 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.

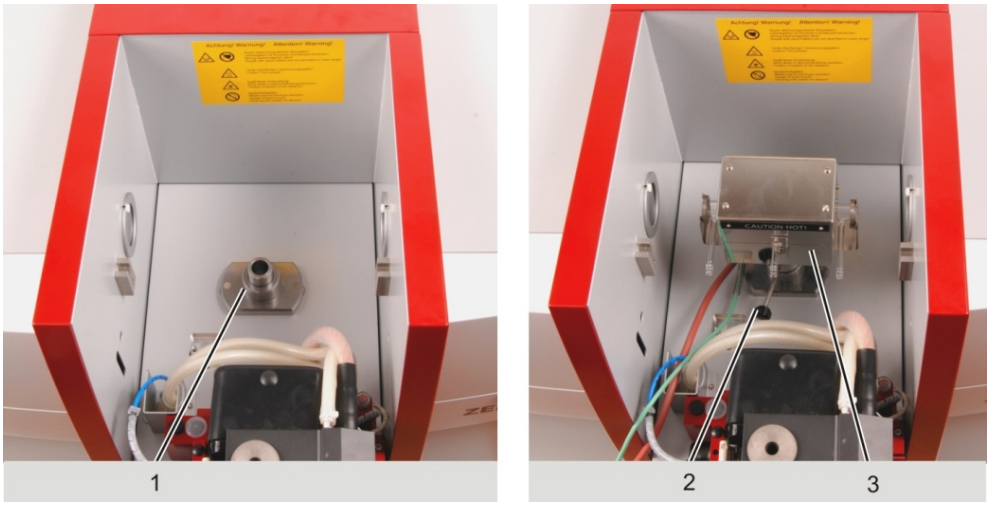


Fig. 14 Logement et unité de cuvette pour système Hg/hydride

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/hydride 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.

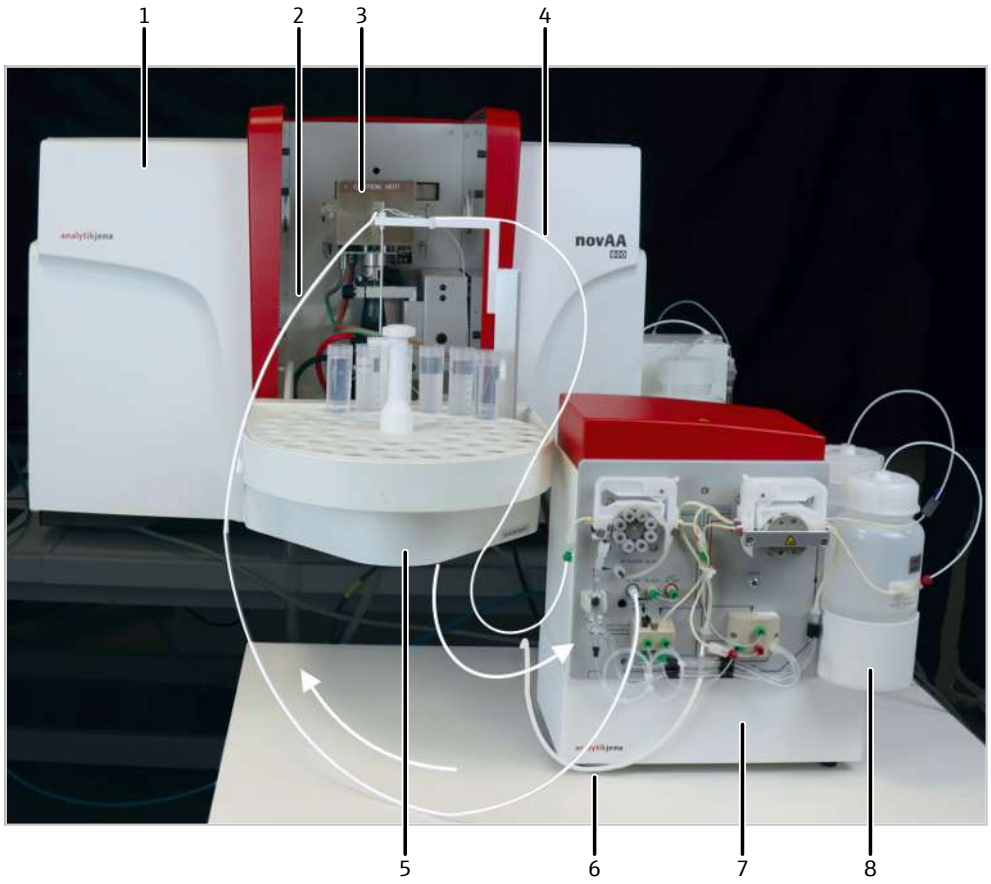


Fig. 15 Système Hg/hydride installé sur l'AAS

1 Appareil AAS
2 Tuyau de gaz vers la cuvette
3 Unité de cuvette
4 Tuyau du distributeur d'échantillons vers le système Hg/hydride
5 Distributeur d'échantillons Flamme
6 Tuyau d'évacuation
7 Système Hg/hydride (module de base)
8 Flacons de réserve réducteur, acide

- Poser le système Hg/hydride à droite de l'appareil AAS ou sur une table à côté de l'appareil AAS.
- Accrocher le distributeur d'échantillons Flamme (AS-F ou AS-FD) dans le compartiment à échantillons. Ou bien : Poser le distributeur d'échantillons à côté du système Hg/hydride.

Raccordement électrique et interfaces

- Raccorder électriquement l'unité de cuvette au système Hg/hydride.
  - 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/hydride.
- 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/hydride.
  - Raccorder la fiche verte et ronde « AS » du câble le plus épais sur la prise à l'arrière du distributeur d'échantillons Flamme.

– 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/hydride.

Fig. 16 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 sécheur de tuyaux : Type "Hy" pour la technique d'analyse des hydrures ou type"Hg" pour la détermination du mercure.
- Raccorder le sécheur de tuyau sur la sortie supérieure du séparateur gaz/liquides et sur le raccord "to bubble sensor" de la plaque avant.
- Raccorder le tuyau de la cuvette au raccord "to cell" (vers la cuvette).
- Fermer le pont à tuyaux entre les sorties "to enr." et "enr. to cell" (ou laisser ouvert).
- Si cela n'a pas encore été effectué : glisser l'autre extrémité du tuyau de la cuvette sur la tubulure centrale de la cuvette.

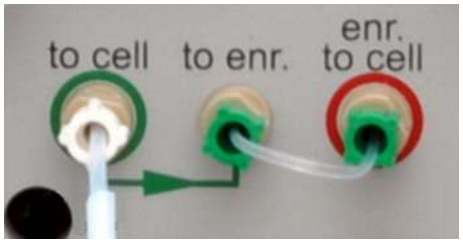


Fig. 17 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hydride »/« Hg sans enrichissement »

Mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement »

- Sélectionner le sécheur de tuyau type "Hg".
- Raccorder le sécheur de tuyau sur la sortie supérieure du séparateur gaz/liquides et sur le raccord "to bubble sensor" de la plaque avant.
- Fermer le pont à tuyaux entre les raccords "to cell" et "to enr." (to enrichment – vers l'enrichissement).
- Relier le tuyau de la cuvette au raccord "enr. to cell".
- Si cela n'a pas encore été effectué : glisser l'autre extrémité du tuyau de la cuvette sur la tubulure centrale de la cuvette.

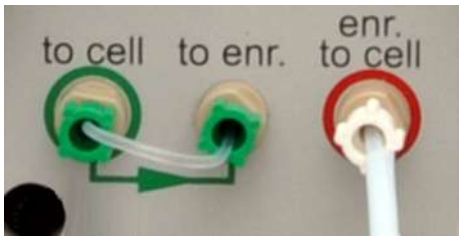


Fig. 18 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement »

Transport des composants

- Insérer le tuyau d'évacuation sur la tubulure libre du connecteur en croix. Enfiler l'autre extrémité du tuyau dans l'orifice du couvercle du flacon de déchets.
- Remplir les flacons de réserve avec du réducteur et de l'acide dilué.
- Relier le tuyau de prélèvement du réducteur (à vis creuse bleue) au tuyau de la pompe du réducteur (cassette arrière du tuyau) et le plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve du réducteur.
- Relier le tuyau de prélèvement de l'acide (à vis creuse rouge) au tuyau de la pompe de l'acide (cassette avant du tuyau) et le plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve de l'acide.
- Relier le tuyau de prélèvement de l'échantillon (à vis creuse verte) au tuyau de la pompe de l'échantillon (de la pompe tubulaire à 1 canal). Enfiler à travers l'onglet sur le bras du distributeur d'échantillons et enfoncer dans la canule la plus fine.
- Accrocher les cassettes à tuyau des deux pompes tubulaires. Régler le levier à cran de sorte que les solutions soient transportées de façon uniforme.
- Installer le distributeur d'échantillons Flamme conformément au manuel d'utilisation de l'appareil AAS.
  - ✓ Le système Hg/hydride 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 sécheur de tuyaux : Type "Hy" pour la technique d'analyse des hydrures ou type"Hg" pour la détermination du mercure.
- Raccorder le sécheur de tuyau sur la sortie supérieure du séparateur gaz/liquides et sur le raccord "to bubble sensor" de la plaque avant.
- Raccorder le tuyau de la cuvette au raccord "to cell" (vers la cuvette).
- Fermer le pont à tuyaux entre les sorties "to enr." et "enr. to cell" (ou laisser ouvert).
- Si cela n'a pas encore été effectué : glisser l'autre extrémité du tuyau de la cuvette sur la tubulure centrale de la cuvette.

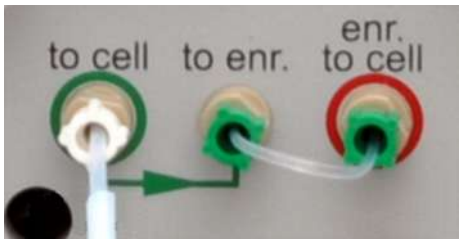


Fig. 19 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hydride »/« Hg sans enrichissement »

Mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement »

- Sélectionner le sécheur de tuyau type "Hg".
- Raccorder le sécheur de tuyau sur la sortie supérieure du séparateur gaz/liquides et sur le raccord "to bubble sensor" de la plaque avant.
- Fermer le pont à tuyaux entre les raccords "to cell" et "to enr." (to enrichment – vers l'enrichissement).
- Relier le tuyau de la cuvette au raccord "enr. to cell".
- Si cela n'a pas encore été effectué : glisser l'autre extrémité du tuyau de la cuvette sur la tubulure centrale de la cuvette.

Fig. 20 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

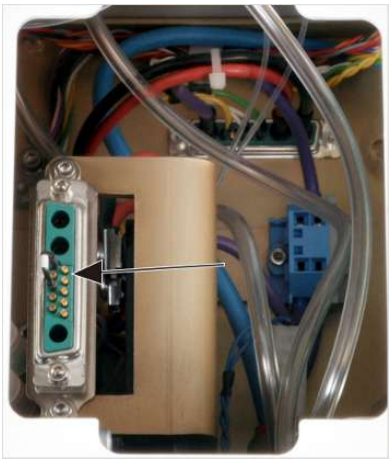
Risque de choc électrique

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

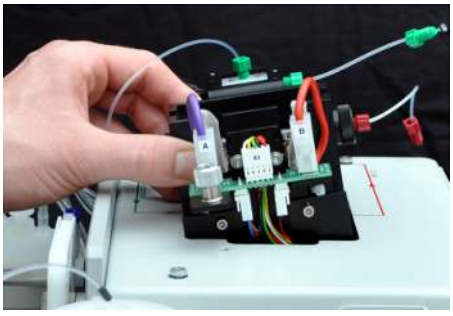
- Avant la transformation : Éteindre le système Hg/hydride et l'AAS.
- Débrancher la fiche de secteur du raccord.
- Débrancher tous les câbles de raccordement vers l'AAS et l'unité de cuvette.

Outil logiciel pour l'équipement supplémentaire

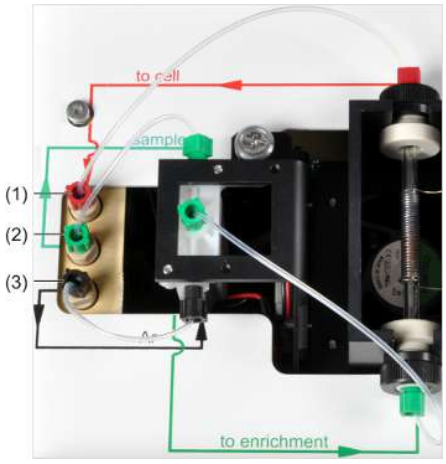
- Insérer le CD fourni dans le PC. Lancer le logiciel HS Wizard et suivre les instructions à l'écran.
- Sélectionner le spectromètre utilisé.
- Sélectionner la configuration de sortie du système Hg/hydride.
- Sélectionner la configuration cible du système Hg/hydride avec enrichissement du mercure.



- Ouvrir le capot rouge du système Hg/hydride.
- Tirer la fiche de court-circuit à l'intérieur du système Hg/hydride 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/hydride 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/hydride, 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 **Hydride** et initialiser la configuration des appareils.
- Fermer la fenêtre avec **OK**.
- Cliquer sur le bouton **Hydride system**.
- Vérifier le fonctionnement du chauffage. Ouvrir le capot rouge de l'appareil.
- Dans la fenêtre **Hydride 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/hydride 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/hydride 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/hydride 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/hydride.
- 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/hydride.
- 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/hydride 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/hydride à proximité de l'AAS.
- Disposer le distributeur d'échantillons Flamme (AS-F ou AS-FD) :
  - Si l'appareil AAS dispose d'un deuxième compartiment à échantillons, accrocher le distributeur d'échantillons dans le compartiment à échantillons Flamme.
  - Si l'appareil AAS ne dispose pas d'un second compartiment à échantillons, placer le distributeur d'échantillons à côté du système Hg/hydride.

Raccordement électrique et interfaces

- Raccorder la fiche isolante du système Hg/hydride au raccord du capteur de température de l'unité de cuvette.
  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/hydride.
  - Raccorder la fiche verte et ronde « AS » du câble le plus épais sur la prise à l'arrière du distributeur d'échantillons Flamme.
  - 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/hydride.

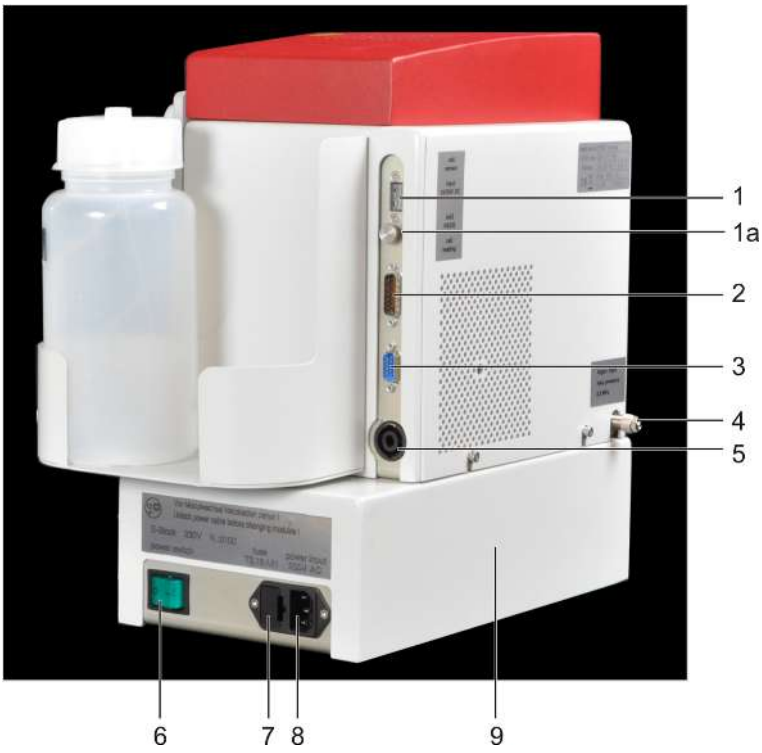


Fig. 21 Raccords sur le côté droit de l'appareil

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.
- Ne pas raccorder le tuyau du gaz de réaction et le sécheur de tuyaux.
- Relier le tuyau HydrEA avec la partie d'accouplement à la sortie supérieure du séparateur gaz-liquides et l'enfoncer dans la canule en titane du distributeur d'échantillons Graphite.

Transport des composants

- Insérer le tuyau d'évacuation sur la tubulure libre du connecteur en croix. Enfiler l'autre extrémité du tuyau dans l'orifice du couvercle du flacon de déchets.
- Remplir les flacons de réserve avec du réducteur et de l'acide dilué.
- Relier le tuyau de prélèvement du réducteur (à vis creuse bleue) au tuyau de la pompe du réducteur (cassette arrière du tuyau) et le plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve du réducteur.
- Relier le tuyau de prélèvement de l'acide (à vis creuse rouge) au tuyau de la pompe de l'acide (cassette avant du tuyau) et le plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve de l'acide.
- Relier le tuyau de prélèvement de l'échantillon (à vis creuse verte) au tuyau de la pompe de l'échantillon (de la pompe tubulaire à 1 canal). Enfiler à travers l'onglet sur le bras du distributeur d'échantillons et enfoncer dans la canule la plus fine.

- Accrocher les cassettes à tuyau des deux pompes tubulaires. Régler le levier à cran de sorte que les solutions soient transportées de façon uniforme.
- Installer le distributeur d'échantillons Flamme conformément au manuel d'utilisation de l'appareil AAS.
  - ✓ Le système Hg/hydride 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.

4.3.4 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.
  - ZEEnit 700 P, ZEEnit 700 Q, ZEEnit 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.

- ZEEnit 700 P, ZEEnit 700 Q, ZEEnit 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/hydride.
- 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/hydride, vous aurez besoin des solutions suivantes :
- Réducteur ($NaBH_4$/NaOH)
- Acide
- 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)
- Solution de rinçage (pour le distributeur d'échantillons)
- Solution de dilution (pour le distributeur d'échantillons)

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/hydride avec la solution de réducteur (KI/acide ascorbique) pour que l'arsenic ait un degré d'oxydation +III. Assure-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 3,0 % $NaBH_4$ + 1,0 % NaOH	7,5 g $NaBH_4$ + 2,5 g NaOH (sous forme de petites pastilles) + 250 ml H_2O (eau distillée) dans un bain à ultrasons	Env. 4 ... 6 semaines (au réfrigérateur à ≤7 °C)
Réducteur 0,3 % $NaBH_4$ + 0,1 % NaOH	50 ml solution mère + 500 ml H_2O (eau distillée)	Env. 1 ... 2 jours (au réfrigérateur à ≤7 °C)

Acide

L'acide dilué peut également être utilisé en tant que solution de dilution pour le distributeur d'échantillons.

Solution	Fabrication	Durée de conservation, remarques
3 % HCl	70 ml HCl (37 % , p. a.) Remplir d'H_2O (eau distillée.) à 1000 ml.	

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_2O (eau distillée.) à 100 ml.	Stable pendant plusieurs jours. Préparer des solutions étalons 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 ascorbique Après 45 min, remplir d'H_2O (eau distillée.) à 100 ml.	Préparer la solution étalon de nouveau chaque jour.

Solutions étalons pour technique 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_2O (eau distillée.) à 100 ml.	Préparer des solutions étalons par série de dilutions.
Solution 3 100 µg/l As	1 ml solution 2 + 7 ml HCl (37 % , p. a.) Remplir d'H_2O (eau distillée.) à 100 ml.	4 ... 5 jours
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_2O (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_2O (eau distillée.) à 50 ml.	Plusieurs jours (au réfrigérateur à ≤7 °C) Ne plus utiliser en cas de décoloration.

Solution de rinçage (pour distributeur d'échantillons)

Solution	Fabrication	Durée de conservation, remarques
0,2 % HCl	5 ml HCl (37 % , p. a.) Remplir d'H_2O (eau distillée.) à 1000 ml.	

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.
- Accrocher les cassettes de tuyaux dans la pompe tubulaire à 3 canaux.
- Effectuer le serrage du/des tuyau(x) de la pompe en réglant le levier à cran.
- Charger le système de réducteur et d'acide :
  - 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 les tuyaux pour l'échantillon, le réducteur et l'acide.
- Après le message du logiciel, retirer les tuyaux de la solution de rinçage. Le système Hg/hydride pompe ensuite les tuyaux pour les vider.
- Le cas échéant, répéter le nettoyage du système.
- Détendre les tuyaux de la pompe en desserrant les cassettes de tuyau.
- 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	■ Nettoyer la cuvette et les fenêtres de la cuvette. ■ Nettoyer ou remplacer le réacteur. ■ Nettoyer le séparateur gaz-liquides. ■ 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	■ 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 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.

ATTENTION

Risque de brûlure

La cuvette est encore très chaude immédiatement après l'utilisation : 600 ... 950 °C (hydrures 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 les tuyaux de la pompe

ATTENTION

Risque de brûlure dû à des solutions acides et basiques

Les tuyaux de la pompe contiennent des solutions acides et basiques.

- 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 ne sont pas usés, fortement contaminés et n'ont pas subi de déformations. Remplacez toujours en même temps les tuyaux de la pompe pour le réducteur, l'acide et l'échantillon. Cela permet de garantir un rapport de mélange correct.

Veuillez noter que les tuyaux doivent également être remplacés lorsque vous changez de réducteur ($NaBH_4$ - $SnCl_2$).

Remplacer le tuyau d'échantillon

- Retirer le tuyau d'échantillon (MFA) de la canule du passeur d'échantillons.
- Décrocher la cassette du tuyau, retirer le tuyau de la pompe à échantillon (ismaprène).
- Desserrer le tuyau d'échantillon (MFA) du groupe de 2 valves.

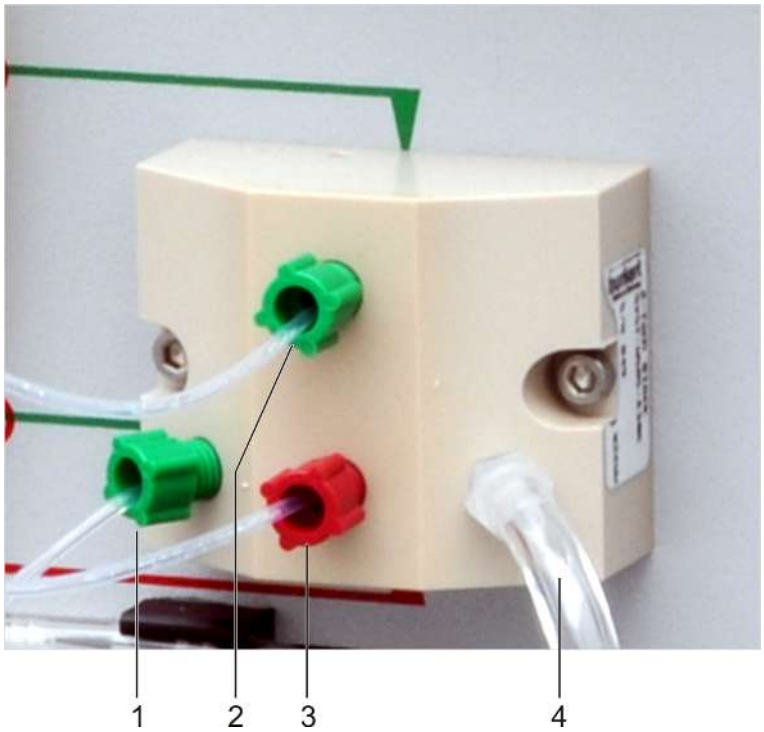


Fig. 22 Groupe de 2 valves

1 Échantillon vers le réacteur
2 Échantillon vers la pompe à échantillon
3 Acide vers la pompe à composants
4 Sortie vers les déchets

- Visser le nouveau tuyau à échantillon sur le groupe de 2 valves.
- Insérer le tuyau de la pompe à échantillon (ismaprène) dans la cassette du tuyau en tenant compte du sens de pompage.
- Accrocher et serrer la cassette du tuyau.
- Amener le nouveau tuyau de prélèvement vers le distributeur d'échantillons et l'insérer sur la canule d'aspiration.

  ✓ Le nouveau tuyau à échantillon est prêt à fonctionner.

Remplacer les tuyaux de la pompe pour le réducteur et l'acide

- Desserrer le tuyau de la pompe pour l'acide du groupe de 2 valves.
- Retirer le tuyau de la pompe pour le réducteur du réacteur.
- Retirer les tuyaux d'aspiration correspondants des flacons de réserve. Nettoyer les extrémités du tuyau.
- Accrocher les cassettes de tuyaux. Retirer les tuyaux de la pompe (ismaprène).

- Insérer un nouveau tuyau de la pompe pour le réducteur en tenant compte du sens de pompage dans la cassette arrière du tuyau. Accrocher et serrer la cassette du tuyau.
- Enfoncer l'extrémité du tuyau de la pompe sur la tubulure libre du réacteur. Plonger le tuyau de prélèvement dans le flacon de réserve du réducteur.
- Insérer le nouveau tuyau de la pompe pour l'acide en tenant compte du sens de pompage dans la cassette avant du tuyau. Accrocher et serrer la cassette.
- Visser l'extrémité du tuyau de la pompe dans l'ouverture libre du groupe de 2 valves. Enfoncer le tuyau de prélèvement dans le flacon de réserve de l'acide.
- Effectuer le serrage des tuyaux de la pompe en réglant le levier à cran.

  ✓ Les nouveaux tuyaux de la pompe sont prêts à fonctionner.

6.5 Remplacement d'une section de tuyau

Si la section de tuyau du groupe de 2 valves vers la cuvette en quartz est contaminée, rincer d'abord minutieusement le système avec une solution de réducteur et de l'acide, puis avec l'argon. Si la sensibilité de la mesure ne s'améliore pas, remplacer les tuyaux suivants :

- Tuyau allant du groupe de 2 valves au réacteur
- Tuyau du réacteur
- Tuyau du réacteur vers le séparateur gaz-liquides
- Sécheur de tuyau
- Tuyau de la cuvette (de la plaque avant vers la cuvette)

- Dévisser le tuyau concerné ou le retirer de la tubulure.
- Visser le nouveau tuyau avec la vis creuse ou l'enfoncer sur la tubulure.

  ✓ Le tuyau est remplacé.

6.6 Nettoyer ou remplacer le réacteur

AVERTISSEMENT

Risque de brûlure dû à l'acide chlorhydrique concentré

L'acide chlorhydrique concentré est très corrosif. Les vapeurs irritent les voies respiratoires et les yeux.

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

Nettoyez le réacteur si des signaux difficilement reproductibles se produisent, si les signaux n'apparaissent pas ou si le débit de refoulement diminue fortement. Si le nettoyage n'est pas concluant, il convient alors de remplacer le réacteur.

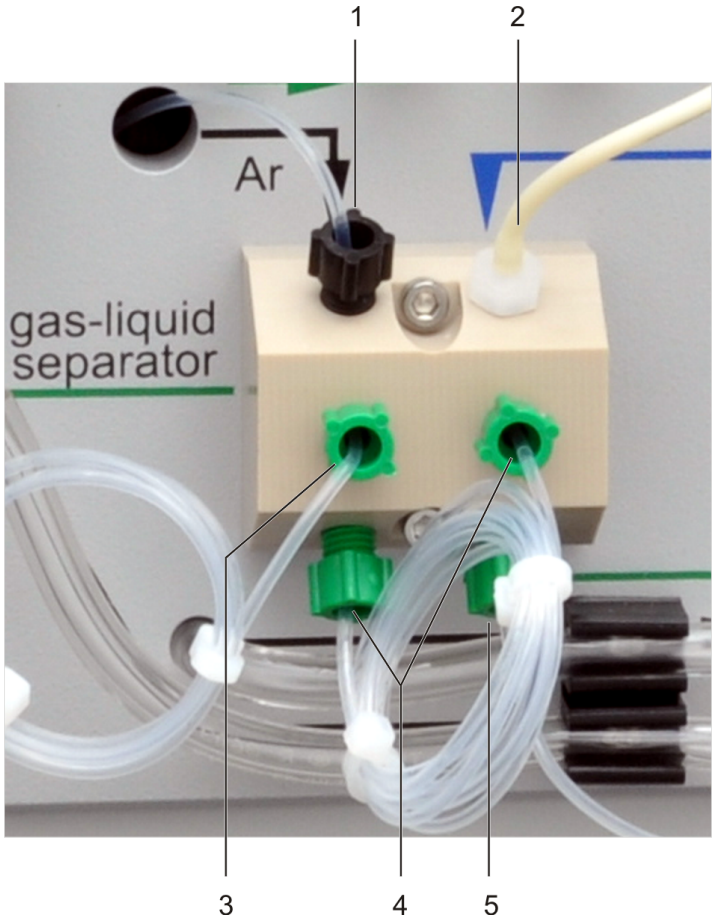


Fig. 23 Réacteur

1 Entrée du gaz inerte argon
2 Entrée du réducteur
3 Sortie des produits de réaction vers le séparateur gaz-liquides
4 Raccords du pont à tuyaux, tuyau du réacteur
5 Entrée d'échantillon (ou de l'acide)

- Dévisser ou retirer les tuyaux du réacteur :
  - Tuyau de la pompe pour le réducteur
  - Tuyau échantillon/acide venant du groupe de 2 valves
  - Raccords du tuyau du réacteur
  - Tuyau d'arrivée de gaz
  - Tuyau vers le séparateur gaz-liquides
- Dévisser le réacteur.
- Démonter le réacteur, dévisser le connecteur à une vis.
- Nettoyer les canaux dans la partie supérieure à l'aide d'un fil de nettoyage.
- Mettre la partie supérieure dans l'acide chlorhydrique concentré (37 %).
- Nettoyer le joint en téflon.
- Poser le joint en téflon, le fixer dans les coins avec un peu de colle.
- Visser d'abord le réacteur en diagonale à l'extérieur. Puis le visser en diagonale à l'intérieur.
- Visser le pont à tuyaux et le connecteur à une vis dans le réacteur.
- Visser le réacteur nettoyé ou un nouveau réacteur.
- Visser les tuyaux dans le réacteur ou sur les tubulures :

- Tuyau de la pompe pour le réducteur
- Tuyau échantillon/acide venant du groupe de 2 valves
- Pont à tuyaux du tuyau du réacteur
- Tuyau d'arrivée de gaz
- Tuyau vers le séparateur gaz-liquides

✓ Le réacteur neuf ou nettoyé est prêt à fonctionner.

6.7 Nettoyer le séparateur gaz-liquides

AVERTISSEMENT

Risque de brûlure dû à l'acide chlorhydrique concentré

L'acide chlorhydrique concentré est très corrosif. Les vapeurs irritent les voies respiratoires et les yeux.

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

Essayez tout d'abord d'enlever les précipités durcis dans le séparateur gaz-liquides en les nettoyant. Si le nettoyage n'est pas concluant, il convient alors de remplacer le séparateur.

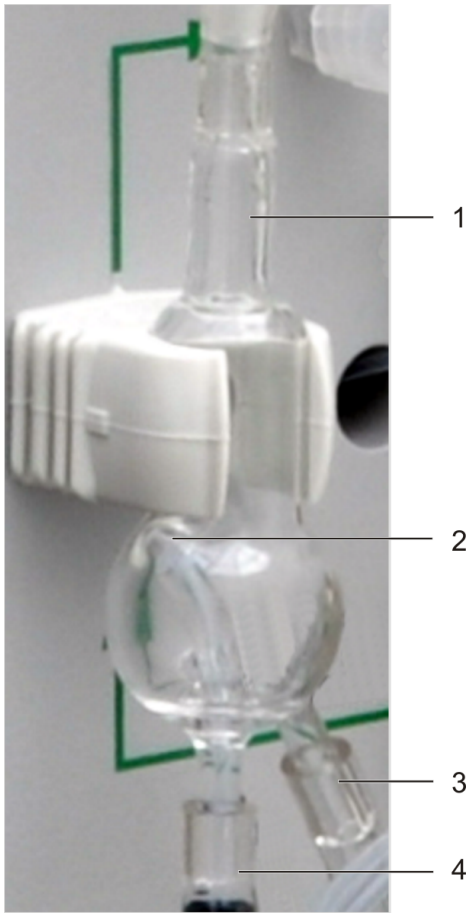


Fig. 24 Séparateur gaz-liquides

1 Sortie du gaz de réaction
2 Protubérance
3 Sortie de déchets liquides
4 Entrée du gaz de réaction

- Retirer les tuyaux du séparateur gaz-liquides vidé par pompage :
  - Tuyau de pompage pour les déchets, en bas à droite
  - Tuyau pour le gaz du réacteur, en bas
  - Tuyau de sortie de gaz, en haut
- Retirer le séparateur gaz-liquides de la pince.
- Nettoyer le séparateur gaz-liquides avec de l'acide chlorhydrique concentré (37 %). Laisser agir l'acide pendant quelques heures.
- Rincer ensuite le séparateur à l'aide d'eau distillée.
- Insérer le séparateur gaz-liquides nettoyé ou neuf dans la pince.
- Enfoncer les tuyaux sur les tubulures du séparateur gaz-liquides :
  - Tuyau de pompage, en bas à droite
  - Tuyau vers le réacteur, en bas
  - Tuyau de gaz sur les tubulures de sortie, en haut

  ✓ Le séparateur gaz-liquides nettoyé/neuf est prêt à être utilisé.

6.8 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.

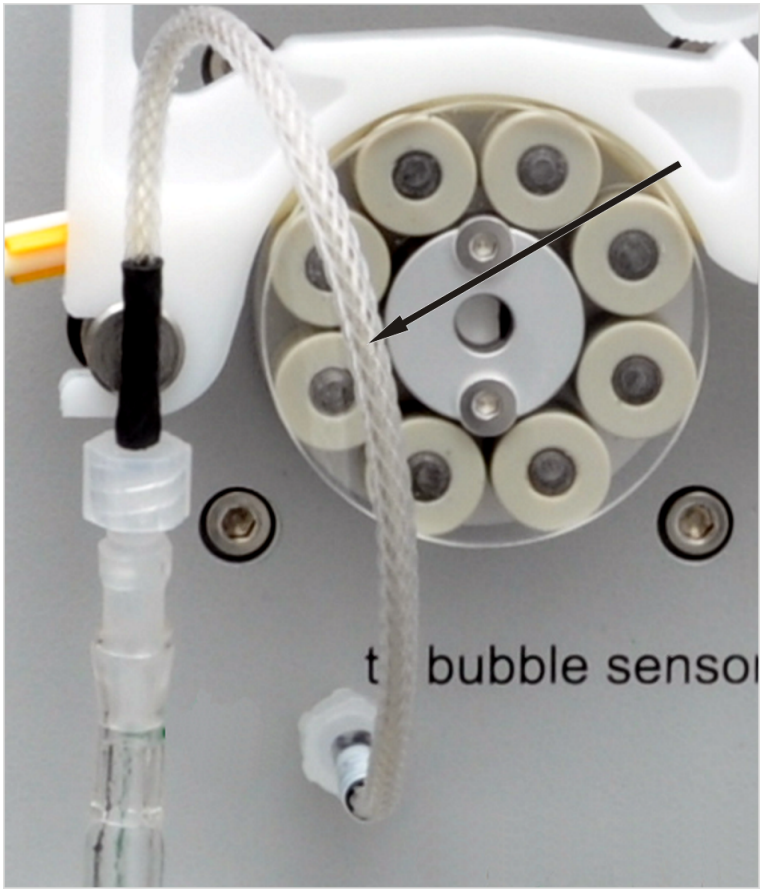


Fig. 25 Sécheur de membrane du tuyau

- Desserrer le sécheur de membrane du tuyau de la pièce d'accouplement sur la tubulure supérieure du séparateur gaz/liquides et du raccord "to bubble sensor" sur la plaque avant.
- Visser le nouveau sécheur de membrane du tuyau sur la pièce d'accouplement de la tubulure supérieure du séparateur gaz/liquides et du raccord "to bubble sensor".

  ✓ Le nouveau sécheur de membrane du tuyau est prêt à fonctionner.

6.9 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.

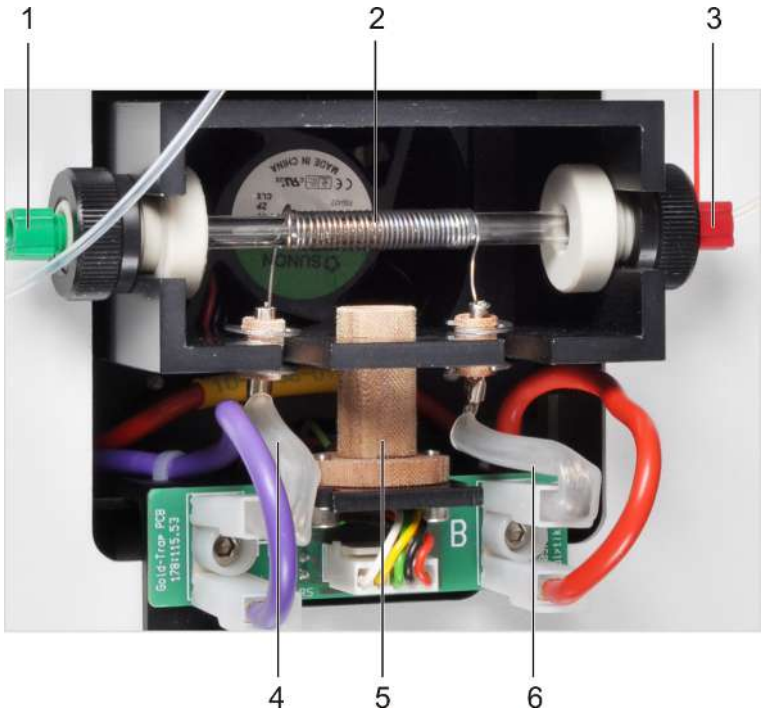


Fig. 26 Collecteur en or

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. Démonter 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.

6.10 Maintenance de la technique HydrEA

6.10.1 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.

6.10.2 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. L'acide chlorhydrique dilué HCl (3 %) est également corrosif.

- 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 acides et 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 solutions corrosives.

- ▶ Quitter le logiciel de commande et d'analyse et exécuter un nettoyage du système.
  - ✓ Le système Hg/hydride rince les tuyaux avec de l'eau distillée et les pompe après le retrait de la solution de rinçage pour les vider.
- ▶ Détendre les tuyaux de la pompe en desserrant les cassettes de tuyaux.
- ▶ Éteindre le système Hg/hydride et l'AAS. Débrancher la fiche de secteur du raccord.
- ▶ Débrancher tous les câbles de raccordement vers l'AAS, le distributeur d'échantillons et l'unité de cuvette.
- ▶ Laisser l'unité de cuvette refroidir.
  ⚠ ATTENTION ! Risque de brûlure sur l'unité de cuvette.

- ▶ Débrancher les raccords de tuyaux qui relient le système Hg/hydride à l'unité de cuvette dans l'AAS et au distributeur d'échantillons. Démonter le tuyau de déchets du connecteur en croix sur l'appareil.
- ▶ Retirer la cuvette de l'unité de cuvette.
- ▶ Démonter l'unité de cuvette.
- ▶ Vider et rincer les flacons de réserve.
- ▶ 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/hydride 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 60
	Dimensions (l x H x P)	360 x 370 x 240 mm
	Masse	14 kg
Données de procédé	Modes d'exploitation	Injection de flux avec/sans distributeur d'échantillons Procédé FBR (Fast Baseline Return) ■ pour la détermination du mercure sans enrichissement ■ Après avoir atteint le signal maximum, la cuvette de mercure est nettoyée.
	Éléments pouvant être déterminés	As; Bi; Hg; Sb; Se; Sn; Te
	Techniques (en fonction de la configuration)	■ 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	$NaBH_4$ 0,3 % avec NaOH 0,1 % Ou bien : $SnCl_2$ 2 ... 5 % (uniquement pour la détermination du mercure)
Principaux groupes de fonction	Unité de cuvette	Chauffage : électrique, stabilité de la température : ±10 °C Température pour les éléments générant les hydrures : 600 ... 950 °C Température du Hg : température ambiante ou 150 °C
	Cuvettes d'absorption	Cuvette en quartz à fenêtres de quartz amovibles : Longueur 140 mm, diamètre intérieur 15 mm Cuvette à mercure (option) : Longueur 200 mm
	Pompe tubulaire à 1 canal	Transport des échantillons Tuyau en ismaprène de diamètre intérieur = 1,42 mm, vitesse de la pompe : 4 niveaux Débit : 4 ... 11 ml/min
	Pompe tubulaire à 3 canal	Transport des composants Canaux : ■ A l'avant : acide (diamètre intérieur 0,89 mm) ■ Milieu : déchets (diamètre intérieur 2,06 mm)

		■ A l'arrière : réducteur (diamètre intérieur 0,89 mm) Débit : 1 ... 7 ml/min
	Unité de réaction	Réacteur en PEEK ■ Angle d'incidence de 120° entre l'échantillon/l'acide et le réducteur ainsi qu'entre les produits de réaction et le flux d'argon ■ Boucle de tuyau de 0,75 m
	Hg Plus Upgrade Modul (option)	Collecteur en or : avec alliage or-platine 0,5 g AuPt en tant que filet à mailles serrées Température de chauffage : 630 °C, régulée Refroidissement : ventilateur axial
Distribution des échantillons	Distribution des échantillons vers le système Hg/hydride (option)	Distributeur d'échantillons Flamme AS-F, AS-FD
	Distribution des échantillons vers l'AAS (technique HydrEA)	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	■ Débit de gaz FBR : 20 l/h ■ Gaz de transport et de rinçage : 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 ■ 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	+10 ... +35 °C
	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	L'appareil répond aux normes de sécurité ■ 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	L'appareil répond aux exigences conformément à la directive 2011/65/EU. 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.
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	■ Installation sur les modèles d'appareil AAS actuels ■ Inclusion du document dans le système de rédaction

Table des illustrations

Fig. 1 Système Hg/hydride avec appareil AAS et distributeur d'échantillons Flamme 15
Fig. 2 Vue avant avec modules principaux 16
Fig. 3 Schéma fonctionnel 17
Fig. 4 Pompes tubulaires 18
Fig. 5 Groupe de 2 valves 19
Fig. 6 Réacteur 20
Fig. 7 Séparateur gaz-liquides 21
Fig. 8 Collecteur en or 23
Fig. 9 Représentation graphique : Voie de gaz et déroulement de la mesure 25
Fig. 10 Cuvette en quartz pour la technique d'analyse des hydrures 27
Fig. 11 Cuvette à mercure (en quartz, forme de tulipe) 27
Fig. 12 Unité de cuvette avec cuvette en quartz 28
Fig. 13 Broche de sécurité sur la plaque du four. 28
Fig. 14 Logement et unité de cuvette pour système Hg/hydride 29
Fig. 15 Système Hg/hydride installé sur l'AAS 30
Fig. 16 Raccords sur le côté droit de l'appareil 31
Fig. 17 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hydride »/« Hg sans enrichissement » 32
Fig. 18 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement » 32
Fig. 19 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hydride »/« Hg sans enrichissement » 33
Fig. 20 Câblage pour le mode de fonctionnement « Hg avec enrichissement » 33
Fig. 21 Raccords sur le côté droit de l'appareil 39
Fig. 22 Groupe de 2 valves 49
Fig. 23 Réacteur 51
Fig. 24 Séparateur gaz-liquides 53
Fig. 25 Sécheur de membrane du tuyau 54
Fig. 26 Collecteur en or 55