

## Bedienungsanleitung

multi EA 4000

Elementaranalysator

C-, S- und Cl-Feststoffanalytik



---

Hersteller Analytik Jena GmbH+Co. KG  
Konrad-Zuse-Str.1  
07745 Jena · Deutschland  
Telefon + 49 3641 77 70  
Fax + 49 3641 77 9279  
E-Mail info@analytik-jena.com

Service Analytik Jena GmbH+Co. KG  
Konrad-Zuse-Str. 1  
07745 Jena · Deutschland  
Telefon + 49 3641 77 7407  
E-Mail service@analytik-jena.com



Für einen ordnungsgemäßen und sicheren Gebrauch diesen  
Anleitungen folgen.  
Für späteres Nachschlagen aufbewahren.

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

Dokumentationsnummer 11-0302-002-23

Ausgabe C (07/2023)

Ausführung der Technischen Dokumentation Analytik Jena GmbH+Co. KG

# Inhalt

<b>1</b>	<b>Grundlegende Informationen .....</b>	<b>7</b>
1.1	Hinweise zur Benutzeranleitung .....	7
1.2	Bestimmungsgemäße Verwendung .....	8
1.3	Gewährleistung und Haftung.....	9
<b>2</b>	<b>Sicherheitshinweise.....</b>	<b>10</b>
2.1	Sicherheitskennzeichnung am Analysator .....	10
2.2	Technischer Zustand .....	11
2.3	Anforderungen an das Bedienpersonal.....	11
2.4	Sicherheitshinweise Transport und Inbetriebnahme .....	12
2.5	Sicherheitshinweise Betrieb.....	13
2.5.1	Allgemeines .....	13
2.5.2	Sicherheitshinweise Explosionsschutz, Brandschutz.....	14
2.5.3	Sicherheitshinweise Elektrik .....	14
2.5.4	Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen .....	14
2.5.5	Umgang mit Hilfs- und Betriebsstoffen .....	15
2.5.6	Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur.....	16
2.6	Verhalten im Notfall .....	17
<b>3</b>	<b>Funktion und Aufbau.....</b>	<b>18</b>
3.1	Gesamtübersicht.....	18
3.2	Grundgerät.....	18
3.2.1	Verbrennungssystem.....	19
3.2.2	Schlauchsystem.....	19
3.2.3	Komponenten zur Messgastrocknung und Reinigung .....	20
3.2.4	Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse.....	22
3.3	C/S-Modul.....	25
3.4	Cl-Modul.....	26
3.4.1	Coulometerbaugruppe und Messzelle.....	27
3.4.2	Verbrennungsrohr und Messgastrocknung.....	29
3.4.3	Messgasreinigung.....	30
3.4.4	Anschlüsse.....	30
3.5	Automatisches TIC-Feststoffmodul .....	32
3.5.1	Technische Daten .....	33
3.5.2	Aufbau .....	33
3.6	Manuelles TIC-Feststoffmodul .....	37
3.6.1	Technische Daten .....	37
3.6.2	Aufbau des Manuellen TIC-Feststoffmoduls .....	38
3.7	Weitere optionale Zubehöre .....	41
3.7.1	Probengeber .....	41
3.7.2	Flammensensor .....	41
3.7.3	Waage .....	41
<b>4</b>	<b>Messverfahren.....</b>	<b>42</b>
4.1	TC/TS-Analyse .....	42
4.2	TIC-Analyse .....	42
4.3	TOC-Analyse .....	43
4.3.1	Differenzmethode für die TOC-Analyse .....	43
4.3.2	Direktmethode für die TOC-Analyse .....	44
4.4	Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse: TC-EC (optional) .....	44
4.5	Datenauswertung im C/S-Modus .....	45
4.5.1	Kalibrierverfahren .....	45
4.5.2	Tagesfaktor .....	45
4.5.3	Verfahrenskenndaten.....	46
4.5.4	Weitere Berechnungen .....	46
4.6	Cl-Bestimmung .....	47
4.7	Datenauswertung im Cl-Modus.....	47

4.7.1	Endpunktroutine.....	47
4.7.2	Messung mit Split / Splitfaktor.....	47
4.7.3	Auswertung.....	48
<b>5</b>	<b>Inbetriebnahme.....</b>	<b>49</b>
5.1	Standortanforderungen.....	49
5.1.1	Aufstellbedingungen.....	49
5.1.2	Platzbedarf.....	49
5.1.3	Energieversorgung.....	49
5.1.4	Gasversorgung.....	50
5.2	Analysator auspacken und aufstellen.....	50
5.3	Analysator mit verschiedenen Detektormodulen aufstellen.....	51
5.3.1	multi EA 4000 C/S aufstellen.....	51
5.3.2	multi EA 4000 CI aufstellen.....	53
5.3.3	multi EA 4000 C/S CI aufstellen.....	55
5.3.4	Automatisches TIC-Feststoffmodul aufstellen.....	58
5.3.5	Manuelles TIC-Feststoffmodul aufstellen.....	61
5.4	Probengeber anschließen und verwenden.....	64
5.4.1	Probengeber FPG 48 aufstellen und justieren.....	64
5.4.2	Schiffchensensor installieren.....	68
5.4.3	Probengeber FPG 48 mit Schiffchenablage nachrüsten.....	68
5.4.4	Messabbruch unter Verwendung des Probengebers FPG 48.....	70
5.4.5	Manuellen Probenvorschub verwenden.....	70
5.5	Externe Waage anschließen und verwenden.....	71
<b>6</b>	<b>Bedienung.....</b>	<b>72</b>
6.1	Einschalten / Warmlaufphase / Einrichten.....	72
6.2	C/S-Messung.....	73
6.2.1	multi EA 4000 und C/S-Modul vorbereiten.....	73
6.2.2	C/S-Messung ausführen.....	76
6.3	Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse.....	79
6.3.1	multi EA 4000 und C/S-Modul vorbereiten.....	79
6.3.2	Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse ausführen.....	79
6.4	CI-Bestimmung.....	82
6.4.1	multi EA 4000 für CI-Messungen vorbereiten.....	82
6.4.2	Elektrolytlösung herstellen.....	88
6.4.3	Messzelle bereitstellen.....	89
6.4.4	Endpunktroutine.....	90
6.4.5	CI-Messung ausführen.....	90
6.4.6	Überprüfung des Splitverhältnisses.....	93
6.4.7	Quarzschißchen ausbrennen.....	94
6.5	TIC/TOC-Bestimmung mit Automatischem TIC-Feststoffmodul.....	94
6.5.1	Automatisches TIC-Feststoffmodul für die Analyse vorbereiten.....	94
6.5.2	Benötigte Reagenzien.....	98
6.5.3	TIC-Bestimmung mit Automatischem TIC-Feststoffmodul.....	98
6.5.4	TOC-Bestimmung nach Differenzmethode mit Automat. TIC-Feststoffmodul.....	100
6.5.5	TOC-Messung mit Direktbestimmung.....	103
6.6	TIC-Bestimmung mit dem Manuellen TIC-Feststoffmodul.....	105
6.6.1	Manuelles TIC-Feststoffmodul und Analysator vorbereiten.....	105
6.6.2	TIC-Messung ausführen.....	106
<b>7</b>	<b>Wartung und Pflege.....</b>	<b>109</b>
7.1	Grundgerät multi EA 4000.....	109
7.1.1	Gerät reinigen und pflegen.....	109
7.1.2	Schlauchverbindungen prüfen.....	109
7.2	Betrieb mit C/S-Modul.....	110
7.2.1	Keramikrohr überprüfen und wechseln.....	110
7.2.2	Staubfalle reinigen.....	112
7.2.3	Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln.....	114
7.2.4	Halogenidfalle erneuern.....	115

7.3	Betrieb mit CI-Modul.....	116
7.3.1	Schwefelsäure wechseln/Schwefelsäuregefäß reinigen .....	117
7.3.2	Verbrennungsrohr aus Quarzglas warten/wechseln.....	117
7.3.3	Kombielektrode warten.....	119
7.3.4	Messzellen warten.....	120
7.3.5	Adsorptionsmittel erneuern.....	121
7.4	Betrieb mit Automatischem TIC-Feststoffmodul.....	121
7.4.1	TIC-Reaktor des Automatischen TIC-Feststoffmoduls reinigen.....	122
7.4.2	Kondensationsschlange reinigen.....	123
7.4.3	Pumpschlauch ausbauen und ersetzen .....	124
7.4.4	Kondensationsgefäß reinigen.....	127
7.5	Manuelles TIC-Feststoffmodul .....	127
7.5.1	TIC-Reaktor am Manuellen TIC-Feststoffmodul reinigen.....	128
7.6	Wasserfallen ersetzen .....	128
<b>8</b>	<b>Störungsbeseitigung .....</b>	<b>129</b>
8.1	Allgemeine Hinweise.....	129
8.2	Fehlermeldungen in multiWin.....	129
8.3	Anzeigen im Fenster GERÄTE-STATUS.....	135
8.4	Gerätefehler .....	137
8.4.1	Grundgerät.....	137
8.4.2	C/S-Modul.....	137
8.4.3	CI-Modul.....	139
8.5	Fehler in der Gerätekommunikation .....	140
8.6	Analytische Probleme.....	141
8.6.1	C/S-Bestimmung .....	141
8.6.2	CI-Bestimmung .....	142
8.6.3	TIC-Bestimmung (Automatisches TIC-Feststoffmodul).....	143
8.6.4	TIC-Bestimmung (Manuelles TIC-Feststoffmodul) .....	143
8.6.5	Messungen im Pyrolysemodus (EC) .....	144
<b>9</b>	<b>Transport und Lagerung .....</b>	<b>145</b>
9.1	Transport.....	145
9.1.1	Analysator zum Transport vorbereiten .....	145
9.1.2	Heizelemente und Ofenpatrone ausbauen .....	147
9.1.3	Hinweise zum Transport .....	149
9.1.4	Analysator im Labor umsetzen .....	149
9.2	Lagerung .....	150
<b>10</b>	<b>Entsorgung .....</b>	<b>151</b>
<b>11</b>	<b>Spezifikation.....</b>	<b>152</b>
11.1	Technische Daten .....	152
11.2	Normen und Richtlinien .....	154

## Abbildungen

Bild 1	Gasschleuse und Waagrechtöfen des Grundgeräts multi EA 4000.....	19
Bild 2	Durchflussregler am Grundgerät multi EA 4000 .....	20
Bild 3	Staubfalle am Verbrennungsöfen .....	21
Bild 4	Staubfilter .....	21
Bild 5	Trockenrohr und Halogenidfalle .....	22
Bild 6	Statuslampe am Grundgerät multi EA 4000.....	22
Bild 7	Bedienelemente hinter den Fronttüren des multi EA 4000 .....	23
Bild 8	Anschlüsse an der rechten Seite des multi EA 4000 .....	23
Bild 9	Anschlüsse an der linken Seite des multi EA 4000.....	24
Bild 10	Anschlüsse an der Rückseite des multi EA 4000 .....	24

Bild 11	Anzeigen und Anschlüsse an C/S-Modul.....	26
Bild 12	CI-Modul.....	27
Bild 13	Aufbau der Messzelle.....	28
Bild 14	Kombielektrode für Messzelle.....	28
Bild 15	Verbrennungsrohr aus Quarz mit Gasschleuse.....	29
Bild 16	Schwefelsäuregefäße für die Messgastrocknung.....	29
Bild 17	Halogenidfalle und Adsorptionsrohr im CI-Modul.....	30
Bild 18	Anschlüsse des CI-Modul in Kombination mit einem C/S-Modul.....	31
Bild 19	Anschlüsse für die coulometrische Messzelle im CI-Modul.....	31
Bild 20	Automatisches TIC-Feststoffmodul.....	32
Bild 21	TIC-Reaktor.....	33
Bild 22	Schlauchpumpen am Automatischen TIC-Feststoffmodul.....	34
Bild 23	Messgastrocknung und -reinigung am Aut. TIC-Feststoffmodul.....	35
Bild 24	Staubfilter vor dem Umschaltventil.....	35
Bild 25	Anschlüsse am Automatischen TIC-Feststoffmodul.....	36
Bild 26	Manuelles TIC-Feststoffmodul.....	37
Bild 27	TIC-Reaktor des Manuellen TIC-Feststoffmoduls.....	38
Bild 28	Durchflussregler für den Sauerstoffstrom.....	38
Bild 29	Dosierpumpe für Säure am Manuellen TIC-Feststoffmodul.....	39
Bild 30	Messgastrocknung und -reinigung am Man. TIC-Feststoffmodul.....	40
Bild 31	Anschlüsse am Manuellen TIC-Feststoffmodul.....	40
Bild 32	multi EA 4000 C/S.....	52
Bild 33	multi EA 4000 CI.....	54
Bild 34	multi EA C/S CI für C/S-Messungen mit Keramikrohr + Sauerstoffschleuse 56	
Bild 35	multi EA 4000 C/S CI für CI-Messungen mit Quarzrohr + Argonschleuse.	57
Bild 36	Automatisches TIC-Feststoffmodul.....	59
Bild 37	multi EA 4000 C/S mit Automatischem TIC-Feststoffmodul.....	60
Bild 38	multi EA 4000 C/S mit Man. TIC-Feststoffmodul.....	62
Bild 39	multi EA 4000 C/S CI mit Man. TIC-Feststoffmodul.....	63
Bild 40	Umrüst-Set des FPG 48 für die Nutzung der Schiffchenablage.....	69
Bild 41	Gasschleuse für C/S-Messungen.....	73
Bild 42	Keramikrohr mit Staubfalle und Gasschleuse.....	74
Bild 43	Halogenidfalle und Trockenrohr überprüfen.....	76
Bild 44	Verbrennungsrohr aus Quarz mit Gasschleuse.....	82
Bild 45	Kupplungsstück für CI-Messungen.....	83
Bild 46	Einzelteile für die Verbindung von TIC-Reaktor und Keramikrohr.....	95
Bild 47	Schlauchverbindung an der Halogenidfalle.....	109
Bild 48	Staubfilter.....	113
Bild 49	Pumpschläuche einspannen.....	125
Bild 50	Fenster GERÄTE-STATUS.....	135

# 1 Grundlegende Informationen

## 1.1 Hinweise zur Benutzeranleitung

Der Analysator multi EA 4000 ist für den Betrieb durch qualifiziertes Fachpersonal unter Beachtung dieser Benutzeranleitung vorgesehen.

Die Benutzeranleitung informiert über Aufbau und Funktion des Analysators und vermittelt dem mit der Elementar-Analytik vertrauten Bedienpersonal die notwendigen Kenntnisse zur sicheren Handhabung des Gerätes und seiner Komponenten. Die Benutzeranleitung gibt weiterhin Hinweise zu Wartung und Pflege des Gerätes sowie bei auftretenden Störungen Hinweise auf mögliche Ursachen und deren Beseitigung.

### Konventionen

**Handlungsanweisungen** mit zeitlicher Abfolge sind nummeriert und zu Handlungseinheiten zusammengefasst.

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

Elemente des Steuer- und Auswerteprogramms sind wie folgt gekennzeichnet:

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

### Symbole und Signalwörter

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



#### WARNUNG

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



#### VORSICHT

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



#### BEACHTE

Gibt Hinweise zu möglichen Sach- und Umweltschäden.

## 1.2 Bestimmungsgemäße Verwendung

Der Elementar-Analysator multi EA 4000 ist ein Gerät zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehaltes und/oder Gesamtschwefelgehaltes oder zur Bestimmung des Gesamtchlorgehaltes in festen oder pastösen Proben. Er kann nach entsprechender Probenvorbereitung auch zur AOX-Bestimmung verwendet werden.

Das System wird entsprechend der spezifischen analytischen Anforderungen konfiguriert und erweitert.

Der Analysator multi EA 4000 ist durch seinen robusten modularen Aufbau, die einfache Bedienung und durch seine Erweiterbarkeit vielseitig einsetzbar.

### Abfallwirtschaft

Der multi EA 4000 ist in besonderem Maße für die TIC/TOC-Bestimmung in Abfällen aber auch für die Gesamtchlorbestimmung in Ersatzbrennstoffen einsetzbar.

### Umweltüberwachung

Der multi EA 4000 ermöglicht die simultane Kohlenstoff- und Schwefel-Bestimmung in der Sediment- und Bodenanalytik.

### Kraftwerk

Ein bedeutendes Einsatzgebiet für den multi EA 4000 ist sowohl die Schwefel-Bestimmung in Kohle oder Ascherückständen als auch die Erfassung des Restkohlenstoffs in Aschen von Verbrennungsanlagen. Die Chlor-Bestimmung in Ersatzbrennstoffen ist auch hier von Bedeutung.

### Materialprüfung

Der multi EA 4000 ermöglicht eine schnelle Schwefel- und/oder Kohlenstoffbestimmung in Baustoffen wie Zement oder Gips, in keramischen Werkstoffen oder Glasproben.

### Forschung und Lehre

Aufgrund der vielen spezifischen Konfigurationsmöglichkeiten eignet sich der multi EA 4000 für den Einsatz in Lehre und Forschung.

Der Analysator multi EA 4000 darf nur für die in dieser Benutzeranleitung beschriebenen Verfahren zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoff- und/oder des Gesamtschwefelgehaltes oder zur Bestimmung des Gesamtchlorgehaltes in festen, pastösen oder flüssigen Proben verwendet werden. Jeder darüber hinausgehende Gebrauch gilt als nicht bestimmungsgemäß! Für hieraus resultierende Schäden haftet allein der Betreiber.

Insbesondere dürfen mit dem Analysator keine brennbaren Flüssigkeiten oder Substanzen analysiert werden, die explosionsfähige Gemische bilden können. Mit dem Analysator dürfen keine konzentrierten Säuren analysiert werden.

Das Gerät darf nur mit Sauerstoff 2.5 und Argon 4.6 oder besser betrieben werden.

Die Betriebssicherheit des Analysators multi EA 4000 ist nur bei bestimmungsgemäßem Gebrauch entsprechend den Angaben in dieser Benutzeranleitung gewährleistet. Zum bestimmungsgemäßen Gebrauch gehört auch die Einhaltung der von der Analytik Jena vorgeschriebenen Installationsvoraussetzungen, die über die auf dem Titelblatt angegebene Kundendienstadresse angefordert werden können.

## 1.3 Gewährleistung und Haftung

Die Dauer der Gewährleistung sowie die Haftung entsprechen den gesetzlichen Vorschriften sowie den Regelungen in den Allgemeinen Geschäftsbedingungen der Analytik Jena.

Abweichungen von der in dieser Benutzeranleitung beschriebenen bestimmungsgemäßen Verwendung führen im Schadensfall zu Einschränkungen der Gewährleistung und Haftung. Schäden an Verschleißteilen sowie Glasbruch sind nicht in der Gewährleistung enthalten.

Gewährleistungs- und Haftungsansprüche bei Personen- und Sachschäden sind ausgeschlossen, wenn sie auf eine oder mehrere der folgenden Ursachen zurückzuführen sind:

- nicht bestimmungsgemäße Verwendung des Analysators multi EA 4000
- unsachgemäßes Inbetriebnehmen, Bedienen und Warten des Analysators
- Änderungen am Gerät ohne vorherige Absprache mit der Analytik Jena
- Betreiben des Gerätes bei defekten Sicherheitseinrichtungen bzw. bei nicht ordnungsgemäß angebrachten Sicherheits- und Schutzeinrichtungen
- mangelhafte Überwachung der Geräteteile, die einem Verschleiß unterliegen
- Verwendung von nicht originalen Ersatzteilen, Verschleißteilen oder Verbrauchsmaterialien
- unsachgemäße Reparaturen
- Fehler, die auf Nichtbeachten dieser Benutzeranleitung zurückzuführen sind

## 2 Sicherheitshinweise

Lesen Sie dieses Kapitel zu Ihrer eigenen Sicherheit vor Inbetriebnahme und zum störungsfreien und sicheren Betrieb des Analysators multi EA 4000 sorgsam durch.

Befolgen Sie alle Sicherheitshinweise, die in dieser Benutzeranleitung aufgeführt sind sowie alle Meldungen und Hinweise, die von der Steuer- und Auswertesoftware multiWin auf dem Bildschirm angezeigt werden.

### 2.1 Sicherheitskennzeichnung am Analysator

Am Analysator und am Zubehör sind Warnungen und Hinweissymbole angebracht, deren Bedeutung unbedingt zu beachten ist.

Beschädigte oder fehlende Sicherheitssymbole können zu Fehlhandlungen mit Personen- und Sachschäden führen! Die Sicherheitssymbole dürfen nicht entfernt werden! Beschädigte Sicherheitssymbole sind umgehend zu ersetzen!

Am Analysator und am Zubehör sind folgende Sicherheitssymbole angebracht:

Symbole	Bedeutung
	Warnung vor heißer Oberfläche
	Warnung vor gefährlicher elektrischer Spannung
	Warnung vor Verletzung der Hände durch Quetschung
	Warnung vor gesundheitsschädlichen Stoffen
	Warnung vor ätzenden Stoffen
	Vor Öffnen des Gerätes Netzstecker ziehen
	Betriebsanleitung beachten.
	Das Gerät enthält reglementierte Substanzen. Die Analytik Jena garantiert, dass diese Stoffe bei bestimmungsgemäßer Verwendung in den nächsten 25 Jahren nicht austreten und damit innerhalb dieser Periode keine Gefahr für Umwelt und Gesundheit darstellen.

## 2.2 Technischer Zustand

Der Analysator entspricht in Konstruktion und Bau den derzeit gültigen Regeln der Technik. Eigenmächtige Umbauten oder Veränderungen, besonders solche, die die Sicherheit des Personals und der Umwelt beeinflussen, sind grundsätzlich nicht gestattet.

- Jegliche Manipulation an den Sicherheitseinrichtungen ist verboten! Manipulationen an den Sicherheitseinrichtungen werden im Falle eines Unfalls als Vorsatz gewertet!
- Der Betreiber ist verpflichtet, den Analysator nur in einwandfreiem, betriebssicherem Zustand zu betreiben. Der technische Zustand muss jederzeit den gesetzlichen Anforderungen und Vorschriften entsprechen.
- Der Analysator ist vor jedem Einsatz auf Beschädigungen und ordnungsgemäßen Zustand zu überprüfen.
- Eintretende Veränderungen am Analysator, die die Sicherheit beeinflussen, sind vom Bedienpersonal dem Betreiber sofort zu melden.
- Die Gerätekomponenten dürfen ausschließlich an die dafür vorgesehenen und konzipierten Versorgungsleitungen angeschlossen werden.
- Alle Sicherheitseinrichtungen und Verriegelungen müssen gut zugänglich sein und regelmäßig auf einwandfreie Funktion geprüft werden.

## 2.3 Anforderungen an das Bedienpersonal

Der Analysator multi EA 4000 darf nur von qualifiziertem und im Umgang mit dem Analysator unterwiesenem Fachpersonal betrieben werden. Zur Unterweisung gehören auch das Vermitteln der Inhalte dieser Benutzeranleitung und der Benutzeranleitungen weiterer Systemkomponenten bzw. Ergänzungsgeräte.

Vom Analysator können Gefahren ausgehen, wenn dieser von nicht eingewiesenem Personal, unsachgemäß oder nicht bestimmungsgemäß eingesetzt wird.

Deshalb muss jede Person, die beauftragt ist, den Analysator zu bedienen, diese Benutzeranleitung und ggf. Benutzeranleitungen weiterer Ergänzungsgeräte gelesen und verstanden haben, bevor sie die entsprechenden Arbeiten ausführt. Dies gilt auch, wenn die betreffende Person mit einem solchen Analysator bereits gearbeitet hat oder geschult wurde.

Dem Betreiber wird empfohlen, sich vom Bedienpersonal die Kenntnisnahme des Inhalts der Benutzeranleitung schriftlich bestätigen zu lassen. Letztlich verantwortlich für den unfallfreien Betrieb ist der Betreiber des Analysators oder das von ihm autorisierte Fachpersonal.

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

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

Folgendes ist zu beachten:

- Der Analysator darf nur von geschultem und sicherheitstechnisch unterwiesenem Personal in Betrieb genommen, bedient und gewartet werden.
- Die Bedienung oder Wartung des Analysators von Minderjährigen oder Personen, die unter Alkohol-, Drogen- oder Medikamenteneinfluss stehen, ist nicht gestattet.
- Es ist sicherzustellen, dass nur dazu beauftragtes Personal am Analysator tätig ist.
- Dem Bedienpersonal müssen die Gefahren, die von den Messflüssigkeiten ausgehen, bekannt sein. Es sind entsprechende Körperschutzmittel zu benutzen.
- Vor Pausen bzw. nach Arbeitsende sind angemessene Hautreinigungs- und Hautschutzmaßnahmen durchzuführen.
- Essen, Trinken, Rauchen oder der Umgang mit offenem Feuer am Aufstellort des Analysators sind verboten!

## 2.4 Sicherheitshinweise Transport und Inbetriebnahme

Das Aufstellen des Analysators erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal. Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig. Durch Fehlinstallationen können erhebliche Gefahren entstehen.

Folgendes ist zu beachten:

- Es besteht Verletzungsgefahr durch nicht ordnungsgemäß gesicherte Teile! Beim Transport sind die Gerätekomponten entsprechend den Vorschriften der Benutzeranleitung zu sichern.
- Transportieren Sie den Analysator nur in der Originalverpackung! Achten Sie darauf, dass alle Transportsicherungen angebracht sind und der Analysator vollständig entleert ist.
- Um gesundheitliche Schäden zu vermeiden, ist beim Umsetzen (Heben und Tragen) des Analysators im Labor Folgendes zu beachten:
  - Zum Transport des Analysators sind aus Sicherheitsgründen 2 Personen erforderlich, die sich an beiden Geräteseiten positionieren.
  - Da der Analysator keine Tragegriffe aufweist, fassen Sie das Gerät fest mit beiden Händen an der Unterseite und achten Sie vor dem gleichzeitigen Anheben darauf, dass die empfindlichen Teile der Vorderseite durch die geschlossenen Türen geschützt sind.
  - Die Richtwerte und gesetzlich vorgeschriebenen Grenzwerte für das Heben und Tragen von Lasten ohne Hilfsmittel sind zu beachten und einzuhalten.
- Für einen Transport, der über ein Umsetzen innerhalb des Gebäudes hinausgeht, müssen die Heizelemente und die Ofenpatrone aus dem Grundgerät ausgebaut werden. Der Wiedereinbau dieser Geräteteile und die nachfolgende Inbetriebnahme müssen durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal erfolgen.
- Gefahr von Gesundheitsschäden durch unsachgemäße Dekontamination! Führen Sie vor der Rücksendung des Gerätes an die Analytik Jena eine fachgerechte Dekontamination aus und dokumentieren sie diese. Das Dekontaminationsprotokoll erhalten Sie vom Service bei Anmeldung der Rücksendung.

Die Analytik Jena ist gezwungen, die Annahme von kontaminierten Geräten zu verweigern. Der Absender kann für Schäden, die durch eine unzureichende Dekontamination des Gerätes verursacht werden, haftbar gemacht werden.

## 2.5 Sicherheitshinweise Betrieb

### 2.5.1 Allgemeines

Der Bediener des Analysators ist verpflichtet, sich vor jeder Inbetriebnahme vom ordnungsgemäßen Zustand des Analysators einschließlich seiner Sicherheitseinrichtungen zu überzeugen. Dies gilt insbesondere nach jeder Änderung oder Erweiterung bzw. nach jeder Reparatur des Analysators.

Folgendes ist zu beachten:

- Der Analysator darf nur betrieben werden, wenn alle Schutzeinrichtungen (z.B. Abdeckungen, Auffangschalen für Chemikalien und Türen) vorhanden, ordnungsgemäß installiert und voll funktionsfähig sind.
- Der ordnungsgemäße Zustand der Schutz- und Sicherheitseinrichtungen ist regelmäßig zu prüfen. Eventuell auftretende Mängel sind sofort zu beheben.
- Schutz- und Sicherheitseinrichtungen dürfen während des Betriebes niemals entfernt, verändert oder außer Betrieb gesetzt werden.
- Während des Betriebes ist stets die freie Zugänglichkeit des Hauptschalters an der Gehäuserückwand zu gewährleisten.
- Die am multi EA 4000 und den Erweiterungsmodulen vorhandenen Lüftungseinrichtungen müssen funktionsfähig sein. Verdeckte Lüftungsgitter, Lüftungsschlitze usw. können zu Betriebsstörungen oder Geräteschäden führen.
- Der Analysator darf nicht ohne Verbrennungsrohr aufgeheizt werden.
- Der Ofen arbeitet mit Temperaturen von bis zu 1500 °C. Die heißen Teile (Ofen, Gasschleuse, Staubfalle, Schiffchen) dürfen während oder unmittelbar nach dem Betrieb des Analysators nicht berührt werden.  
Bei manuellem Betrieb müssen die heißen Schiffchen auf der Ablage des Handvorschubs oder auf einer anderen hitzebeständigen Unterlage deponiert werden.
- Während des automatischen Abkühlvorganges die Stromversorgung nicht unterbrechen. Bei längeren Stromausfall während des Betriebes Netzstecker ziehen und rechte Seitenwand des Grundgerätes öffnen, um Schäden durch Überhitzung zu vermeiden. Beim Entfernen der Seitenwand besteht Verletzungsgefahr durch scharfkantige Teile. Nicht an die Heizelemente oder den heißen Ofen fassen!
- Brennbare Materialien sind vom Analysator fernzuhalten.
- Am Probengeber besteht Quetschgefahr! Der Probengeberarm, der Greifer und das Schiffchen-Karussell bewegen sich während des Einschaltens, der Initialisierung, der Justierung und im Messbetrieb. Halten Sie ausreichend Abstand, um sich nicht die Hände zu quetschen.

## 2.5.2 Sicherheitshinweise Explosionsschutz, Brandschutz

Der Analysator darf nicht in explosionsgefährdeter Umgebung betrieben werden. Rauchen oder der Umgang mit offenem Feuer im Betriebsraum des Analysators sind verboten!

Dem Bedienpersonal muss der Standort der Löscheinrichtungen im Betriebsraum des Analysators bekannt sein.

## 2.5.3 Sicherheitshinweise Elektrik

Arbeiten an elektrischen Komponenten des Analysators sind nur von einer Elektrofachkraft entsprechend den geltenden elektrotechnischen Regeln vorzunehmen. Im Inneren des Analysators treten lebensgefährliche elektrische Spannungen und hohe Ströme auf!

Folgendes ist zu beachten:

- Erweiterungsmodule bzw. Systemkomponenten sind stets im ausgeschalteten Zustand an den Analysator elektrisch anzuschließen bzw. von ihm zu trennen.
- Vor dem Öffnen des Analysators ist dieser am Hauptschalter auszuschalten und der Netzstecker ist aus der Steckdose zu ziehen!
- Alle Arbeiten im Inneren des Analysators sind nur dem Kundendienst der Analytik Jena und speziell autorisiertem Fachpersonal gestattet. Ausgenommen hiervon ist der Ausbau der Heizelemente und der Ofenpatrone für einen Transport. Der Wiedereinbau und die nachfolgende Inbetriebnahme sind jedoch dem Kundendienst und autorisiertem Fachpersonal vorbehalten.
- Die elektrischen Komponenten sind regelmäßig von einer Elektrofachkraft zu prüfen. Alle Mängel, wie lose Verbindungen, defekte oder beschädigte Kabel, sind sofort zu beseitigen.
- Bei Störungen an elektrischen Komponenten sind der Analysator und die weiteren Module sofort an den Hauptschaltern auszuschalten und die Netzstecker sind aus den Netzsteckdosen zu ziehen.

## 2.5.4 Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen

Die Trägergase (Argon und/oder Sauerstoff) werden Druckgasbehältern oder lokalen Druckgasanlagen entnommen. Auf die geforderte Reinheit des Gases ist zu achten (→ siehe Abschnitt "Technische Daten" S. 152)!

Arbeiten an Druckgasbehältern und -anlagen dürfen nur von Personen, die über spezielle Kenntnisse und Erfahrungen für Druckgasanlagen verfügen, durchgeführt werden.

Folgendes ist zu beachten:

- Für den Betrieb von Druckgasbehältern bzw. -anlagen müssen die am Einsatzort geltenden Sicherheitsvorschriften und Richtlinien in vollem Umfang eingehalten werden.
- Druckgasbehälter dürfen nur in aufrechter Position betrieben und gelagert werden und müssen an einer unbeweglichen Konstruktion oder einem geeigneten Gestell

für Druckgasbehälter gesichert werden. Bewegen Sie Druckgasbehälter nur, nachdem Sie sie an einem geeigneten Wagen gesichert haben.

- Druckschläuche und Druckminderer dürfen nur für die zugeordneten Gase verwendet werden.
- Leitungen, Schläuche, Verschraubungen und Druckminderer für Sauerstoff müssen fettfrei gehalten werden.
- Sauerstoff ist ein starkes Oxidationsmittel, das die Verbrennung erheblich beschleunigt. Seien Sie im Umgang mit Sauerstoffbehältern vorsichtig, denn bei einem Kontakt von entzündlichen Stoffen mit unter hohem Druck stehenden Sauerstoff kann es zu schwerwiegenden Explosionen kommen.
- Alle Leitungen, Schläuche und Verschraubungen sind regelmäßig auf undichte Stellen und äußerlich erkennbare Beschädigungen zu prüfen. Undichte Stellen und Beschädigungen sind umgehend zu beseitigen.
- Jede undichte Stelle, aus der Gase entweichen (außer Sauerstoff/Luft), kann zu einer sauerstoffarmen Atmosphäre führen, die Erstickungen verursachen kann. Der Bereich, in dem Druckgasbehälter gelagert werden, und der Bereich um das Gerät herum müssen ausreichend belüftet werden, um das Entstehen einer sauerstoffarmen Atmosphäre zu verhindern.
- Vor Inspektions-, Wartungs- und Reparaturarbeiten sind die Ventile zu schließen und der Analysator ist zu entlüften!
- Nach erfolgter Reparatur und Wartung an den Komponenten der Druckgasbehälter bzw. der Druckgasanlage ist der Analysator vor Wiederinbetriebnahme auf Funktionstüchtigkeit zu überprüfen!
- Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig!

### 2.5.5 Umgang mit Hilfs- und Betriebsstoffen

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

Beim Umgang mit gefährlichen Stoffen müssen die örtlich geltenden Sicherheitsanweisungen und Standortvorschriften eingehalten werden.

Die folgenden allgemeinen Hinweise ersetzen nicht die spezifischen örtlichen Vorschriften bzw. die Vorschriften in den Sicherheitsdatenblättern der Hersteller der Hilfs- und Betriebsstoffe.

Folgendes ist zu beachten:

- Für alle im Zusammenhang mit Betrieb oder Wartung des Analysators verwendeten Hilfs- und Betriebsstoffe sind die entsprechenden Vorschriften und die Hinweise in den Sicherheitsdatenblättern der Hersteller bezüglich Lagerung, Handhabung, Einsatz und Entsorgung zu beachten und einzuhalten.
- Besondere Vorsicht gilt im Umgang mit konzentrierten Säuren wie Schwefelsäure und Essigsäure, die bei der Analytik verwendet werden, und mit dem Trocknungsmittel Magnesiumperchlorat. Darüber hinaus kann es bei der Chloranalyse zur Bildung von Essigsäuredämpfen kommen, die die Atemwege stark reizen.

Bei der Herstellung der Elektrolytlösung werden gesundheitsschädliche organische Stoffe wie Methanol oder Thymol verwendet.

- Grundsätzlich dürfen Hilfs- und Betriebsstoffe niemals in Behältern oder Gefäßen für Nahrungsmittel aufbewahrt werden. Es sind stets für den jeweiligen Stoff zugelassene Behälter zu benutzen. Diese sind entsprechend zu kennzeichnen. Die Hinweise auf den Etiketten sind zu beachten!
- Bei der Arbeit mit Quarzwolle Staubbildung vermeiden! Nach dem Einatmen von Staub kann es zu Reizungen der Atemwege kommen.
- Beim Umgang mit den Reagenzien sind generell Schutzbrille und Schutzhandschuhe zu tragen. Die Hinweise auf den Etiketten sind stets zu beachten.
- Biologische Proben müssen nach den örtlichen Vorschriften für den Umgang mit infektiösem Material behandelt werden.
- Vorsicht beim Umgang mit Quarzglas- und Glasteilen. Es besteht Glasbruch- und damit Verletzungsgefahr!
- Hilfs- und Betriebsstoffe sowie deren Behältnisse dürfen nicht als Hausmüll entsorgt werden bzw. in die Kanalisation oder ins Erdreich gelangen. Für die Entsorgung dieser Stoffe sind die jeweils zutreffenden Vorschriften genau zu beachten.
- In den Arbeitsräumen ist stets für gute Raumbelüftung zu sorgen.

## 2.5.6 Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur

Die Wartung des Analysators erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal.

Durch eigenmächtige Wartungsarbeiten kann der Analysator dejustiert oder beschädigt werden. Der Bediener darf deshalb grundsätzlich nur die im Abschnitt "Wartung und Pflege" S. 109 aufgeführten Tätigkeiten ausführen.

- Sämtliche Wartungs- und Reparaturarbeiten am Analysator sind grundsätzlich nur im ausgeschalteten Zustand durchzuführen (soweit nicht anders beschrieben).
- Vor Wartungs- und Reparaturarbeiten sind die Energie- und Gasversorgung abzustellen und der Analysator ist zu entlüften!
- Es sind ausschließlich Originalzubehör und Originalersatzteile der Analytik Jena zu verwenden. Die im Abschnitt "Wartung und Pflege" aufgeführten Hinweise sind zu beachten.
- Alle Schutzeinrichtungen sind sofort nach Beendigung der Wartungs- und Reparaturarbeiten wieder ordnungsgemäß zu installieren und auf ihre Funktion zu prüfen!
- Die äußere Reinigung des Analysators darf erst nach Ausschalten des Analysators mit einem leicht angefeuchteten, nicht tropfenden Tuch erfolgen.
- Wartungsarbeiten und der Wechsel von Systemkomponenten (Ausbau des Verbrennungsrohrs, Wartung der Staubfalle) sind nur nach ausreichend langer Abkühlphase durchzuführen.

## 2.6 Verhalten im Notfall

In Gefahrensituationen oder bei Unfällen ist der Analysator sofort durch Betätigen der Hauptschalter (multi EA und Module an der Gehäuserückwand) auszuschalten und die Netzstecker aus der Netzsteckdose zu ziehen!

Da im Gefahrenfall schnelles Reagieren lebensrettend sein kann, muss Folgendes gewährleistet sein:

- Das Bedienpersonal muss wissen, wo sich Sicherheitseinrichtungen, Unfall- und Gefahrenmelder sowie Erste-Hilfe- und Rettungseinrichtungen befinden, und mit ihrer Handhabung vertraut sein.
- Der Betreiber ist für eine entsprechende Schulung des Bedienpersonals verantwortlich.
- Alle Einrichtungen für Erste Hilfe (Verbandkasten, Augenspülflaschen, Trage usw.) sowie Mittel zur Brandbekämpfung (Feuerlöscher) sind in greifbarer Nähe und jederzeit gut zugänglich aufzubewahren. Alle Einrichtungen müssen sich in einwandfreiem Zustand befinden und sind regelmäßig daraufhin zu überprüfen.

## 3 Funktion und Aufbau

### 3.1 Gesamtübersicht

Der Analysator multi EA 4000 ist modular aufgebaut. Das Grundgerät (Verbrennungseinheit mit Ofenmodul HTS1500) wird je nach Aufgabenstellung mit einem oder mehreren Detektormodulen kombiniert:

- Grundgerät
- Kohlenstoff- und/oder Schwefel-Modul (C/S-Modul)
- Chlor-Modul (Cl-Modul)
- TIC-Feststoffmodul (Automatisch oder Manuell)

Der Wechsel von C/S- zu Cl-Bestimmung ist möglich, ohne dass die elektrischen Anschlüsse verändert werden müssen. Das Keramikrohr wird dabei durch ein Verbrennungsrohr aus Quarzglas ersetzt.

Die Probenüberführung in den Verbrennungsofen erfolgt:

- automatisch mit dem Probengeber FPG 48
- manuell mit einem Handvorschub

Das Gerätesystem kann mit einer Waage mit Schnittstelle zum Steuerrechner kombiniert werden, welche automatisch die Probenmenge zur Berechnung der Analysenergebnisse übergibt.

Die Steuerelektronik befindet sich entsprechend der Grundkonfiguration in einem Detektormodul:

- im C/S-Modul, wenn ein C/S-Modul angeschlossen ist
- im Cl-Modul, wenn der Analysator nicht mit einem C/S-Modul kombiniert ist

Die Steuerung des Analysators und die Auswertung der Messdaten erfolgt über die Steuer- und Auswertesoftware multiWin, die auf einem externen PC installiert ist.

### 3.2 Grundgerät

Das Grundgerät des multi EA 4000 besteht aus folgenden Hauptkomponenten:

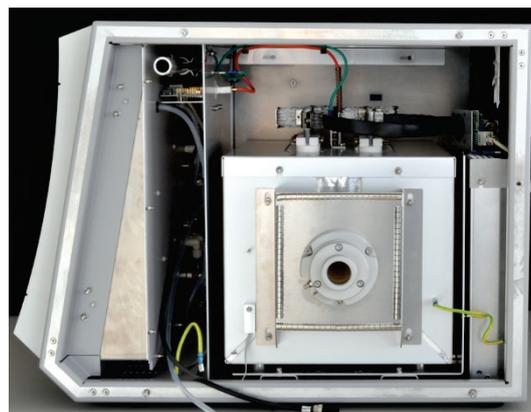
- Verbrennungssystem
- Schlauchsystem
- Komponenten zur Messgastrocknung und -reinigung
- Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse

### 3.2.1 Verbrennungssystem

Der Verbrennungsofen ist ein widerstandsbeheizter Waagrechtfofen für Aufschlusstemperaturen bis zu 1500 °C. Als Reaktor dient ein Verbrennungsrohr. Die Zufuhr des Träger- und Verbrennungsgases erfolgt über eine offene Gasschleuse ins Innere des Verbrennungsrohres. Da der Gasstrom des Träger- und Verbrennungsgases höher ist als der Saugfluss des Messgases, wird durch den entstehenden Überdruck am Eingang des Verbrennungsrohres verhindert, dass Messgas austreten bzw. umgebende Luft in das Verbrennungsrohr eintreten kann.



Offene Gasschleuse



Waagrechtfofen (rechte Seitenwand geöffnet)

Bild 1 Gasschleuse und Waagrechtfofen des Grundgeräts multi EA 4000

Das Verbrennungsrohr für die C/S-Bestimmung besteht aus einer besonderen Hochtemperaturkeramik (HTC-High Temperatur Ceramic). Diese ist besonders robust, korrosionsbeständig und verschleißarm. Dank HTC-Technologie können Proben ohne Katalysatoren bei Temperaturen bis 1500 °C aufgeschlossen werden. Für besonders schwierige Matrices kann die Verbrennungstemperatur mit speziellen Zuschlägen auf 1800 °C (Nutzung des Exothermieeffektes) erhöht werden.

Als Verbrennungsrohr für die Cl-Bestimmung findet ein Quarzrohr Verwendung. Dieses ist besonders chemisch inert gegenüber HCl und verhindert bei der Analyse Minderbefunde und Memory-Effekte. Die maximale Ofentemperatur liegt bei Verwendung des Quarzrohrs bei 1000 °C.

Das Verbrennungssystem ist mit einem Temperaturcontroller ausgerüstet, der das Aufheizen des Ofens überwacht, die Temperatur auf dem Sollwert hält und Überhitzung verhindert.

### 3.2.2 Schlauchsystem

Schlauchsystem

Die Verbindung zwischen den einzelnen Komponenten des Grundgeräts untereinander und zu den Analysenmodulen erfolgt über ein Schlauchsystem. Den Aufbau des Schlauchsystems in den entsprechenden Modulkonfigurationen entnehmen Sie den Schlauchplänen im Abschnitt "Analysator mit verschiedenen Detektormodulen aufstellen" S. 51ff.

Regulierung der Gasflüsse Die Regelung der Gasflüsse für Trägergas und Verbrennungsgas erfolgt mittels manuell einstellbaren Durchflussreglern auf der Frontseite des Grundgerätes.

Für den stabilen Fluss des Messgases durch den Detektor sorgt eine integrierte Saugpumpe. Der erforderliche Saugfluss wird mit dem Ventil am Durchflussregler „pump“ eingestellt.

Die Pumpe und die Gasflüsse werden automatisch zugeschaltet, wenn das multiWin-Programm gestartet ist und die Ist-Temperatur des Verbrennungsofens weniger als 50 K von der Solltemperatur abweicht. Weicht die Ist-Temperatur mehr als 50 K von der Solltemperatur ab, erfolgt die automatische Abschaltung der Pumpe und der Gasflüsse.

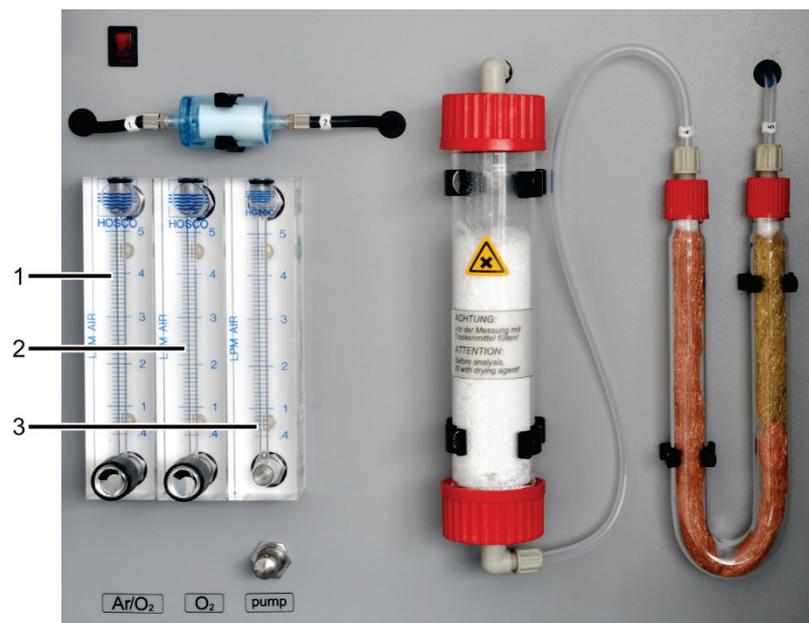


Bild 2 Durchflussregler am Grundgerät multi EA 4000

- 1 Durchflussregler für Argon/Sauerstoff „Ar/O<sub>2</sub>“      3 Durchflussregler für den Saugfluss „pump“  
2 Durchflussregler für Sauerstoff „O<sub>2</sub>“

### 3.2.3 Komponenten zur Messgastrocknung und Reinigung

Staubfalle für C/S-Bestimmungen

Die Staubfalle ist direkt an das Keramikverbrennungsrohr angesetzt. In ihr sedimentieren die Verbrennungstäube. Größere Partikel im Gasstrom prallen dabei gegen eine senkrecht zum Gasfluss aufgestellte Platte und fallen nach unten.

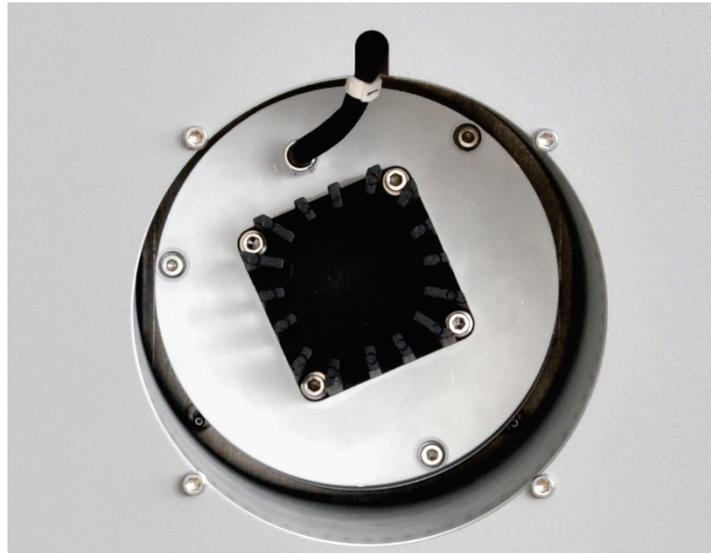


Bild 3 Staubfalle am Verbrennungssofen

Die Staubfalle ist leicht zugänglich auf der linken Geräteseite, hinter dem Berührungsschutz angebracht.

Staubfilter

Direkt nach der Staubfalle ist ein Staubfilter in den Gasweg eingebaut. Er hält Staubpartikel zurück, die die Staubfalle noch nicht aus dem Messgas entfernen konnte.

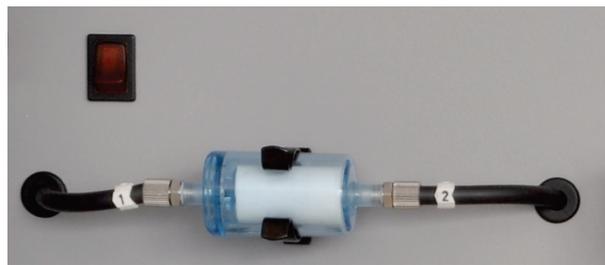


Bild 4 Staubfilter

Trockenrohr und  
Halogenidfalle für  
C/S-Bestimmungen

Für die Trocknung des Messgases bei C/S-Bestimmungen ist das Trockenrohr, gefüllt mit Magnesiumperchlorat als Trockenmittel, in den Gasweg eingebaut.

Zur weitgehenden Entfernung störender Bestandteile des Messgases sowie zum Schutz der Detektoren und des Durchflussreglers ist im Grundgerät eine Halogenidfalle (U-Rohr) eingebaut. Das U-Rohr ist mit spezieller Kupferwolle und Messingwolle gefüllt. Die Füllung der Halogenidfalle muss spätestens dann erneuert werden, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt sind.

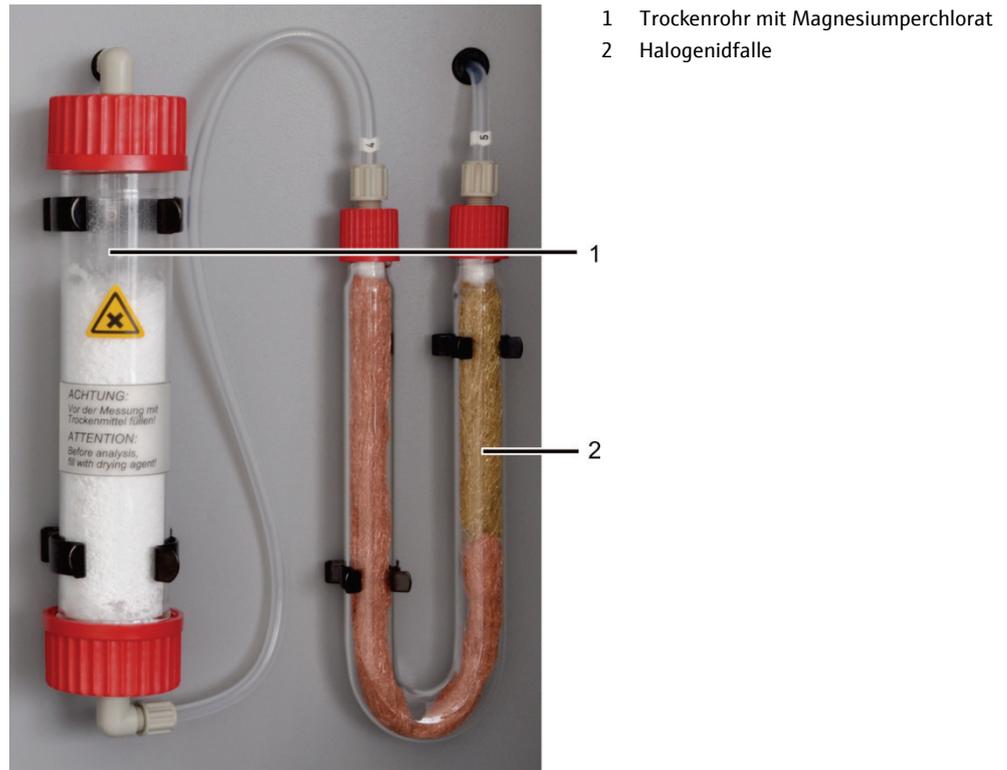


Bild 5 Trockenrohr und Halogenidfalle

### 3.2.4 Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse

Die an der linken Tür des Analysators angebrachte grüne LED leuchtet nach dem Einschalten des Analysators.

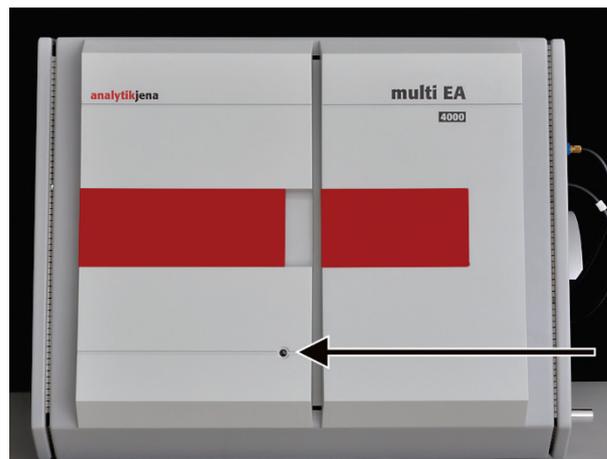


Bild 6 Statuslampe am Grundgerät multi EA 4000

Hinter den Fronttüren befinden sich der Ein/Aus-Schalter und die Durchflussregler für die manuelle Regelung der Gasströme.

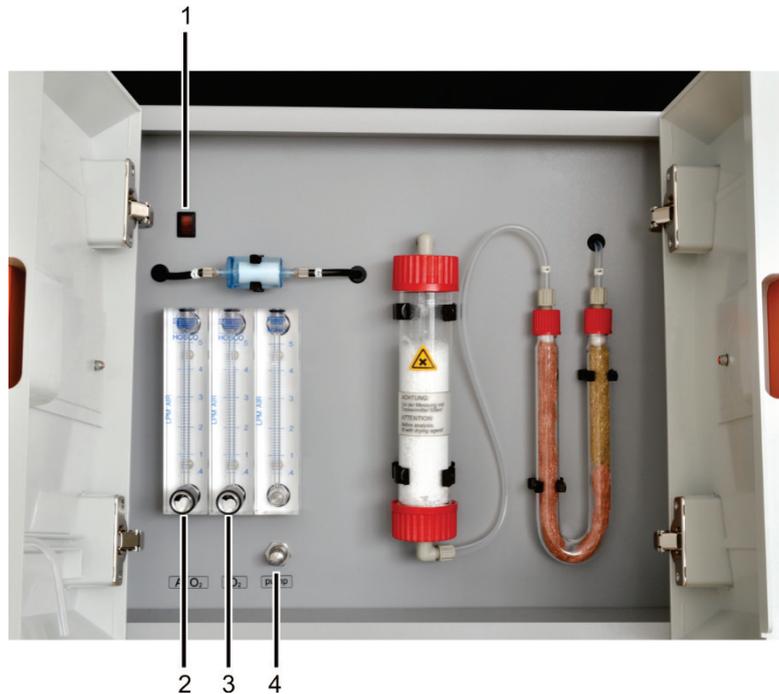


Bild 7 Bedienelemente hinter den Fronttüren des multi EA 4000

- |   |  |
|---|--|
| 1 Ein/Aus-Schalter  | 3 Durchflussregler zur Regelung des Sauerstoffstroms „O <sub>2</sub> “ |
| 2 Durchflussregler zur Regelung des Sauerstoff- bzw. Argonstroms „Ar/O <sub>2</sub> “ | 4 Durchflussregler zur Regelung des Saugflusses „pump“                 |

Anschlüsse an der rechten Seite

An der rechten Seite des multi EA 4000 befinden sich die Öffnung des Verbrennungsofens mit Gasschleuse und die Gasschläuche für Sauerstoff und Argon. Durch den Kanal (4 in Bild 8) können die Messgas- und Bypass-Schläuche zum CI-Modul geführt werden.



Bild 8 Anschlüsse an der rechten Seite des multi EA 4000

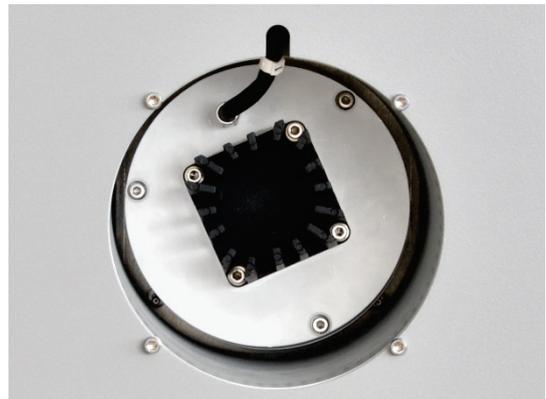
- |   |  |
|---|--|
| 1 Öffnung des Verbrennungsofens mit Gasschleuse und Hitzeschutzblende                       | 3 Anschluss „Ar“ für den Anschluss an Verbrennungsrohr/Gasschleuse |
| 2 Anschluss „O <sub>2</sub> “ für den Anschluss an Verbrennungsrohr/Gasschleuse/TIC-Reaktor | 4 Kanal für Messgas- und Bypass-Schläuche bei CI-Messungen         |

Anschlüsse an der linken Seite

An der linken Seite befindet sich hinter dem Berührungsschutz die Öffnung für die Staubfalle mit dem Anschluss für das Messgas.



Linke Seite mit Berührungsschutz Staubfalle



Staubfalle mit Anschluss für Messgas

**Bild 9** Anschlüsse an der linken Seite des multi EA 4000

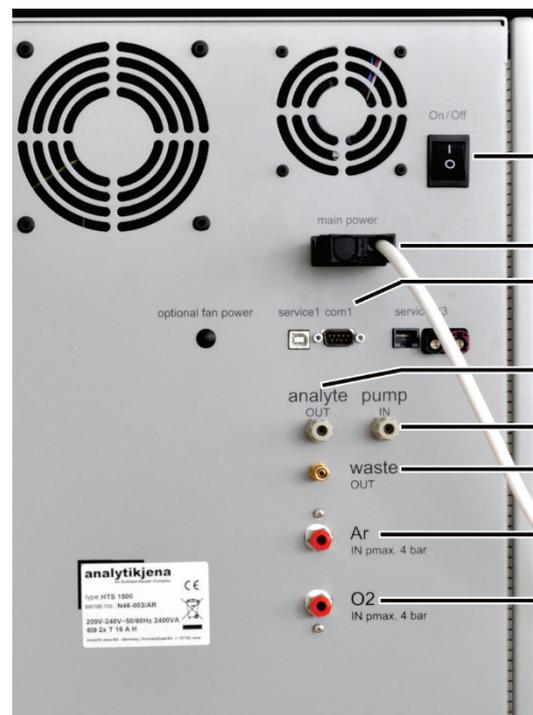
Anschlüsse an der Rückseite

An der Rückseite des multi EA 4000 befinden sich der Netzschalter, die Gaseingänge für die Sauerstoff- und Argonzufuhr, die Anschlüsse für die Verbindung mit dem C/S- bzw. CI-Modul sowie das Netzanschlusskabel.

Mithilfe des Netzschalters kann der multi EA 4000 vollständig vom elektrischen Netz getrennt werden, was für Wartungsarbeiten und Reparaturen wichtig ist.

Wenn der Netzschalter eingeschaltet ist, befindet sich der Analysator im Standby-Modus. Für den täglichen Betrieb wird der multi EA 4000 am Ein/Aus-Schalter an der Frontseite (1 in Bild 7) ein- und ausgeschaltet. Beim Ausschalten wird der Analysator dann z.B. noch nachgelüftet. Nur bei längeren Messpausen über mehrere Tage muss der multi EA 4000 über den Netzschalter vom Netz getrennt werden.

**Beachte!** Im Betrieb müssen beide Schalter eingeschaltet sein.



- 1 Netzschalter
  - 2 Netzanschlusskabel
  - 3 Anschluss „com1“ zum C/S-Modul oder CI-Modul
  - 4 Anschluss „analyte out“ zum C/S-Modul
  - 5 Anschluss „pump in“ zum C/S-Modul oder CI-Modul
  - 6 Anschluss „waste out“ – Messgasausgang
  - 7 Gasanschluss „Ar“ für Argon bei CI-Messungen und Pyrolyse
  - 8 Gasanschluss „O<sub>2</sub>“ für Sauerstoff
- Die Anschlüsse „service 1,2,3“ dienen dem Kundendienst.  
Der Anschluss „optional fan power“ ist nicht belegt.

**Bild 10** Anschlüsse an der Rückseite des multi EA 4000

### 3.3 C/S-Modul

Varianten des C/S-Moduls	<p>Das C/S-Detektormodul steht in drei Varianten zur Verfügung:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>■ das C/S-Modul mit CO<sub>2</sub> und SO<sub>2</sub>-Detektoren zur simultanen Bestimmung von Kohlenstoff und Schwefel</li> <li>■ das C-Modul mit CO<sub>2</sub>-Detektor zur Bestimmung von Kohlenstoff</li> <li>■ das S-Modul mit SO<sub>2</sub>-Detektor zur Bestimmung von Schwefel</li> </ul> <p>Im C/S-Modul befindet sich immer die Steuerelektronik.</p>
Detektoren	<p>Die NDIR-Detektoren (NichtDispersiver InfraRotabsorption-Detektor) befinden sich hinter der rechten Seitenwand des Analysators.</p> <p>Gase mit Molekülen aus unterschiedlichen Atomen besitzen im Infrarotbereich spezifische Absorptionsbanden. Wird ein Lichtstrahl durch eine Küvettenanordnung geschickt, die IR-aktive Gase enthält, so absorbieren diese Gase auf den für sie charakteristischen Wellenlängen einen Anteil der Gesamtstrahlung. Der Anteil ist proportional zu ihrer Konzentration im Gasgemisch.</p> <p>Die im C/S-Modul eingesetzten Detektoren sind selektiv für CO<sub>2</sub> und SO<sub>2</sub>.</p>
Messwertverarbeitung mit dem VITA-Verfahren	<p>Die CO<sub>2</sub>/SO<sub>2</sub>-Moleküle werden messtechnisch solange erfasst, wie sie in der Küvette des NDIR-Detektors verweilen. Durch auftretende Schwankungen des Messgasflusses während der CO<sub>2</sub>/SO<sub>2</sub>-Messung werden CO<sub>2</sub>/SO<sub>2</sub>-Moleküle zeitweise spektrometrisch länger (niedriger Gasfluss) oder kürzer (höherer Gasfluss) erfasst.</p> <p>Mit dem VITA-Verfahren (Verweilzeitgekoppelte Integration für TOC-Analysen) wird parallel zum NDIR-Signal der Messgasfluss erfasst. Auftretende Strömungsschwankungen werden durch rechnergesteuerte Normierung des NDIR-Signals auf eine konstante Gasströmung kompensiert und erst anschließend erfolgt die Integration.</p> <p>Zum Erfassen des Messgasflusses ist ein Durchflussregler strömungstechnisch in unmittelbarer Nähe des NDIR-Detektors angeordnet.</p>
Kontrolle des Gasflusses	<p>Ein Durchflussregler überwacht den erforderlichen Saugfluss, die Werte werden in der Software erfasst. Abweichungen vom zulässigen Sollwert werden angezeigt und der Saugfluss kann am Ventil des Durchflussreglers „pump“ des Grundgeräts multi EA 4000 (3 in Bild 7) korrigiert werden. Während einer Messung werden die Werte zur Integralkorrektur über das VITA-Verfahren verwendet.</p>
Anschlüsse	<p>Die an der Frontseite des C/S-Moduls angebrachte grüne LED leuchtet nach dem Einschalten des Moduls. Auf der Rückseite befinden sich der Netzschalter mit Netzeingang und Sicherungshalter, die Anschlüsse zur Verbindung mit dem Grundgerät und den weiteren Zusatzmodulen, sowie die Ein- und Ausgänge für Messgasflüsse.</p>

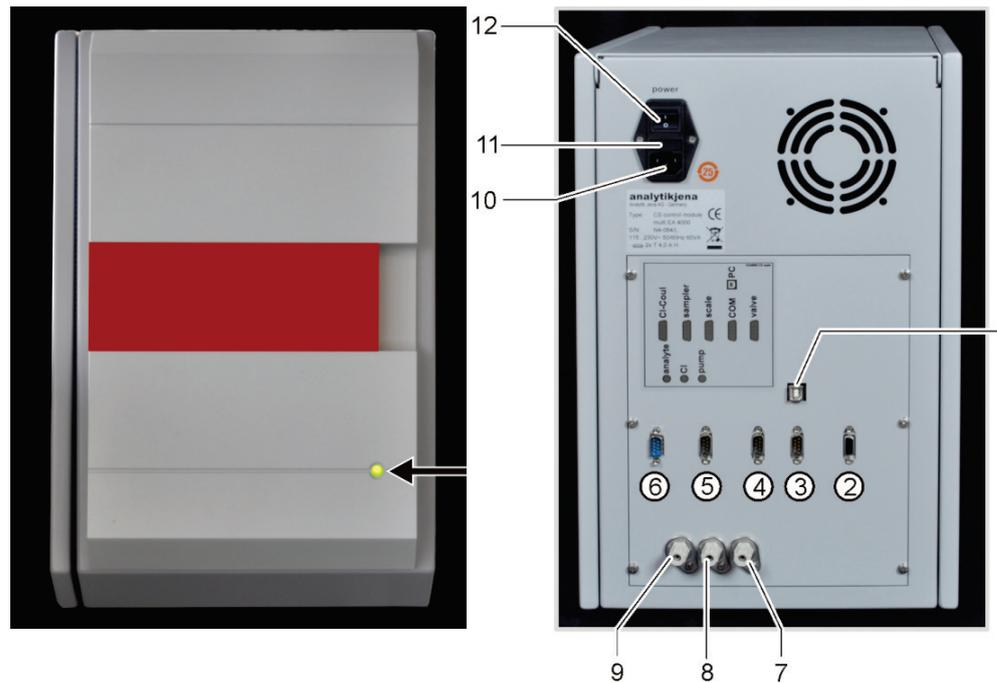


Bild 11 Anzeigen und Anschlüsse an C/S-Modul

- |  |  |
|--|--|
| <ol style="list-style-type: none"> <li>1 USB Anschluss „PC“ für den Anschluss an den Computer</li> <li>2 Anschluss „valve“ – Verbindung mit Flammensensor oder Automatischem TIC-Feststoffmodul (optional)</li> <li>3 Anschluss „COM“ – Verbindung mit Verbrennungsmodul HTS1500 des multi EA 4000 oder Automatischem TIC-Feststoffmodul (optional)</li> <li>4 Anschluss „scale“ – Anschluss der Waage</li> <li>5 Anschluss „sampler“ – Anschluss des Probengebers FPG 48</li> </ol> | <ol style="list-style-type: none"> <li>6 CI-Coul – Verbindung zum CI-Modul</li> <li>7 Gasausgang „pump“ – Anschluss an multi EA 4000</li> <li>8 Gasanschluss „CI“ – Anschluss an das CI-Modul</li> <li>9 Gaseingang „analyte“ – Messgaseingang</li> <li>10 Anschluss des Netzsteckers</li> <li>11 Sicherungshalter</li> <li>12 Netzschalter</li> </ol> |
|--|--|

### 3.4 CI-Modul

Das CI-Modul besteht aus folgenden Hauptkomponenten:

- Weitbereichscoulometer für Amperometrie
- Rühr-/Kühlblock für die Messzellen
- Messzellen mit Elektroden
- Schwefelsäuregefäß, gegebenenfalls mit Splitabgang und Sicherheitsgefäß
- Splitventil
- Puffergefäß, als Druckausgleich um die Schaltimpulse des Splitventils zu kompensieren
- Adsorptionsrohr
- Halogenidfalle

Für den multi EA 4000 CI befindet sich außerdem die Steuerelektronik im CI-Modul.

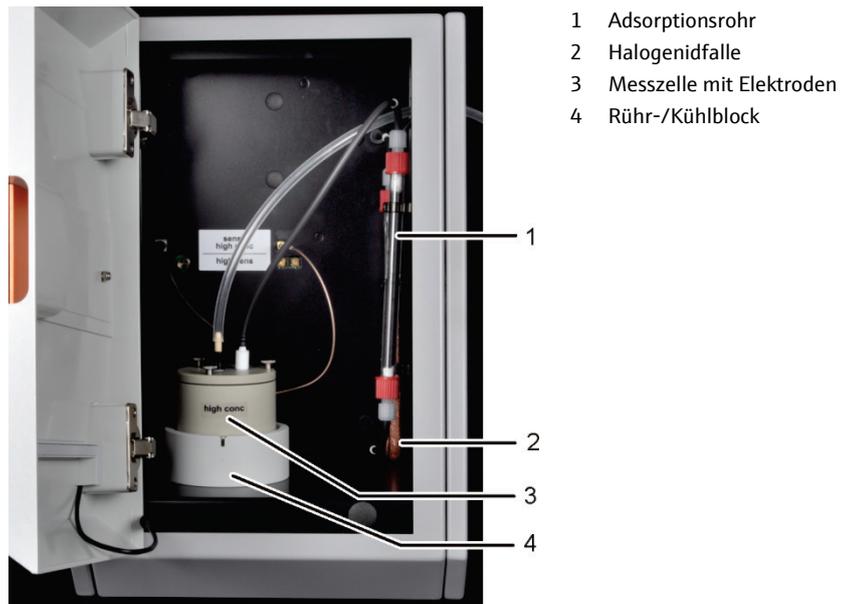


Bild 12 CI-Modul

### 3.4.1 Coulometerbaugruppe und Messzelle

Die Messzelle steht in 2 Ausführungen zur Verfügung:

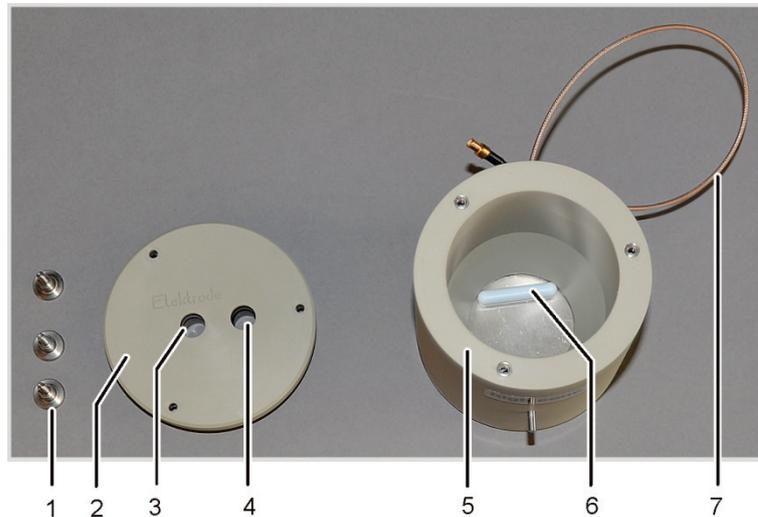
	„sensitive“ Messzelle 40 ml	„high concentration“ Messzelle 150 ml
Elektrolytvolumen	ca. 20 ml	ca. 120 ml
Messbereich – absolut Cl (ohne Messgassplitting)	1 – 100 µg	10 – 1000 µg
Messbereich (mit Messgassplitting)	1 – 2 mg abs. Gesamtchlor	10 µg – 20 mg abs. Gesamtchlor
Rührprinzip	Magnetrührung	Magnetrührung
Indikationsprinzip	Wechselstrom- Biamperometrie	Wechselstrom- Biamperometrie
Generationsprinzip	anodische Silberauflösung	anodische Silberauflösung
Generatorstrom	dynamisch bis 1 mA	dynamisch bis 10 mA
Temperaturregelung auf Arbeitstemperatur	18 – 20 °C	18 – 20 °C

#### Aufbau der Messzelle

Die Messzelle besteht aus dem Elektrodenraum, der die Elektrolytlösung aufnimmt, und den im Modul angeordneten Rührblock. Am Boden des Elektrodenraumes befindet sich die Generatoranode, in Form eines stabilen Silberblechs. Der Magnetrüher läuft oberhalb der Anode.

Die Zelle wird mit einem Deckel durch drei Rändelschrauben luftdicht verschlossen. Die beiden Deckeldurchführungen (Bohrungen) dienen zur Halterung der Kombielektrode und einer Saugolive. Die gekennzeichnete Öffnung ist für die amperometrische Kombielektrode vorgesehen. Die nicht gekennzeichnete Öffnung wird für die Direktinjektion in die Messzelle bzw. zum Anschluss der Saugolive genutzt.

Mit dem Einschalten des Chlormoduls setzt sich der Magnetrührstab im Messzellenbecher in Bewegung. Die voreingestellte Zelltemperatur beträgt 20 °C und kann als Methodenparameter im Programm multiWin geändert werden.

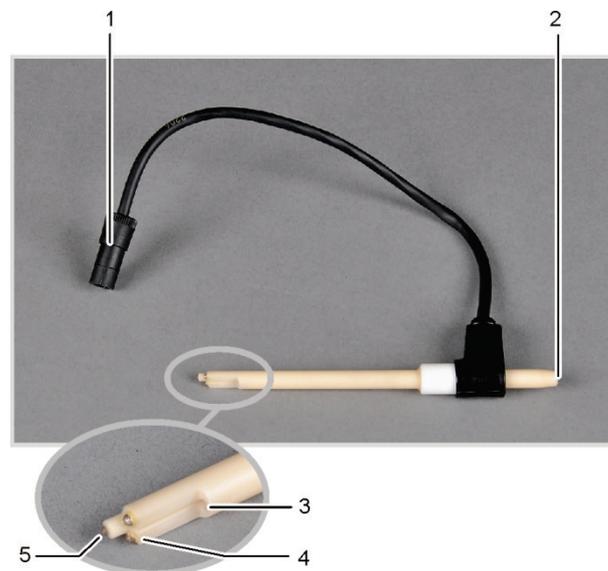


**Bild 13** Aufbau der Messzelle

- |  |  |
|--|--|
| 1 Rändelschrauben  | 5 Elektrodenraum mit Silberanode       |
| 2 Deckel   | 6 Magnetrührstab                       |
| 3 Öffnung für Elektrode (beschriftet)                                    | 7 elektrischer Anschluss der Messzelle |
| 4 Öffnung für Olive zum Anschluss an Absaugschlauch bzw. Direktinjektion |  |

**Kombielektrode**

Die Kombielektrode vereint Indikatorelektroden (Ag), Generatorkathode (Pt) und Gaseinleitung. Die Generatoranode befindet sich als Silberanode in den beiden Messzellenrundkörpern (siehe oben).



- |                              |
|------------------------------|
| 1 Anschlussstecker           |
| 2 Anschluss Messgasschlauch  |
| 3 Gaseinleitung in Messzelle |
| 4 Indikatorelektroden (Ag)   |
| 5 Generatorkathode (Pt)      |

**Bild 14** Kombielektrode für Messzelle

### 3.4.2 Verbrennungsrohr und Messgastrocknung

Als Verbrennungsrohr wird bei der Cl-Bestimmung ein Quarzrohr eingesetzt. Die Sauerstoffzufuhr für die Verbrennung erfolgt über einen Bypass im Quarzrohr. Das Messgas wird am Seitenstutzen des Quarzrohres abgesaugt und über die Trocknung zum Cl-Modul geführt. Die mit Argon versorgte Gasschleuse verhindert, dass das Messgas aus dem Eingang des Verbrennungsrohres austritt. Das Ende des Verbrennungsrohres ist mit Quarzwolle verschlossen, um zu verhindern, dass Stäube in das Schlauchsystem des multi EA 4000 gelangen.

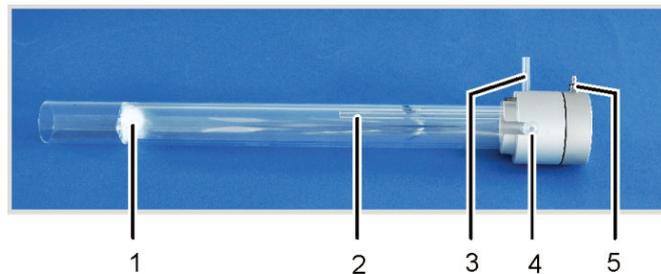
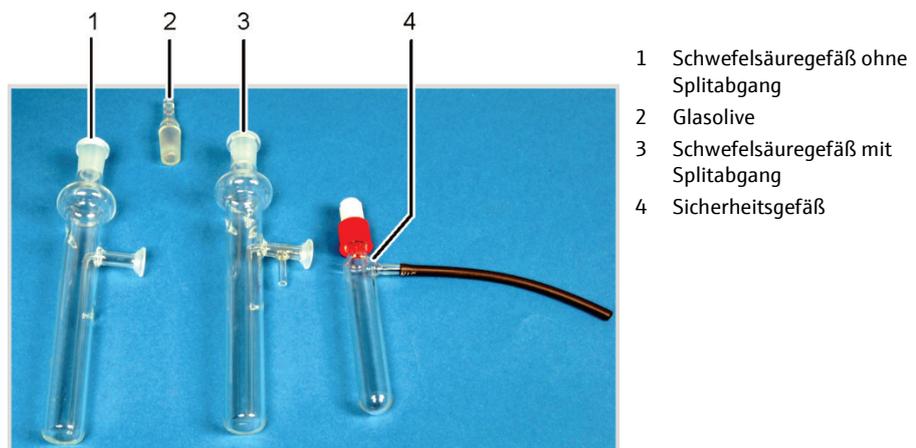


Bild 15 Verbrennungsrohr aus Quarz mit Gasschleuse

- |   |                                  |   |                                      |
|---|----------------------------------|---|--------------------------------------|
| 1 | Quarzwollstopfen                 | 4 | Messgasabgang mit Schlifffverbindung |
| 2 | Bypass für Sauerstoffzufuhr      | 5 | Argonzufuhr an der Gasschleuse       |
| 3 | Anschluss-Stutzen für Sauerstoff |   |                                      |

Chlorwasserstoff (HCl) besitzt eine hohe Affinität zu Wasser und löst sich deshalb in kondensiertem Wasser. Dieses Verhalten führt bei der Analyse zu Minderbefunden bzw. Memory-Effekten. Um eine Kondensation zu verhindern, muss das Messgas sofort nach Austritt aus dem Verbrennungsrohr getrocknet werden. Als Trockenmittel wird konzentrierte Schwefelsäure verwendet. Zwei spezielle Schwefelsäuregefäße, entsprechend der Methode mit oder ohne Messgas-Splitting, kommen zum Einsatz.

Bei Verwendung des Schwefelsäuregefäßes mit Split-Abgang wird ein zusätzliches Sicherheitsgefäß in den Gasweg eingebaut. Dieses fängt Schwefelsäure auf, die unter Umständen aus dem Schwefelsäuregefäß gesogen wird.



- |   |                                     |
|---|-------------------------------------|
| 1 | Schwefelsäuregefäß ohne Splitabgang |
| 2 | Glasolive                           |
| 3 | Schwefelsäuregefäß mit Splitabgang  |
| 4 | Sicherheitsgefäß                    |

Bild 16 Schwefelsäuregefäße für die Messgastrocknung

### 3.4.3 Messgasreinigung

#### Halogenidfalle

Bei der Betriebsart mit Split wird das gesamte Messgas aus dem Verbrennungsraum in ein definiertes Verhältnis aufgeteilt. Zur Analyse in die Messzelle gelangt nur ein Anteil des Messgases, so dass auch hohe Chlorkonzentrationen bestimmt werden können. Der verworfene Teil des Messgases wird über die Halogenidfalle im CI-Modul geleitet, um das HCl aus dem Gastrom zu entfernen und das Splitventil und die Saugpumpe vor Korrosion zu schützen.

#### Adsorptionsrohr

Das aus der Messzelle abgesaugte Gas wird über das Adsorptionsrohr geleitet. Dabei werden die aus dem Elektrolyten austretenden Essigsäuredämpfe entfernt. Als Adsorptionsmittel wird Aktivkohle verwendet.

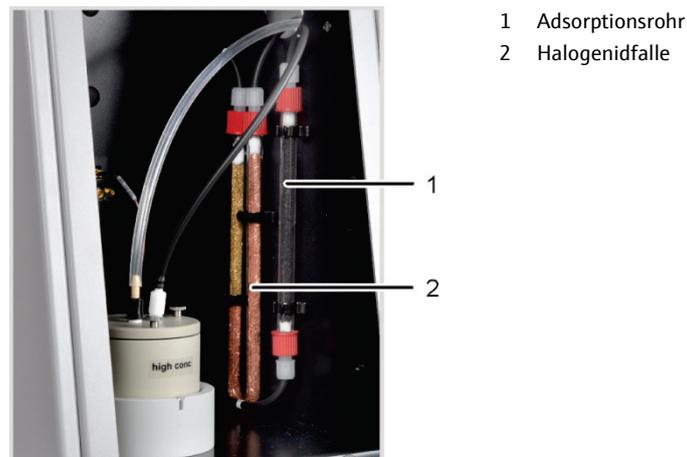


Bild 17 Halogenidfalle und Adsorptionsrohr im CI-Modul

### 3.4.4 Anschlüsse

Die an der Frontseite des CI-Moduls angebrachte grüne LED leuchtet nach dem Einschalten des Moduls.

In Abhängigkeit von der Ausrüstung des multi EA 4000 mit oder ohne C/S-Modul befinden sich auf der Rückseite die Anschlüsse zur Verbindung mit dem C/S-Modul oder dem Grundgerät und dem Probengeber.

Die Schläuche für die Zufuhr von Messgas und den Bypass werden durch den Kanal im Grundgerät durch die Öffnung in der rechten Gerätewand in das Chlormodul geführt.



Bild 18 Anschlüsse des CI-Modul in Kombination mit einem C/S-Modul

- |                              |  |
|------------------------------|--|
| 1 Netzschalter               | 4 Anschluss „CI-Coul“ – Verbindung mit C/S-Modul |
| 2 Sicherungshalter           | 5 Gasanschluss „CI“ – Anschluss an das C/S-Modul |
| 3 Anschluss des Netzsteckers |  |

Ist kein C/S-Modul installiert, verfügt das CI-Modul auf der Rückseite über weitere Schnittstellen zur Kommunikation mit dem multi EA 4000 und dem Probengeber. Die Schnittstellenbelegung ist im Abschnitt "multi EA 4000 CI aufstellen" S. 53 beschrieben.

Die elektrischen Anschlüsse für die Messzelle und die Kombielektrode befinden sich an der rückwärtigen Innenwand des Gerätes.

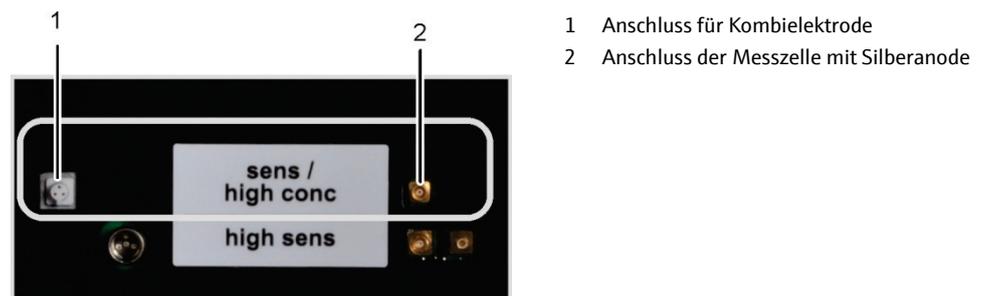


Bild 19 Anschlüsse für die coulometrische Messzelle im CI-Modul

### 3.5 Automatisches TIC-Feststoffmodul

Das Automatische TIC-Feststoffmodul ergänzt den multi EA 4000 zur Bestimmung des TIC (TC, TOC) in Feststoffen. Über Ansäuern und Ausblasen gebildetes Kohlendioxid wird in den NDIR-Detektor des multi EA 4000 überführt. Folgende Analysenmodi sind möglich:

- TIC-Bestimmung
- TOC-Bestimmung nach Differenzverfahren
- TOC-Bestimmung nach Direktverfahren

Das Automatische TIC-Feststoffmodul ist ausschließlich für den automatischen Betrieb in Kombination mit dem multi EA 4000 C bzw. multi EA 4000 C/S und dem Probengeber FPG 48 geeignet.

Das Automatische TIC-Feststoffmodul besteht aus folgenden Komponenten:

- TIC-Reaktor
- Phosphorsäurepumpe
- Komponenten für die Messgasreinigung und Trocknung
- Anschlüsse

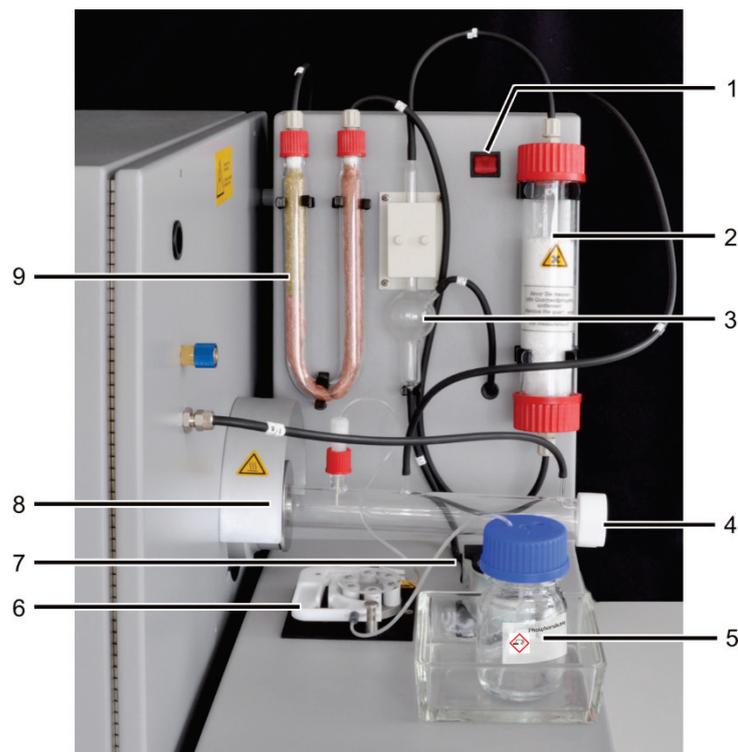


Bild 20 Automatisches TIC-Feststoffmodul

- |                             |   |
|-----------------------------|---|
| 1 Netzschalter              | 6 Säurepumpe für Phosphorsäure bzw. Salzsäure     |
| 2 Trockenrohr               | 7 Kondensatpumpe                                  |
| 3 Kondensatgefäß            | 8 Anschluss des TIC-Reaktors an den multi EA 4000 |
| 4 TIC-Reaktor               | 9 Halogenidfalle                                  |
| 5 Flasche für Phosphorsäure |   |

### 3.5.1 Technische Daten

Allgemeine Kenndaten	
Bezeichnung/Typ	Automatisches TIC-Feststoffmodul
Abmessungen	300 x 470 x 550 mm Probengeber: 520 x 500 x 700 mm
Masse	ca. 5 kg
Verfahrensdaten	
Messverfahren	TIC
Detektion	NDIR (gekoppelt mit VITA-Verfahren)
Probenmenge	bis 3000 mg (TC) bzw. 50 mg (TIC)
Elektrische Kenngrößen	
Anschluss	100 – 240 V AC ( $\pm 10\%$ ), 50 – 60 Hz
Absicherung	T 2 AH (Nur Originalsicherungen der Analytik Jena verwenden!)
maximale Leistungsaufnahme	20 VA
Schnittstelle zum C/S-Modul	RS 232

### 3.5.2 Aufbau

#### TIC-Reaktor

Das Quarzrohr wird mit einer Kupplung am Keramikverbrennungsrohr montiert. Ein Rändelring mit Schraubgewinde klemmt dabei den TIC-Reaktor und dichtet durch Druck auf die innenliegenden Dichtringe die Verbindung ab. Am Reaktor befinden sich die Anschlüsse für die Säurezufuhr, den Abgang des Messgases und den Zufluss des Sauerstoffs. Durch die Zufuhr des Sauerstoffs am Reaktoreingang wird eine Gasschleuse realisiert, die verhindert, dass Messgas durch den offenen Eingang entweicht. Die mit Proben beladenen Keramikschiffchen werden mit dem speziell umgerüsteten Probengeber FPG 48 in den Reaktor überführt.

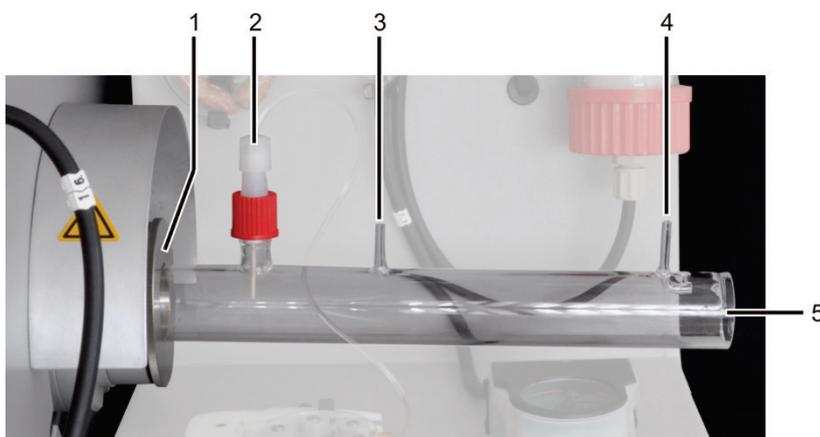


Bild 21 TIC-Reaktor

- |                                       |                                  |
|---------------------------------------|----------------------------------|
| 1 Halterung am multi EA 4000          | 4 Eingang für Sauerstoffzufuhr   |
| 2 Zufuhr der Säure über Keramikkanüle | 5 Einschub für Keramikschiffchen |
| 3 Messgasausgang                      |                                  |

## Schlauchsystem

Die Verbindung zwischen den einzelnen Komponenten erfolgt über gekennzeichnete Schläuche. Den Schlauchplan finden Sie im Abschnitt "Automatisches TIC-Feststoffmodul aufstellen" S. 59.

Für die Zufuhr der Phosphorsäure und die Entfernung des Kondensats werden Schlauchpumpen eingesetzt. Die Phosphorsäure-Pumpe fördert 40%ige Phosphorsäure zum TIC-Reaktor. Über die Kondensatpumpe wird das Kondensat aus der Messgastrocknung automatisch nach jeder Messung abgepumpt.

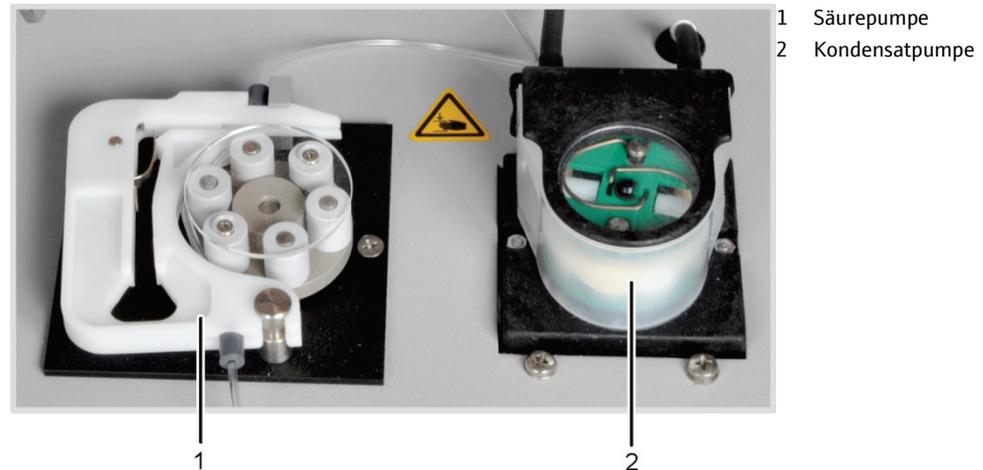


Bild 22 Schlauchpumpen am Automatischen TIC-Feststoffmodul

Während das Probenschiffchen kontinuierlich durch den Probengeber FPG 48 in Richtung multi EA 4000 geschoben wird, wird die Probe gleichmäßig mit der Phosphorsäure versetzt.

## Komponenten zur Messgastrocknung und Reinigung

Das freigesetzte Messgas wird aus dem Reaktor zur Kondensationsschleife geleitet, die auf der Rückseite des Automatischen TIC-Feststoffmoduls befestigt ist. Das Messgas wird in der Kondensationsschleife schnell abgekühlt und der Wasserdampf kondensiert. Das Messgas-Wasser-Gemisch wird über eine Schlauchleitung zum Gas-Flüssigkeits-Separator, bestehend aus einem Kondensatgefäß und einem Peltier-Kühlblock, geführt.

Das Messgas wird über den seitlichen Eingang in das Kondensatgefäß geleitet. Die Messgastrocknung erfolgt durch Ausfrieren im Kühlblock. Das trockene Messgas wird über den oberen Anschluss aus dem Kondensatgefäß geführt. Die Kondensatpumpe pumpt das durch den unteren Abgang ablaufende Kondensat automatisch nach jeder Messung zum Abfallgefäß.

Das Messgas wird schließlich durch das mit Magnesiumperchlorat gefüllte Trockenrohr geleitet. Danach ist die Trocknung abgeschlossen.

Zur weitgehenden Entfernung störender Bestandteile des Messgases sowie zum Schutz der Detektoren und des Durchflussreglers im C/S-Modul ist nach der Messgastrocknung eine Halogenidfalle (U-Rohr) in den Gasweg eingebaut. Das U-Rohr ist mit einer speziellen Kupferwolle und Messingwolle gefüllt. Die Füllung der Halogenidfalle muss spätestens dann erneuert werden, wenn die Hälfte der Kupferwolle verfärbt oder die Messingwolle verfärbt ist.

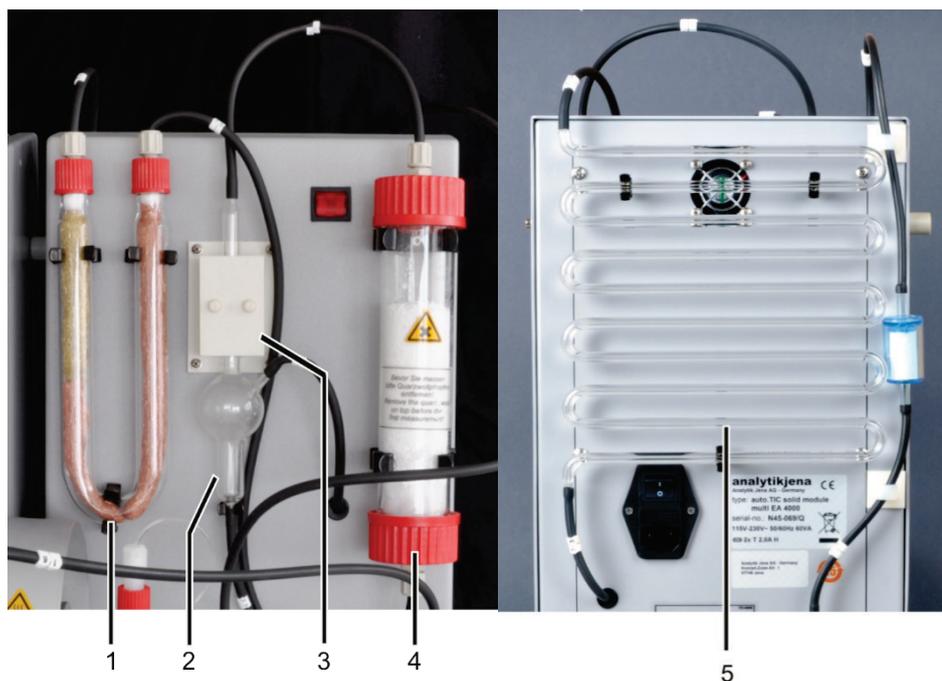


Bild 23 Messgastrocknung und -reinigung am Aut. TIC-Feststoffmodul

- |                     |                        |
|---------------------|------------------------|
| 1 Halogenidfalle    | 4 Trockenrohr          |
| 2 Kondensatgefäß    | 5 Kondensationschlange |
| 3 Peltier-Kühlblock |                        |

Ein Staubfilter ist zwischen der Halogenidfalle (1 in Bild 23) und dem Umschaltventil auf der Rückseite des Automatischen TIC-Feststoffmoduls platziert.



Bild 24 Staubfilter vor dem Umschaltventil

Anschlüsse

Die Anschlüsse befinden sich auf der Rückseite des Automatischen TIC-Feststoffmoduls.

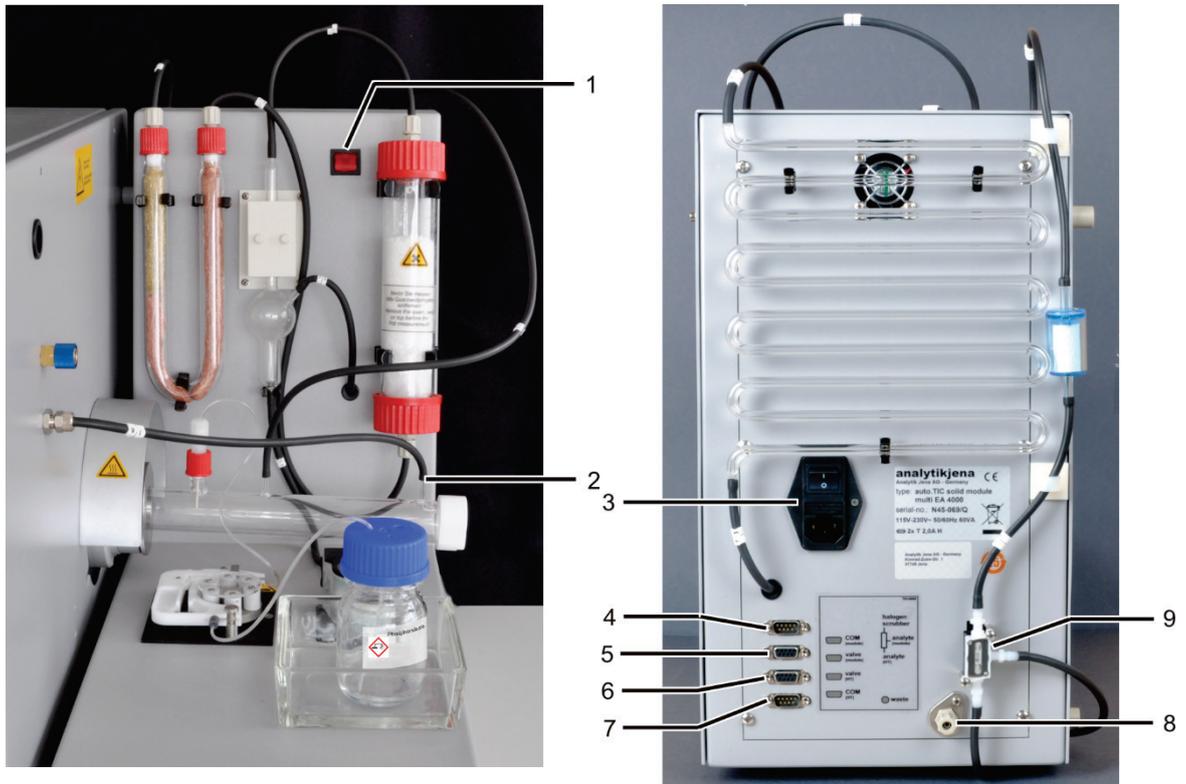


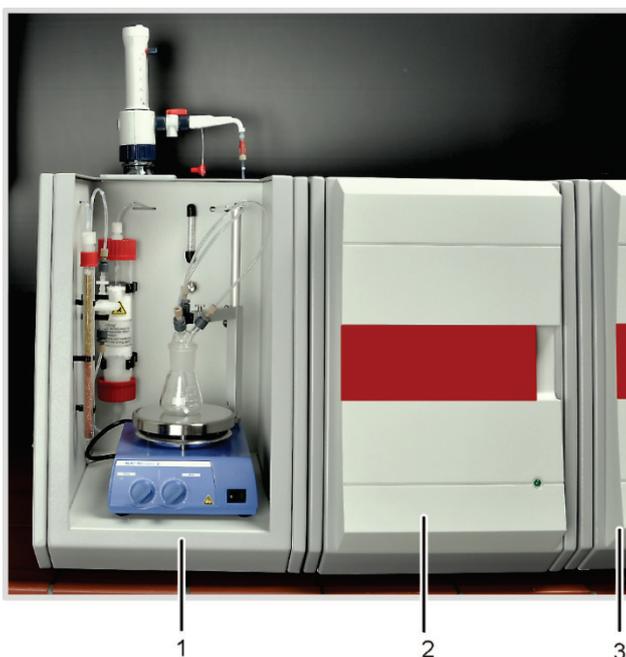
Bild 25 Anschlüsse am Automatischen TIC-Feststoffmodul

- |   |   |
|---|---|
| 1 Netzschalter  | 6 Anschluss „valve HT“ bleibt frei  |
| 2 Gasanschluss für Sauerstoff am TIC-Reaktor              | 7 Anschluss „COM HT“ zum Anschluss an das Verbrennungsmodul HTS1500 des multi EA 4000 |
| 3 Netzeingangsmodul mit Netzschalter und Sicherungshalter | 8 Anschluss „waste“ für den Abfallschlauch zum Ableiten des Kondensats                |
| 4 Anschluss „COM module“ zum Anschluss an das C/S-Modul   | 9 Umschaltventil  |
| 5 Anschluss „valve module“ zum Anschluss an das C/S-Modul |   |

Das Automatische TIC-Feststoffmodul ist mit zwei Netzschaltern ausgerüstet. Da der Schalter am Netzeingangsmodul unter der Kondensatschlange schwer zugänglich ist, gibt es einen zweiten an der Vorderseite. Beide Netzschalter müssen im Betrieb eingeschaltet sein. Um das Gerät auszuschalten, genügt es, den Schalter auf der Vorderseite zu betätigen.

### 3.6 Manuelles TIC-Feststoffmodul

Das Manuelle TIC-Feststoffmodul ermöglicht die Bestimmung von TIC in Feststoffen in Verbindung mit dem multi EA 4000 C bzw. multi EA 4000 C/S. Das Ansäuern der Proben und das Austreiben des TIC erfolgt bei erhöhten Temperaturen. Das Messgas wird mit dem Trägergas zum Detektor des C/S-Moduls geschoben. Das Manuelle TIC-Feststoffmodul ist nur für die manuelle Probenzufuhr konzipiert. Eine Automatisierung mit einem Probengeber ist nicht möglich.



- 1 Manuelles TIC-Feststoffmodul
- 2 C/S-Modul
- 3 Grundgerät multi EA 4000

Bild 26 Manuelles TIC-Feststoffmodul

#### 3.6.1 Technische Daten

Allgemeine Kenndaten	
Bezeichnung/Typ	Manuelles TIC-Feststoffmodul
Abmessungen	300 x 750 x 550 mm
Masse	ca. 10 kg
Verfahrensdaten	
Messverfahren	TIC
Detektion	NDIR (gekoppelt mit VITA-Verfahren)
Probenmenge	bis 3000 mg
Gasversorgung	Sauerstoff mind. 2.5 200 – 400 kPa (29 – 58 psi)
Elektrische Kenngrößen	
Anschluss	220-240 V AC ( $\pm 10\%$ ), 50/60 Hz (100 V AC / 115 V AC auf Anfrage)
Absicherung	T 10 A H (Nur Originalsicherungen der Analytik Jena verwenden!)
maximale Leistungsaufnahme	415 VA

### 3.6.2 Aufbau des Manuellen TIC-Feststoffmoduls

**TIC-Reaktionskammer**

Als Reaktor dient ein 50 ml-Erlenmeyerkolben auf den ein TIC-Kopf mit drei Anschlüssen für die Zufuhr der Phosphorsäure, des Sauerstoffs als Trägergas und den Messgasabgang aufgesetzt wird.

Ein Magnetrührwerk mit beheizter Arbeitsplatte sorgt für eine gute Durchmischung der Probe mit der zugeführten Säure und erwärmt sie etwas, um die Reaktion zu beschleunigen.

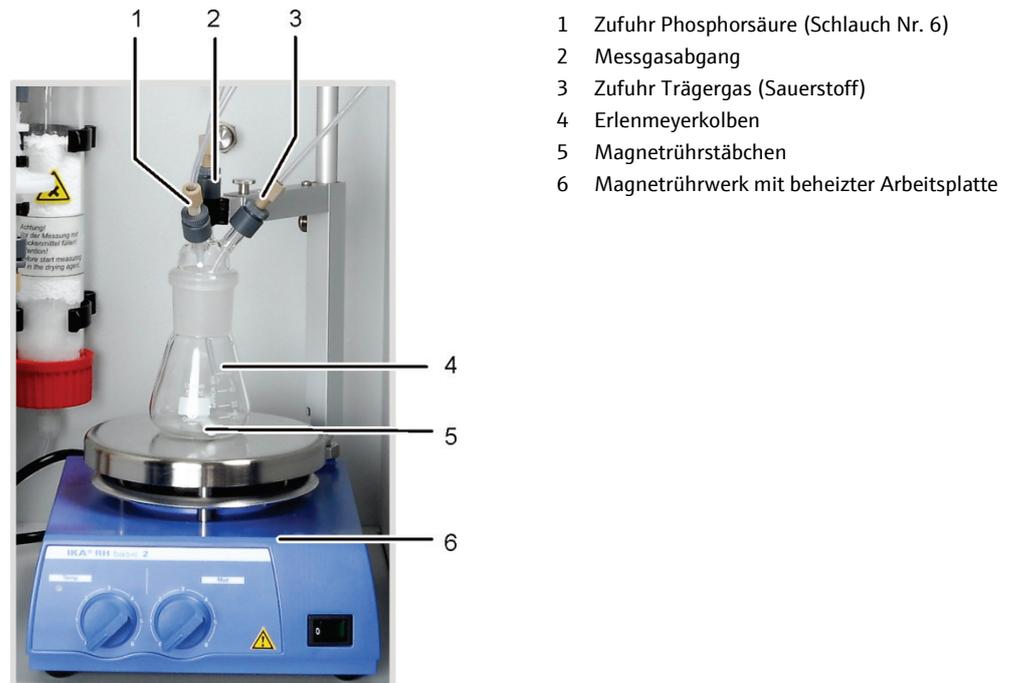


Bild 27 TIC-Reaktor des Manuellen TIC-Feststoffmoduls

**Flusseinstellung des Trägergasstroms**

Die Einstellung des Trägergasstroms erfolgt über das Nadelventil „O<sub>2</sub>“ mit Messglas auf der Zwischenwand des Manuellen TIC-Feststoffmoduls.

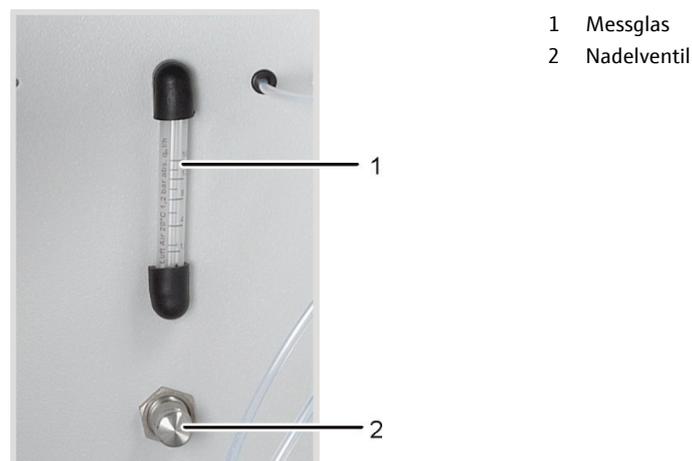


Bild 28 Durchflussregler für den Sauerstoffstrom

## Säurezufuhr

Die Säure wird mit der Dosierpumpe von Hand dosiert. Der Schlauch für die Säurezufuhr zum Reaktor ist mit einem Ventil an der Dosierpumpe angeschlossen. Das Ventil im Hahn der Dosierpumpe ist nach der Säurezufuhr zum Reaktor zu schließen. Damit wird verhindert, dass die Säure versehentlich in den Analysator gesaugt wird.

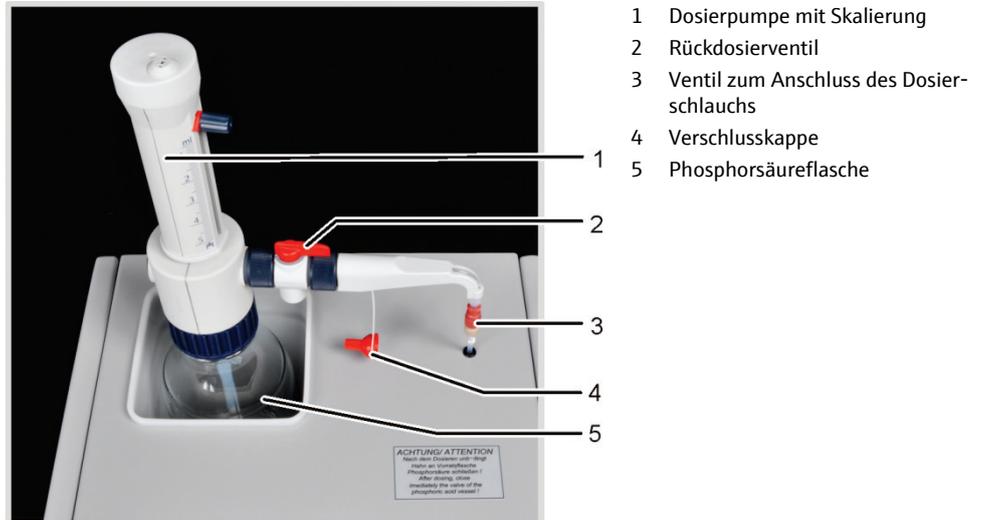


Bild 29 Dosierpumpe für Säure am Manuellen TIC-Feststoffmodul

## Messgastrocknung und Reinigung

Direkt nach dem Reaktor ist das Trockenrohr, gefüllt mit Magnesiumperchlorat als Trockenmittel, in den Gasweg eingebaut.

Auf die Trockenpatrone folgen zwei Wasserfallen. Die größere Wasserfalle (TC-Vorfilter) hält Aerosole im laufenden Betrieb zurück, die kleinere Wasserfalle (Einwegrückhaltefilter) hält aufsteigendes Wasser zurück.

Zur weitgehenden Entfernung störender Bestandteile des Messgases sowie zum Schutz der Detektoren und des Durchflussreglers im C/S-Modul wird eine Halogenidfalle verwendet. Das U-Rohr der Halogenidfalle ist mit einer speziellen Kupferwolle und Messingwolle gefüllt. Die Füllung der Halogenidfalle muss spätestens dann erneuert werden, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt sind.

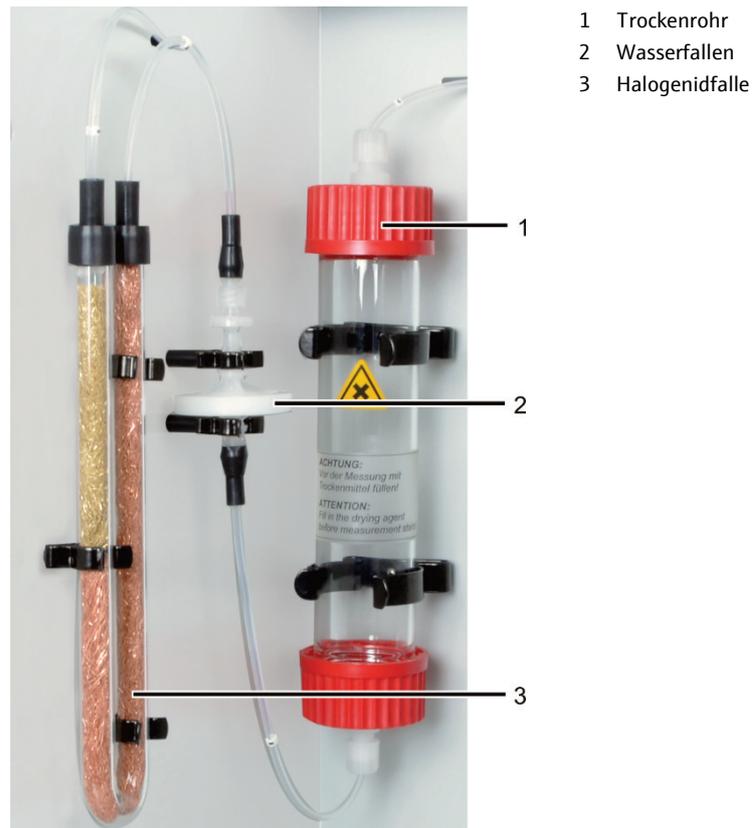


Bild 30 Messgastrocknung und -reinigung am Man. TIC-Feststoffmodul

Anschlüsse

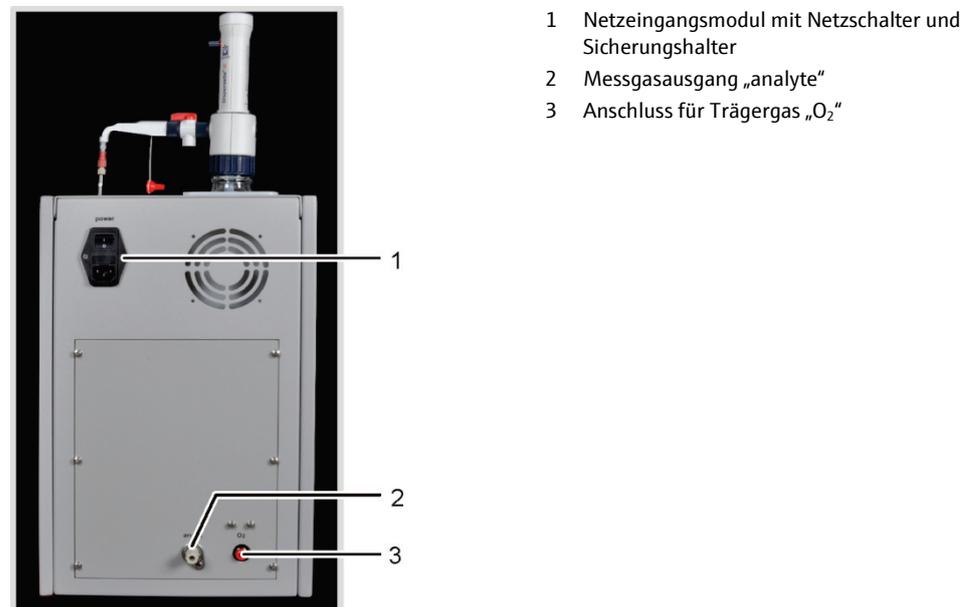


Bild 31 Anschlüsse am Manuellen TIC-Feststoffmodul

## 3.7 Weitere optionale Zubehöre

### 3.7.1 Probengeber

Für den multi EA 4000 stehen zwei Varianten für die Probenzufuhr zur Verfügung:

- der Feststoffprobengeber FPG 48
- der Handvorschub

#### Probengeber FPG 48

Der Probengeber FPG 48 bietet Platz für 48 Probenschiffchen. Die Schiffchen werden automatisch von den Tablettis aufgenommen und in den Verbrennungsofen überführt. Der Vorschub für die Überführung erfolgt rechnergesteuert. Je nach Ausstattung werden die Schiffchen nach der Messung wieder auf dem Probengeber abgelegt oder nach Abkühlung in einen Abfallcontainer abgeworfen.

Bei Analysen im Quarzverbrennungsrohr (Cl-Messungen) kann der FPG 48 mit einem Flammensensor kombiniert werden.

#### Handvorschub

Der Handvorschub ist eine robuste Vorrichtung, die es ermöglicht, den Keramikhaken mit Probenschiffchen gerade ausgerichtet in den Verbrennungsofen zu schieben. Bei der manuellen Probenzufuhr ist darauf zu achten, dass bei sehr reaktiven Proben die Überführung in das Verbrennungsrohr langsam und kontrolliert erfolgen muss.

### 3.7.2 Flammensensor

Für die Cl-Bestimmungen kann optional ein Flammensensor mit dem Probengeber FPG 48 kombiniert werden. Mit dem Flammensensor wird die Verbrennung bei sehr reaktiven Proben im Quarzrohr optisch erfasst und der Vorschub des Schiffchens entsprechend der Flammenhelligkeit gesteuert. Die so optimierten Verbrennungscharakteristiken ergeben präzise Messergebnisse.

### 3.7.3 Waage

Zur automatischen Mengenübernahme für die Berechnung der Analysenergebnisse kann eine Waage angeschlossen werden. Entsprechend den Anweisungen im Programm sind die Proben zu wiegen. Die ermittelten Massen werden automatisch in die Probentabelle übernommen.

## 4 Messverfahren

Mit dem Analysator multi EA 4000 können folgende Parameter als Summenparameter bestimmt werden.

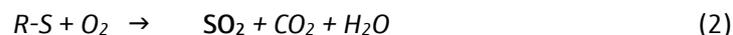
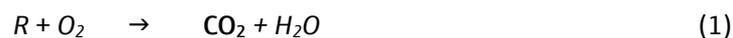
- TS – gesamter Schwefel (Total Sulfur)
- TC – gesamter Kohlenstoff (Total Carbon)
- TCl – gesamtes Chlor (Total Chlorine)
- TOC – gesamter organischer Kohlenstoff (Total Organic Carbon)
- TIC – gesamter anorganischer Kohlenstoff (Total Inorganic Carbon)
- EC – elementarer Kohlenstoff (Elemental Carbon)
- TC-EC – Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse
- AOC – abbaubarer organischer Kohlenstoff

In der Steuer- und Auswertesoftware multiWin kann die Bestimmung mehrerer Parameter kombiniert werden.

### 4.1 TC/TS-Analyse

Der multi EA 4000 mit C/S-Modul ist ein spezielles System zur Simultan- bzw. Einzelbestimmung des Gesamtkohlenstoffs und Gesamtschwefels in festen und pastösen Proben durch Hochtemperaturoxidation im Sauerstoffstrom.

Ein Probenaliquot wird präzise in ein Verbrennungsschiffchen eingewogen und vollständig in die heiße Zone des Ofens überführt. Dort erfolgen die Zersetzung und die Oxidation der Probe im Sauerstoffstrom bei hoher Temperatur.



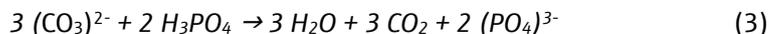
R kohlenstoffhaltige Substanz

Das entstandene Messgas wird getrocknet und enthaltene Halogenide entfernt. Der CO<sub>2</sub>/SO<sub>2</sub>-Gehalt im Trägergas wird mit NDIR-Detektoren analysiert, die selektiv für CO<sub>2</sub> und SO<sub>2</sub> sind.

### 4.2 TIC-Analyse

Bei der TIC-Analyse wird der gesamte anorganische Kohlenstoff aus Carbonaten und Hydrogencarbonaten in festen oder pulverförmigen Proben erfasst. Cyanide, Cyanate, Isocyanate und Kohlenstoffpartikel werden nicht erfasst.

Zur Bestimmung des anorganischen Kohlenstoffs (TIC) wird einem Aliquot der Probe Säure hinzugegeben. Dadurch zersetzen sich die darin enthaltenen Carbonate/ Hydrogencarbonate. Das CO<sub>2</sub> wird ausgetrieben und detektiert. Es findet keine thermische Oxidation statt.



Der Probenaufschluss erfolgt in einem TIC-Feststoffmodul. Das Messgas wird im C/S-Modul detektiert.

## 4.3 TOC-Analyse

Bei der TOC-Analyse wird der in der Probe enthaltene gesamte organische Kohlenstoff erfasst. Im multi EA 4000 kann der TOC-Gehalt auf zwei Wegen bestimmt werden:

- Differenzmethode
- Direktmethode

Die Differenzmethode sollte angewendet werden, wenn die Probe leicht austreibbare organische Substanzen wie Benzol, Cyclohexan, Chloroform etc. enthält. Liegt der TIC-Gehalt der Probe deutlich über dem TOC-Gehalt, sollte die Differenzmethode nicht angewendet werden.



### BEACHTEN

Für die TOC-Analyse mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul ist die Differenzmethode zu bevorzugen. Dabei werden das Verbrennungsrohr und die Detektoren nicht mit Säure belastet.

### 4.3.1 Differenzmethode für die TOC-Analyse

Die Differenzmethode kann unter Verwendung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls erfolgen. Die Probe wird auf zwei Schiffchen eingewogen. Nacheinander werden in zwei Messungen der TIC und der TC bestimmt. Die rechnerische Differenz wird als TOC angegeben. Mit dem Differenzverfahren werden sowohl flüchtige als auch nicht flüchtige organische Kohlenstoffverbindungen erfasst.

$$\text{TOC} = \text{TC} - \text{TIC} \quad (4)$$

TOC	gesamter organischer Kohlenstoff
TC	gesamter Kohlenstoff
TIC	gesamter anorganischer Kohlenstoff

### 4.3.2 Direktmethode für die TOC-Analyse

Mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul kann die Bestimmung des TIC und des TOC auch direkt erfolgen. Nach der Austreibung des TIC im TIC-Reaktor mit Salzsäure und der Bestimmung des TIC-Gehaltes wird das Probenschiffchen in das Verbrennungsrohr überführt. Wie bei der TC/TS-Analyse erfolgen die Zersetzung und die Oxidation der Probe im Sauerstoffstrom bei hoher Temperatur.

Für die Bestimmung des TOC mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul muss die Probe mit Salzsäure versetzt werden. Für die TOC-Analyse wird deshalb die Differenzmethode favorisiert.

Für die Bestimmung des TOC ohne Verwendung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls wird die Feststoffprobe auf dem Verbrennungsschiffchen mit Salzsäure versetzt, um den anorganischen gebundenen Kohlenstoff zu entfernen. Das durch die Reaktion aus den Carbonaten entstehenden CO<sub>2</sub> verflüchtigt sich. Die feuchte, mit Säure versetzte Probe wird im Trockenschrank bei < 40 °C mindestens 3 Stunden getrocknet, wobei sich der Überschuss an Salzsäure verflüchtigt. Die so vorbereitete Probe kann anschließend im multi EA 4000 wie bei der TC/TS-Analyse auf organisch gebundenen Kohlenstoff untersucht werden.

Da die Säure nur CO<sub>2</sub> aus Carbonaten und Hydrogencarbonaten freisetzt, wird elementarer Kohlenstoff oder der Kohlenstoff aus Carbiden, Cyaniden, Cyanaten, Isocyanaten und Thiocyanaten als TOC miterfasst.

## 4.4 Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse: TC-EC (optional)

Die Bestimmung des Gehalts an Kohlenstoff einer Probe erfolgt im optionalen Pyrolysemodus in vier Schritten.

Die Originalprobe wird in zwei Schiffchen – **Schiffchen 1** und **Schiffchen 2** – eingewogen.

1. Die Probe im **Schiffchen 1** wird zuerst im Argonstrom pyrolysiert. Dabei entweichen die bei der vorgewählten Temperatur flüchtigen Anteile der enthaltenen Kohlenstoffverbindungen. Im Idealfall und / oder nach entsprechender Vorbehandlung verbleibt der elementare Kohlenstoff (EC) auf dem Schiffchen.
2. Der Anteil des verbliebenen Kohlenstoffs (EC) in der bereits pyrolysierten Probe wird durch Verbrennung im Sauerstoffstrom bestimmt.
3. Die Probe im **Schiffchen 2** wird zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts (TC) im Sauerstoffstrom umgesetzt.
4. Aus der Differenz der beiden erhaltenen Messwerte (TC und EC) kann auf die Menge an abbaubaren oder aktiven Kohlenstoff geschlossen werden.

## 4.5 Datenauswertung im C/S-Modus

### 4.5.1 Kalibrierverfahren

Jeder Parameter (Verfahren) einer Methode kann kalibriert werden. Die zu kalibrierenden Parameter einer Methode können einzeln festgelegt werden. Es müssen nicht zwingend alle Parameter kalibriert werden.

Für jeden Parameter können in einer Methode bis zu drei Kalibrierfunktionen hinterlegt werden. Die Zuordnung erfolgt automatisch.

Die Ermittlung der Kalibrierfunktion erfolgt massebezogen. Es werden lineare bzw. quadratische Kalibrierfunktionen entsprechend der Gleichungen (5) und (6) durch Regressionsrechnung bestimmt.

$$c = (k_1 \times I_{\text{Netto}} + k_0)/m \quad (5)$$

$$c = (k_2 \times I_{\text{Netto}}^2 + k_1 \times I_{\text{Netto}} + k_0)/m \quad (6)$$

c	Sollgehalt des Standards
m	Probenmasse
$I_{\text{Netto}}$	Nettointegral
$k_0, k_1, k_2$	Kalibrierkoeffizienten

Der Regressionstyp (linear oder quadratisch) kann vom Anwender festgelegt werden. Es ist möglich, einzelne Messpunkte oder Messwerte für die Berechnung der aktuellen Kalibrierung auszuwählen (manuelle Ausreißerselektierung). Außerdem können einzelne Standards, falls erforderlich, nochmals bestimmt werden oder zusätzliche Messpunkte der Kalibrierung hinzugefügt werden.

Die Software multiWin bietet die Möglichkeit, angepasst an die analytische Fragestellung abhängig von Messbereich und Probenmatrix, nach verschiedenen Kalibrierstrategien vorzugehen. Mit dem multi EA 4000 werden Mehrpunktkalibrationen mit variabler Probenmenge und konstanten Konzentrationen durchgeführt.

### 4.5.2 Tagesfaktor

Über den Tagesfaktor ist es möglich, die Kalibrierung mit einem Standard zu überprüfen und zu korrigieren. Alle nachfolgenden Messergebnisse werden mit diesem Faktor multipliziert. Der Tagesfaktor wird nach der Gleichung (7) berechnet:

$$F = \frac{c_{\text{soll}}}{c_{\text{ist}}} \quad (7)$$

### 4.5.3 Verfahrenskenndaten

Reststandardabweichung	Die Reststandardabweichung (Restvarianz) drückt die Streuung der Integralwerte um die Regressionsfunktion (Präzision der Regression) aus.
Verfahrensstandardabweichung	Die Verfahrensstandardabweichung beschreibt in eindeutiger und allgemeingültiger Weise die Güte der Kalibrierung. Zur eindeutigen Qualitätsbewertung einer Kalibrierung ist die Verfahrensstandardabweichung zu verwenden.
Verfahrensvariationskoeffizient	Der Verfahrensvariationskoeffizient (relative Verfahrensstandardabweichung) sollte für den Vergleich verschiedener Kalibrierungen mit unterschiedlichen Kalibrierbereichen verwendet werden.
Korrelationskoeffizient	Der Korrelationskoeffizient vergleicht die Streuung der Kalibriermesspunkte der Regressionsfunktion mit der Gesamtstreuung der Kalibrierung. Liegen alle Kalibriermesspunkte auf der ermittelten Regressionsfunktion, ist der Korrelationskoeffizient +1 bzw. -1. Bei positivem Korrelationskoeffizienten steigt die Regressionsfunktion, bei negativem fällt sie.
Bestimmtheitsmaß	Das Quadrat des Korrelationskoeffizienten wird als Bestimmtheitsmaß bezeichnet.

### 4.5.4 Weitere Berechnungen

Für alle Messungen, bei denen Mehrfachbestimmungen durchgeführt werden, werden der Mittelwert (MW), die Standardabweichung (SD) und der Variationskoeffizient (VK) berechnet und angezeigt. Pro Probe kann maximal eine Dreifachbestimmung durchgeführt werden.

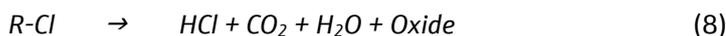
Bei Messungen von TOC mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul in der Differenzmethode oder Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse (TC-EC) findet nur eine Einfachbestimmung statt.

Mittelwert	Der Mittelwert des Endergebnisses wird aus den für die Einzelbestimmungen ermittelten Konzentrationen berechnet.
Schiffchenblindwert	<p>Der Schiffchenblindwert wird bestimmt, indem man ein leeres bzw. ein Schiffchen mit Zusätzen für die Probe in den Verbrennungsofen bringt und analysiert.</p> <p>Der Schiffchenblindwert kann separat bestimmt und in der Steuer- und Auswertesoftware multiWin eingegeben werden. Dieser Wert kann sich mit der Zeit ändern und muss vor Beginn einer Messreihe neu bestimmt werden. Andernfalls wird der zuletzt eingetragene Wert verwendet.</p>

## 4.6 Cl-Bestimmung

Die zu untersuchenden Proben werden in einem Quarzglasschiffchen über eine offene Gasschleuse dem Verbrennungsraum zugeführt. Die Probe wird zunächst im Inertgasstrom (Argon) pyrolysiert. Die dabei entstehenden Pyrolyseprodukte werden etwas verzögert im Sauerstoffstrom vollständig verbrannt.

Die Reaktion läuft nach folgender Gleichung ab:



Der Anteil an HCl wird nach der Messgastrocknung coulometrisch bestimmt. Dabei reagieren die Chloridionen vollständig mit elektrolytisch erzeugten Silberionen zu Silberchlorid.



Aus der für die Erzeugung der Silberionen verbrauchten Ladungsmenge kann nach dem Faraday'schen Gesetz die Chloridmenge errechnet werden.

## 4.7 Datenauswertung im Cl-Modus

### 4.7.1 Endpunktroutine

Nach dem Befüllen der Messzelle oder jedem Wechsel der Elektrolyt-Lösung muss eine Endpunktroutine durchgeführt werden, wobei der Arbeitspunkt des Systems festgelegt wird. Der ermittelte Indikationswert stellt sowohl den Ausgangspunkt als auch den Endpunkt der Titration dar. Die Endpunktroutine wird über die multiWin-Software gestartet.

### 4.7.2 Messung mit Split / Splitfaktor

Bei der Betriebsart mit Split wird das Messgas aus dem Verbrennungsraum in ein definiertes Verhältnis aufgeteilt. Zur Analyse gelangt nur ein Teil des Reaktionsgases in die Messzelle, so dass auch hohe Konzentrationen bestimmt werden können.

Für Cl-Gehalte im unteren Konzentrationsbereich wird ohne Gassplitting gearbeitet. Das Messgas passiert vollständig die Trocknungseinheit und die Messzelle.

Für die Arbeit mit Gassplitting können Anteile von 10 % und 20 % des Messgases gewählt werden. Der aktuelle Splitfaktor einer Methode kann im Methodenfenster auf der Karte KALIBRIERUNG als TAGESFAKTOR (Menüpunkt METHODE ► BEARBEITEN) eingegeben/eingesehen werden.

Bei der Erstellung einer neuen Split-Methode muss aus einer vorhandenen Methode mit gleichem Splitverhältnis der Splitfaktor zunächst durch manuellen Eintrag übernommen werden.

Die Überprüfung und gegebenenfalls Korrektur des aktuellen Splitfaktors erfolgt mit Standards.

### 4.7.3 Auswertung

Die coulometrische Cl-Bestimmung ist eine absolute Analysenmethode. Es wird keine Kalibrierung durchgeführt. Das Ergebnis wird im Analysenreport in der Absolutmasse [ $\mu\text{g}$ ] als auch als Konzentration [ $\mu\text{g/g}$ ] bzw. [ $\text{mg/g}$ ] angegeben.

## 5 Inbetriebnahme

### 5.1 Standortanforderungen

#### 5.1.1 Aufstellbedingungen

An die klimatischen Verhältnisse im Betriebsraum des Analysators werden folgende Forderungen gestellt:

- Temperaturbereich: +10 °C bis +35 °C
- max. Luftfeuchte: 90 % bei 30 °C
- Luftdruck: 70 kPa bis 106 kPa

Die Laboratmosphäre sollte möglichst TOC- und staubarm sowie frei von Zugluft, ätzenden und organischen Dämpfen, Vibrationen und Erschütterungen sein. Im Betriebsraum des Analysators besteht Rauchverbot!

An den Standort des Analysators werden folgende Anforderungen gestellt:

- Stellen Sie den Analysator nicht direkt an einer Tür oder einem Fenster auf.
- Stellen Sie den Analysator auf einer hitzebeständigen, säurefesten Oberfläche auf.
- Stellen Sie den Analysator nicht in der Nähe elektromagnetischer Störquellen auf.
- Vermeiden Sie die direkte Einstrahlung von Sonnenlicht und die Abstrahlung von Heizkörpern auf den Analysator. Sorgen Sie gegebenenfalls für Raumklimatisierung.
- Verstellen Sie keinesfalls die Fronttüren, die Seitenwände und die Lüftungsschlitze des Analysators durch andere Geräte oder Einrichtungsgegenstände!
- Halten Sie an der Rückseite und der rechten Geräteseite einen Sicherheitsabstand von mindestens 5 cm zu anderen Geräten oder Wänden ein!

#### 5.1.2 Platzbedarf

Der Platzbedarf ergibt sich aus allen Komponenten des Messplatzes. Sehen Sie ausreichend Platz für PC, Monitor, Drucker und eventuelle Ergänzungsgeräte vor.

#### 5.1.3 Energieversorgung



---

#### WARNUNG

Der Analysator multi EA 4000 darf nur an eine ordnungsgemäß geerdete Steckdose entsprechend der Spannungsangabe am Typenschild angeschlossen werden!

---

Der multi EA 4000 wird am Einphasen-Wechselstrom-Netz betrieben.

Für die Verwendung des Grundgeräts mit dem Ofenmodul (HTS1500) in Bereichen mit Netzspannungen von 100 V/115 V/120 V/127 V ist über optionales Zubehör ein Anschluss an 2 Phasen möglich. Wenden Sie sich bei Bedarf an die Analytik Jena. Diese Installation darf nur durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von der Analytik Jena autorisiertes und geschultes Fachpersonal durchgeführt werden.

Die Installation der elektrischen Anlage des Labors muss der Norm DIN VDE 0100 entsprechen. Am Anschlusspunkt muss elektrischer Strom nach Norm IEC 38 zur Verfügung stehen.

#### 5.1.4 Gasversorgung

Für die Gasversorgung mit den entsprechenden Anschlüssen und Druckminderern ist der Betreiber verantwortlich.

Anschlusschläuche mit Außendurchmesser 6 mm und Innendurchmesser 4 mm werden mitgeliefert.

Vor der Erstinbetriebnahme sind die Durchflussregler „Ar/O<sub>2</sub>“ und „O<sub>2</sub>“ (1 und 2 in Bild 2, S. 20) durch Drehen im Uhrzeigersinn zu schließen. Die Einstellung der Gasflüsse erfolgt später entsprechend der verwendeten Methode.

## 5.2 Analysator auspacken und aufstellen



### WARNUNG

Der Analysator multi EA 4000 darf nur durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von der Analytik Jena autorisiertes und geschultes Fachpersonal aufgestellt, montiert und installiert werden!

Jeder unbefugte Eingriff am Analysator kann den Benutzer und die Funktionsicherheit des Gerätes gefährden und schränkt Gewährleistungsansprüche ein bzw. schließt diese ganz aus.



### BEACHTEN

Bewahren Sie die Transportverpackung auf! Ein Rücktransport im Servicefall muss in der Originalverpackung erfolgen. Nur so können Transportschäden vermieden werden.

Auspacken und Montage des Analysators multi EA 4000 erfolgt durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch autorisiertes und geschultes Fachpersonal.

Bitte überprüfen Sie beim Auspacken des Gerätes die Vollständigkeit und die Unversehrtheit der Lieferung entsprechend der beiliegenden Packliste.

Der Kundendienst testet nach der Montage den Analysator und dokumentiert den Test.

## 5.3 Analysator mit verschiedenen Detektormodulen aufstellen



### BEACHTEN

Den multi EA 4000 vor dem Aufstellen stets ausschalten!

Durch das Stecken oder Ziehen von elektrischen Kontakten kann die empfindliche Elektronik des multi EA 4000 und der Detektormodule beschädigt werden.

### 5.3.1 multi EA 4000 C/S aufstellen

#### Anschlüsse

Für die Kombination multi EA 4000 – C/S-Modul müssen folgende Anschlüsse und Verbindungen hergestellt sein:

Anschlüsse multi EA 4000	Ziel
„analyte out“	⇒ C/S-Modul „analyte“
„O <sub>2</sub> “	⇒ Gasanschluss Sauerstoff
Netzkabel	⇒ Netzanschluss
„com1“	⇒ C/S-Modul „COM“
„pump in“	⇒ C/S-Modul „pump“
„Ar“	⇒ Gasanschluss für Argon (wird nur bei CI-Messung und Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse benötigt)
„waste out“	⇒ offener Ausgang für die Abluft des Analysators
weitere Anschlüsse C/S-Modul	Ziel
„PC“	⇒ USB-Anschluss für den Anschluss an Computer
„scale“	⇒ externe Waage (optional)
„sampler“	⇒ Anschluss des Probengebers FPG 48
Buchse für Netzstecker	⇒ Netzanschluss

Der folgende Schlauchplan (Bild 32) gilt auch für die als Option erhältliche Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse. Befestigen Sie für Pyrolysemessungen zusätzlich ein Absaugrohr in unmittelbarer Nähe des Ofeneingangs.

Schlauchplan

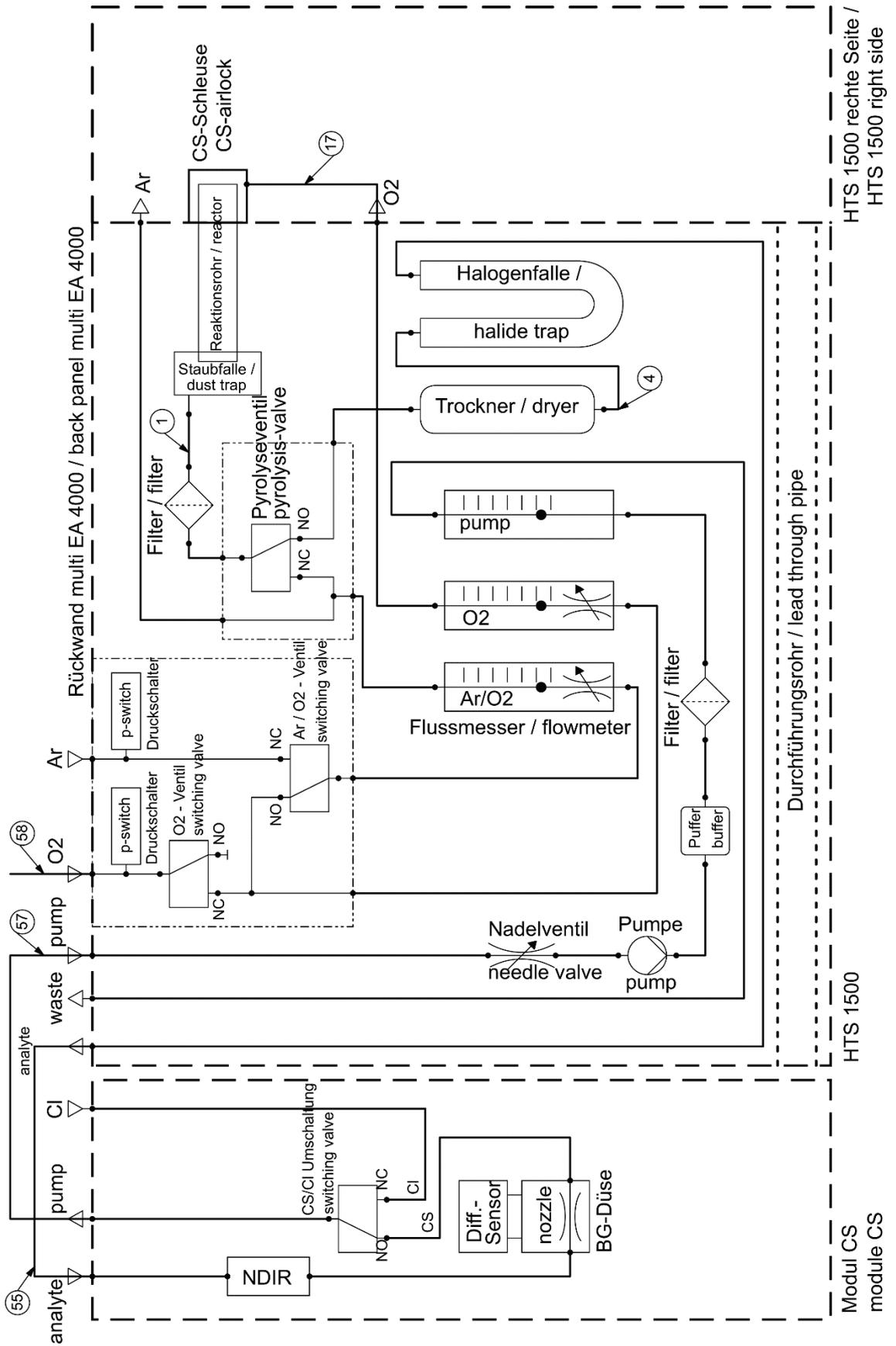


Bild 32 multi EA 4000 C/S

### 5.3.2 multi EA 4000 CI aufstellen

#### Anschlüsse

Anschlüsse multi EA 4000		Ziel
„analyte out“	⇒	offener Ausgang
„O <sub>2</sub> “	⇒	Gasanschluss für Sauerstoff
„Ar“	⇒	Gasanschluss für Argon
Netzkabel	⇒	Netzanschluss
„com1“	⇒	CI-Modul „COM“
„pump in“	⇒	CI-Modul „pump“
„waste out“	⇒	offener Ausgang für die Abluft des Analysators
weitere Anschlüsse CI-Modul		Ziel
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss
„sampler“	⇒	Anschluss des Probengebers FPG 48
„PC“	⇒	USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„scale“	⇒	externe Waage (optional)

Schlauchplan

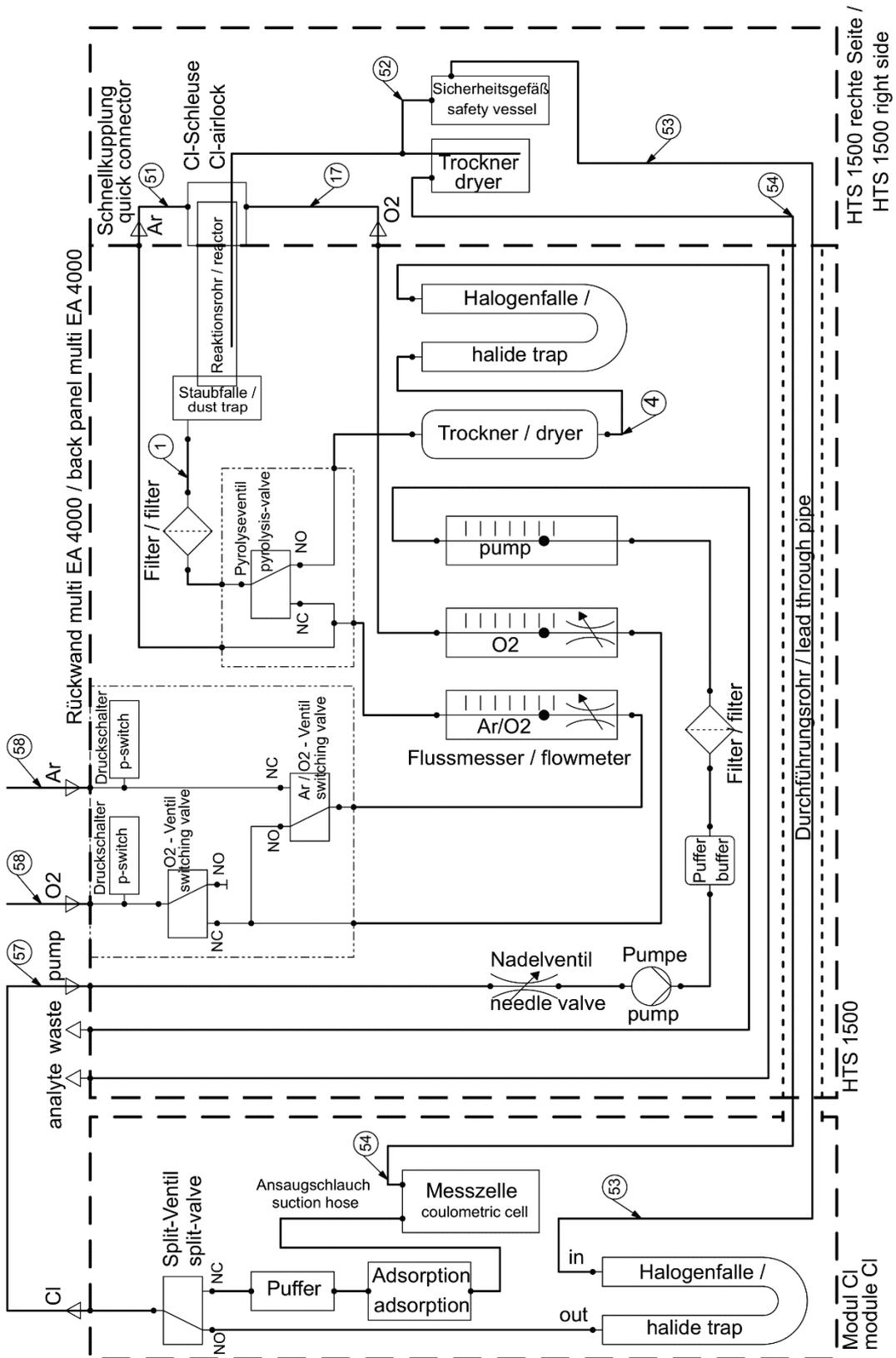


Bild 33 multi EA 4000 CI

### 5.3.3 multi EA 4000 C/S CI aufstellen

#### Anschlüsse

Für die Kombination multi EA 4000 – C/S-Modul – CI-Modul müssen folgende Anschlüsse und Verbindungen hergestellt sein:

Anschlüsse multi EA 4000		Ziel
„analyte out“	⇒	C/S-Modul „analyte“
„O <sub>2</sub> “	⇒	Gasanschluss Sauerstoff
Netzkabel	⇒	Netzanschluss
„com1“	⇒	C/S-Modul „COM“
„pump in“	⇒	C/S-Modul „pump“
„Ar“	⇒	Gasanschluss für Argon (wird nur bei CI-Messung und Pyrolyse benötigt)
„waste out“	⇒	offener Ausgang für die Abluft des Analysators
weitere Anschlüsse C/S-Modul		Ziel
„PC“	⇒	USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„CI-Coul“	⇒	CI-Modul „CI-Coul“
„scale“	⇒	externe Waage (optional)
„sampler“	⇒	Anschluss des Probengebers FPG 48
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss
weitere Anschlüsse CI-Modul		Ziel
„CI“	⇒	C/S-Modul „CI“
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss

Der folgende Schlauchplan (Bild 34) gilt auch für die als Option erhältliche Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse. Befestigen Sie für Pyrolysemessungen zusätzlich ein Absaugrohr in unmittelbarer Nähe des Ofeneingangs.

Schlauchpläne

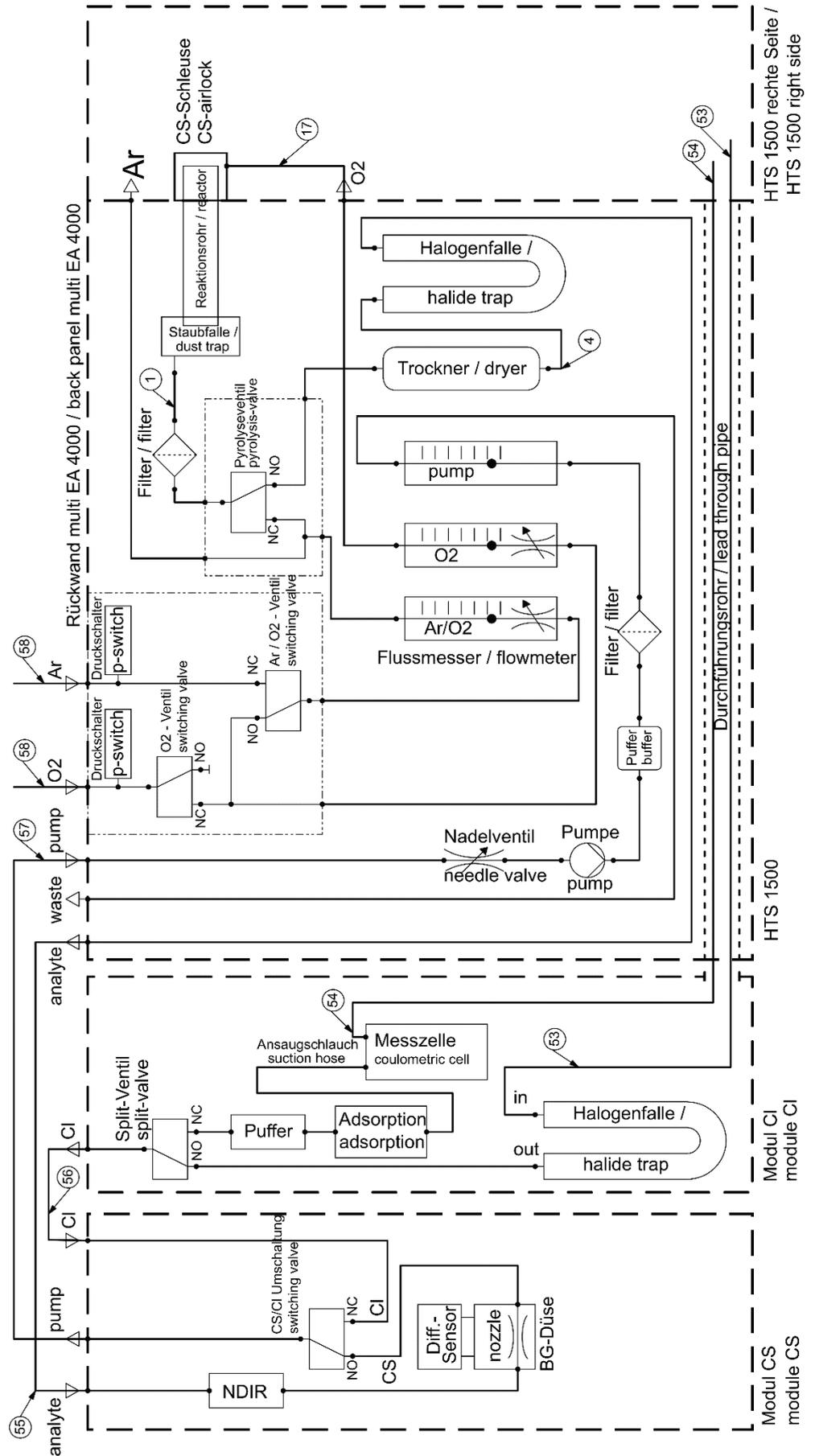


Bild 34 multi EA C/S CI für C/S-Messungen mit Keramikrohr + Sauerstoffschleuse

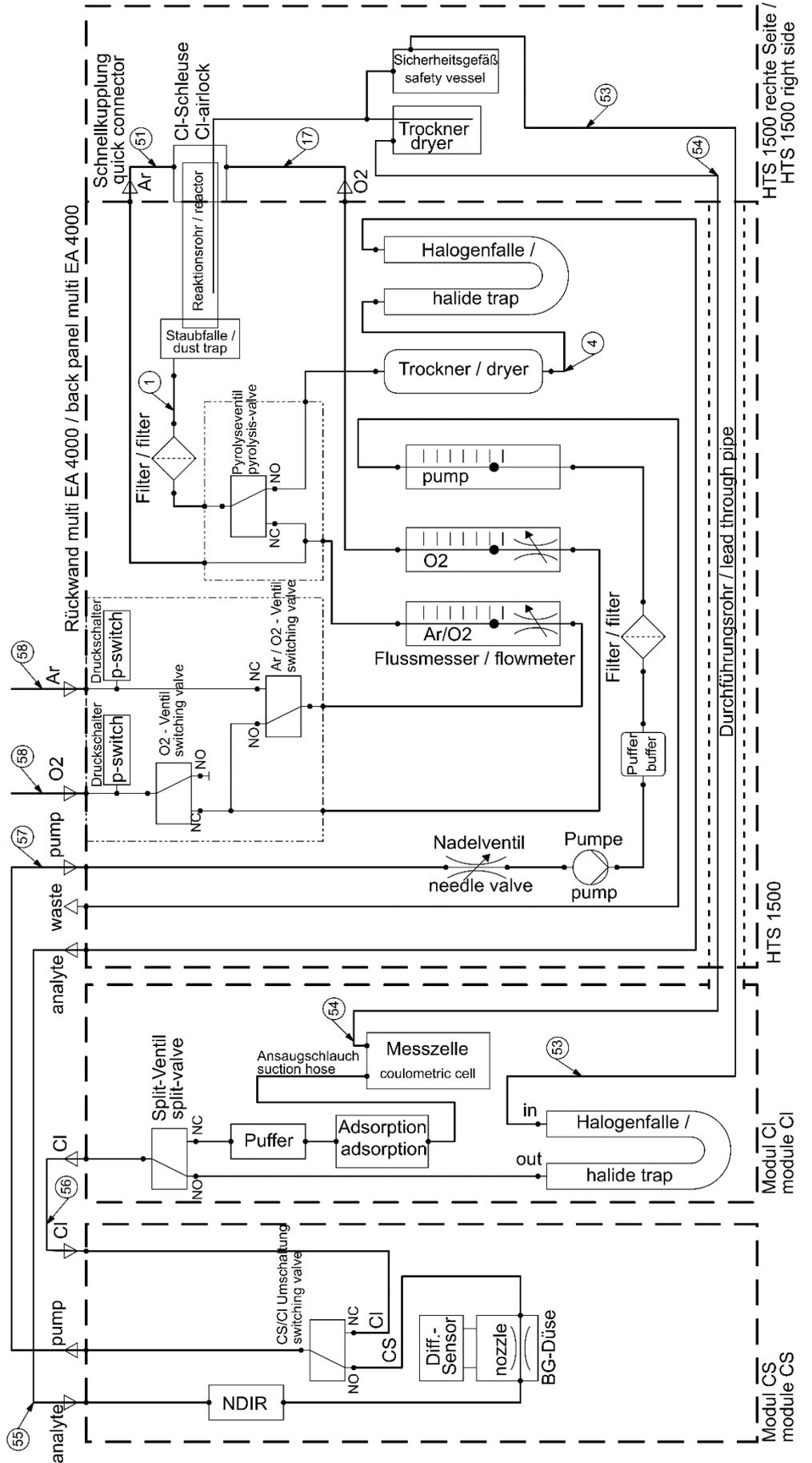


Bild 35 multi EA 4000 C/S CI für Cl-Messungen mit Quarzrohr + Argonschleuse

### 5.3.4 Automatisches TIC-Feststoffmodul aufstellen

#### Anschlüsse

Für die Kombination multi EA 4000 – C/S-Modul – CI-Modul müssen folgende Anschlüsse und Verbindungen hergestellt sein:

Anschlüsse multi EA 4000	Ziel
„analyte out“	⇒ TIC-Modul „analyte (HT)“
„O <sub>2</sub> “	⇒ Gasanschluss Sauerstoff
Netzkabel	⇒ Netzanschluss
„com1“	⇒ TIC-Modul „COM (HT)“
„pump in“	⇒ C/S-Modul „pump“
„Ar“	⇒ Gasanschluss für Argon (wird nur bei CI-Messung und Pyrolyse benötigt)
„waste out“	⇒ offener Ausgang für die Abluft des Analysators
weitere Anschlüsse C/S-Modul	Ziel
„PC“	⇒ USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„valve“	⇒ TIC-Modul „valve (module)“
„scale“	⇒ externe Waage (optional)
„COM“	⇒ TIC-Modul „COM (module)“
„sampler“	⇒ Anschluss des Probengebers FPG 48
„analyte“	⇒ TIC-Modul „analyte (module)“
Buchse für Netzstecker	⇒ Netzanschluss
weitere Anschlüsse TIC-Modul	Ziel
„waste“	⇒ Anschluss des Abfallschlauchs zum Ableiten des Kondensats
Buchse für Netzstecker	⇒ Netzanschluss

Schlauchpläne

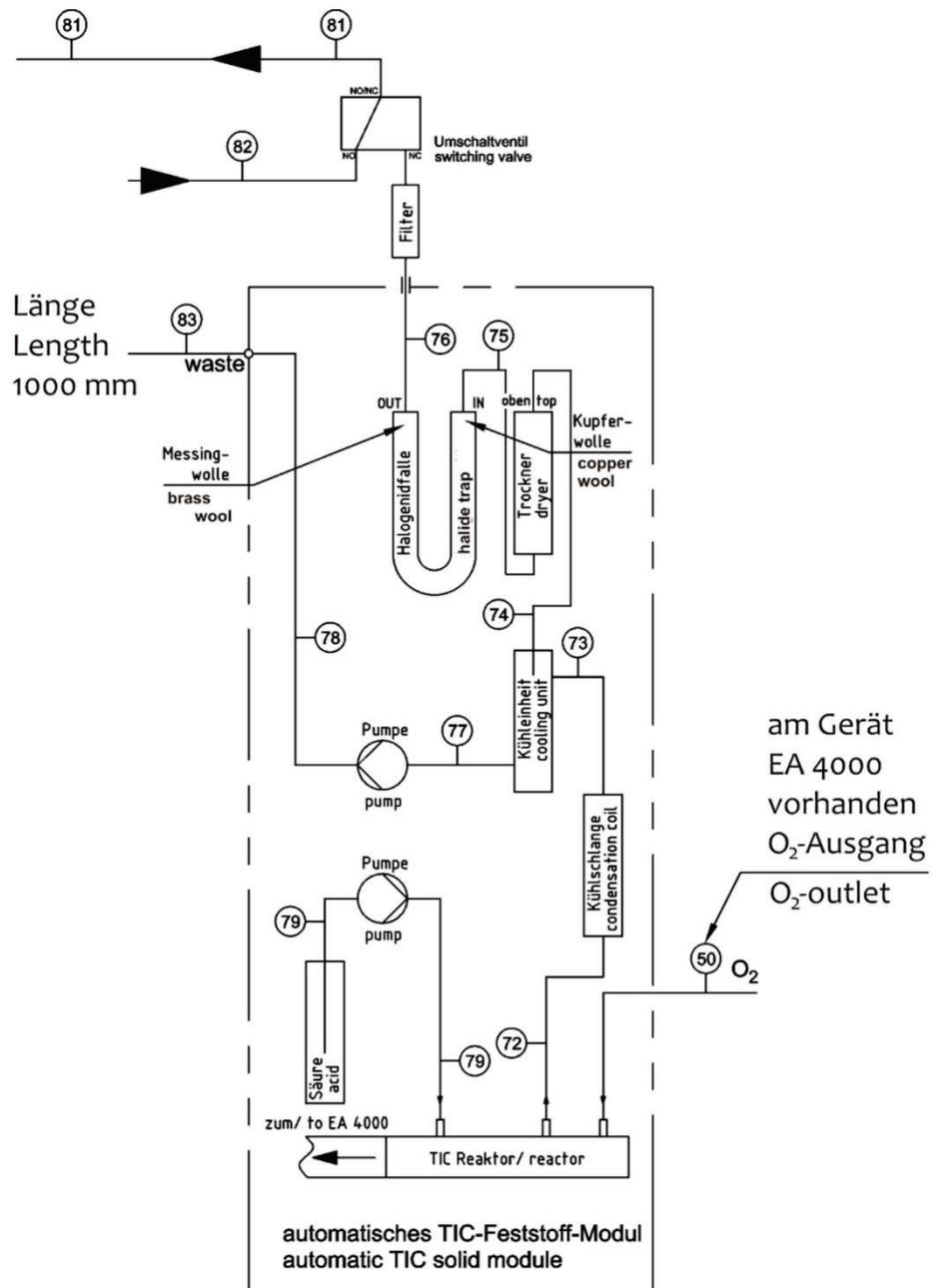


Bild 36 Automatisches TIC-Feststoffmodul

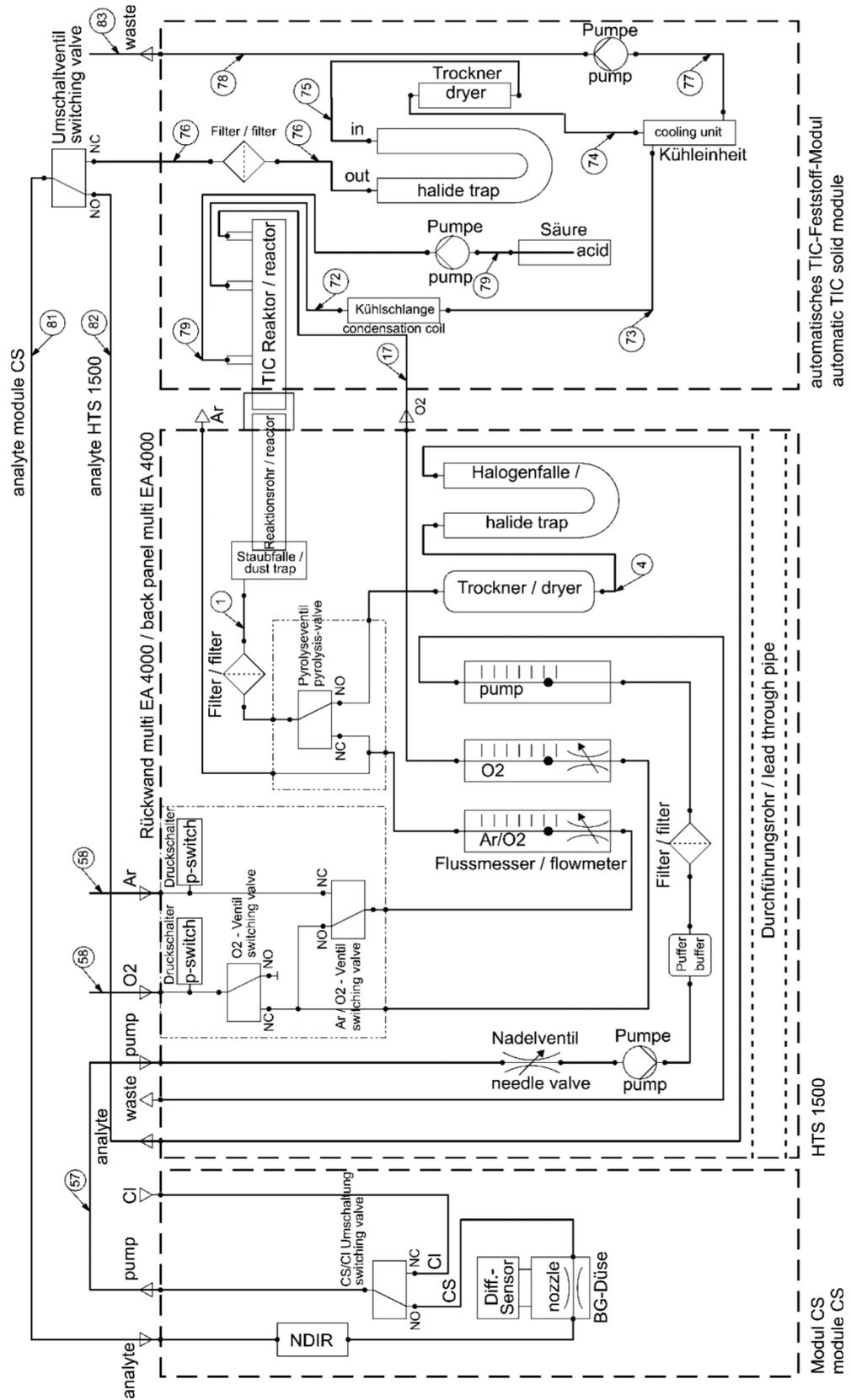


Bild 37 multi EA 4000 C/S mit Automatischem TIC-Feststoffmodul

### 5.3.5 Manuelles TIC-Feststoffmodul aufstellen

Anschlüsse und Verbindungen

Für die Kombination multi EA 4000 – C/S-Modul – TIC-Feststoffmodul müssen folgende Anschlüsse und Verbindungen hergestellt werden:

Anschlüsse multi EA 4000		Ziel
„analyte out“	⇒	offen
„O <sub>2</sub> “	⇒	Gasanschluss Sauerstoff
Netzkabel	⇒	Netzanschluss
„com1“	⇒	C/S-Modul „COM“
„pump in“	⇒	offen
„Ar“	⇒	Gasanschluss für Argon
„waste out“	⇒	offener Ausgang für die Abluft des Analysators
Anschlüsse C/S-Modul		Ziel
„PC“	⇒	USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„scale“	⇒	externe Waage (optional)
„pump“	⇒	offen
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss
Anschluss „analyte“	⇒	TIC-Modul „analyte“
weitere Anschlüsse TIC-Modul		
„O <sub>2</sub> “	⇒	Gasanschluss Sauerstoff mit Schnellkupplung Sauerstoffvordruck auf 200 bis 400 kPa (29 – 58 psi) einstellen.
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss



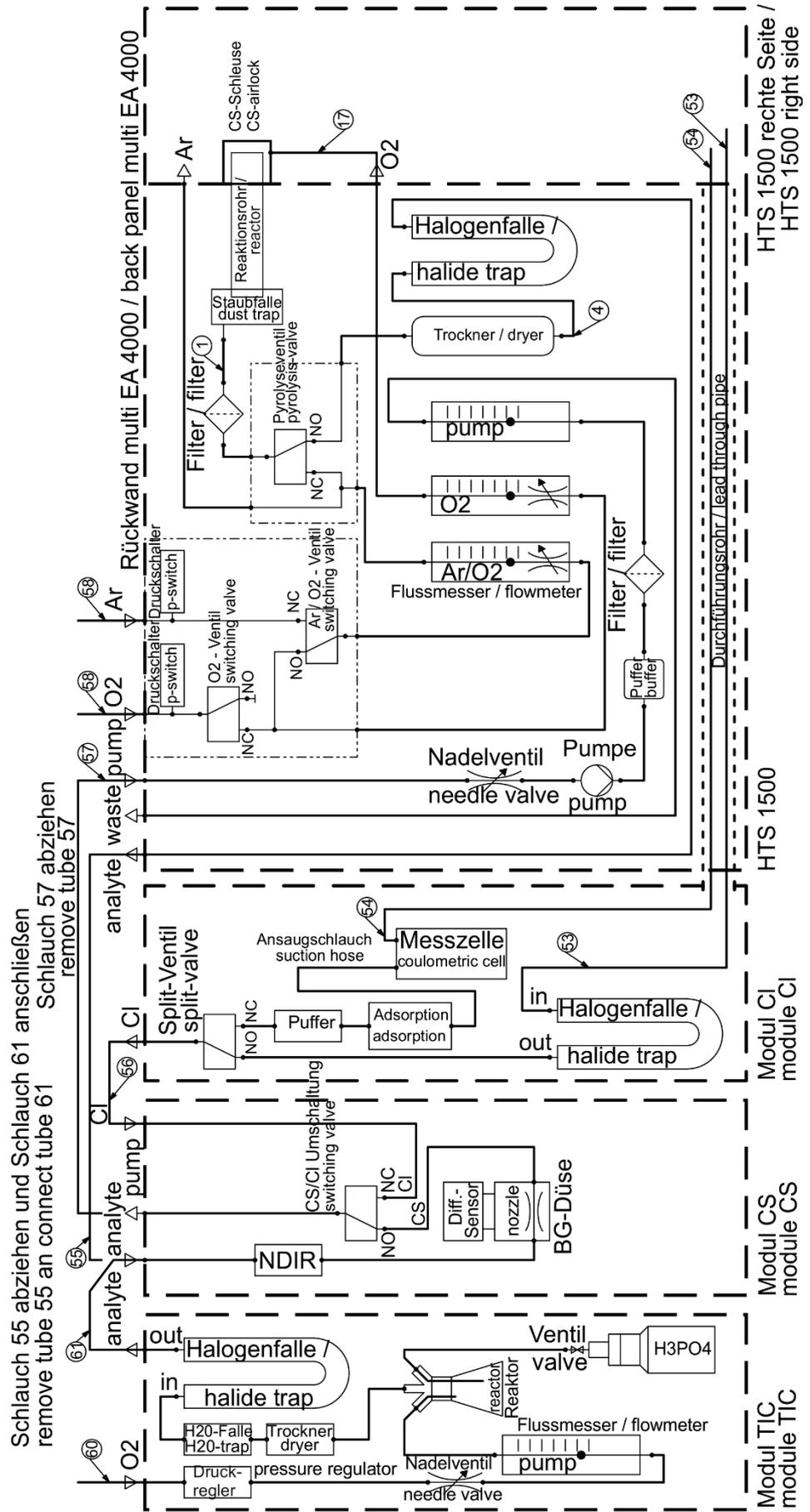


Bild 39 multi EA 4000 C/S Cl mit Man. TIC-Feststoffmodul

## 5.4 Probengeber anschließen und verwenden



### VORSICHT

Am heißen Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Lassen Sie das Grundgerät vor Aufstellen und Ausrichten des Probengebers lange genug abkühlen!

Im Betrieb des Probengebers besteht Verbrennungsgefahr am heißen Schiffchen und Keramikhaken! Nach dem Herausziehen aus dem Ofen sind Schiffchen und Haken noch lange heiß.



### VORSICHT

Quetschgefahr! Der Probengeberarm, der Greifer und das Schiffchen-Karussell bewegen sich während des Einschaltens, der Initialisierung, der Justierung und im Messbetrieb. Halten Sie ausreichend Abstand, um sich nicht die Hände zu quetschen.



### BEACHTEN

Verbinden Sie die Geräte nur im ausgeschalteten Zustand. Sonst kann die empfindliche Elektronik beschädigt werden.

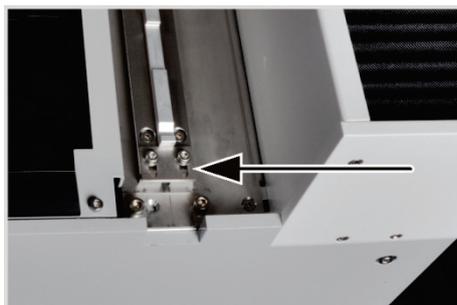
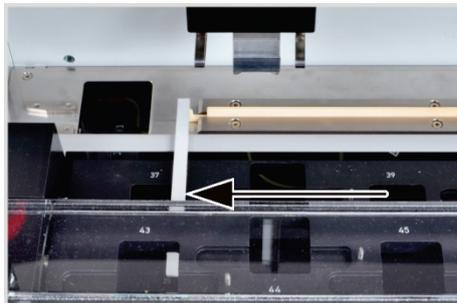
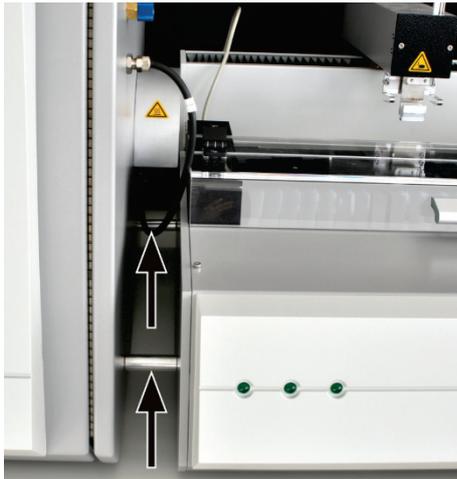
Achten Sie darauf, dass der Probengeber parallel zum Grundgerät und in einer Ebene mit dem Arbeitsrohr steht! Wird das Probenschiffchen schräg oder nicht in der richtigen Höhe zum Arbeitsrohr in den Ofen eingeführt, kann der Keramikhaken brechen oder das Arbeitsrohr beschädigt werden.

### 5.4.1 Probengeber FPG 48 aufstellen und justieren

Schließen Sie den Probengeber wie folgt an den Analysator an:



1. Den Probengeber rechts neben den Analysator stellen.
2. Das niederspannungsseitige Kabel des Tischnetzteils am Anschluss auf der Rückseite des Probengebers anstecken. Das Netzteil mit dem Netz verbinden.
3. Das mitgelieferte serielle Datenkabel an die Schnittstelle „sampler“ an der Rückseite des Probengebers anschließen. Das andere Ende des Kabels mit der Schnittstelle „sampler“ an der Rückseite des Moduls mit der Steuereinheit (C/S-Modul bzw. CI-Modul) verbinden.
4. Den Schiffchensensor an den Anschluss „aux“ an der Rückseite des Probengebers anschließen.
5. Den Schutzleiter auf den Anschluss auf der Rückseite des Grundgeräts stecken.



6. Den Probengeber parallel zum Grundgerät aufstellen. Die Verlängerung des Hakens muss mittig zur Gasschleuse liegen.

Den Probengeber an das Grundgerät heranschieben, bis der FPG 48 die Abstandshalter am Grundgerät berührt. Dann verbleibt zwischen FPG 48 und Gasschleuse ein Spalt von ca. 2 mm, der die thermische Ausdehnung des Verbrennungsrohrs ausgleichen kann.

7. Bei Bedarf mit den verstellbaren Füßen die Höhe des Probengebers anpassen. Die Unterkante der Öffnung der Gasschleuse muss in einer Ebene zu der Oberkante der Abflächung des Probengebers liegen.
8. Den Keramikhaken in die Führungsschiene des Probengebers legen.
9. Die Schiebestange auf den Haken setzen, sodass der Zapfen im Schlitz sitzt.
10. Ein Schiffchen in den Vorschub einlegen (Öse des Schiffchens in den Haken einhängen) und das Schiffchen per Hand vorsichtig in den Ofen schieben. Darauf achten, dass der Haken nicht verkantet oder schräg läuft. Andernfalls die Lage des Probengebers verändern.
11. Die Ausgangsposition des Keramikhakens prüfen. Der Haken soll in einer Flucht mit der rechten Kante der linken Schiffchenposition (hier Position 37) liegen.  
Dafür einen geraden Papier- oder Kunststoffstreifen (z.B. ein Lineal) an die Kante legen und die Spitze des Keramikhakens daran ausrichten.
12. Stimmt die im Werk vorgenommene Einstellung nicht, die Schrauben am Anschlagblech der Führungsschiene lockern. Das Blech schieben, bis es das Ende der Schiebestange berührt. Das Anschlagblech mit den Schrauben fixieren.

**Beachte!** Bewegen Sie den Probengeberarm nicht von Hand, wenn der Probengeber eingeschaltet ist. Die Antriebe des FPG 48 könnten beschädigt werden.

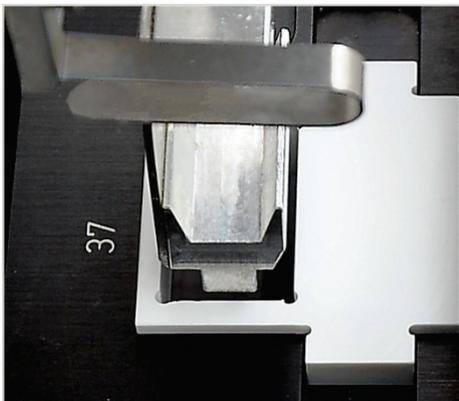
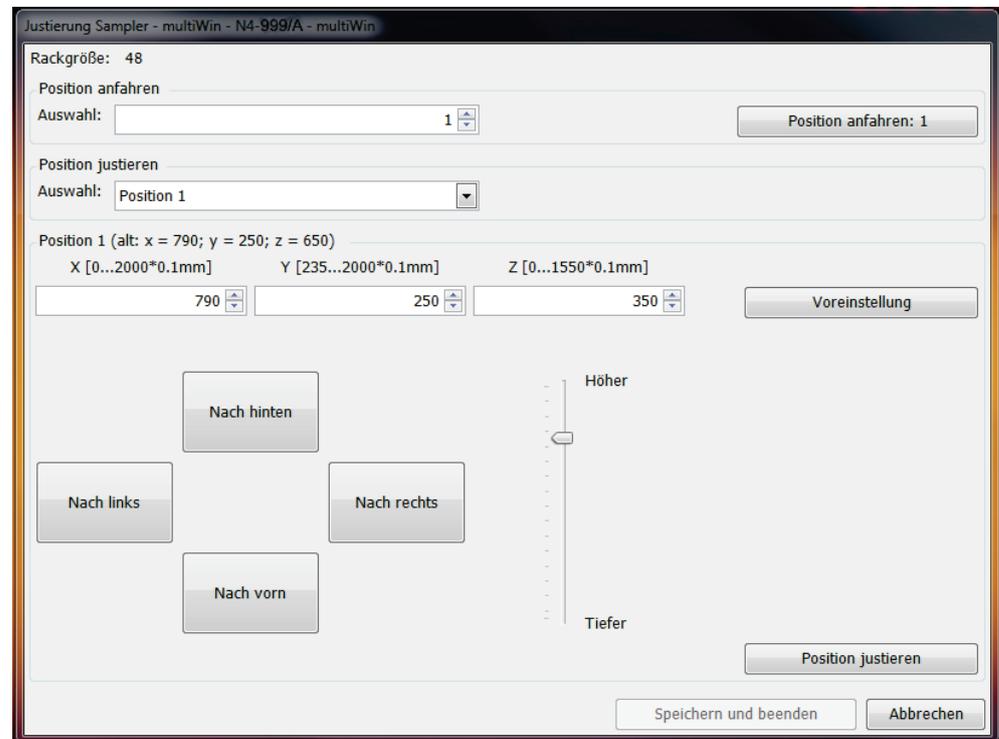
Justage des Greifers

Richten Sie den Greifer mithilfe der Software multiWin zu folgenden Positionen aus:

- Position 1
- Schiebeposition
- Abwurfschiene (z.B. nach Installation des Automatischen TIC-Feststoffmoduls)

### Position 1

1. Das Grundgerät, den Detektor mit Steuereinheit, ggf. das Automatische TIC-Feststoffmodul und den FPG 48 einschalten. Die Software multiWin starten und den Analysator initialisieren.
2. Den Menübefehl SYSTEM ► JUSTIERUNG SAMPLER wählen. Das gleichnamige Fenster öffnet sich.



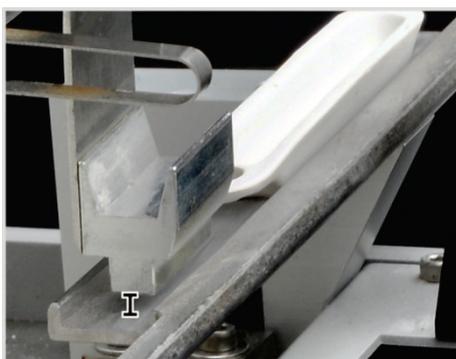
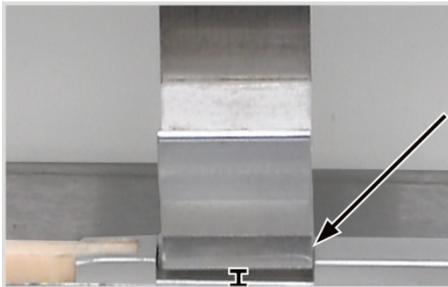
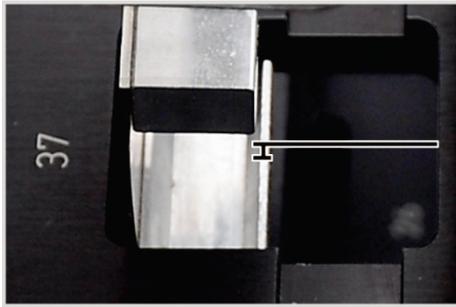
3. Die Justierhilfe in die zu justierende Schiffchenposition auf dem Rack einsetzen (hier Position 37).
4. In der Liste die Option POSITION 1 auswählen und auf [POSITION JUSTIEREN] klicken. Der Probengeberarm fährt über die linke Schiffchenposition.
5. Prüfen, ob der Greifer mittig über der Öffnung der Justierhilfe steht und ohne Hindernis in die Öffnung eintauchen kann. Die Ausrichtung in x- und y-Richtung ggf. mit den Richtungstasten korrigieren.

Für die Grobjustierung einen z-Wert von 350, für die Feinjustierung Werte von 450-550 wählen. So lässt sich verhindern, dass der Greifer hart auf den Probengeber aufschlägt. Die Änderungen mit einem Klick auf [POSITION JUSTIEREN] prüfen.

6. Die Absenktiefe des Greifers justieren.

Erneut auf [POSITION JUSTIEREN] klicken. Beim Zurückfahren des Probengeberarms in die Grundposition die Justierhilfe entfernen.

7. Mit dem Regler HÖHER / TIEFER die Absenktiefe des Greifers verändern und mit einem Klick auf [POSITION JUSTIEREN] die neue Lage einstellen.



8. Den Prozess wiederholen, bis der Greifer nur wenige Millimeter unter der Schiffchenablage steht. So lässt sich verhindern, dass das Schiffchen bei der Aufnahme durch den Greifer verrutscht.
9. Auf [SPEICHERN UND BEENDEN] klicken.

### Schiebeposition

Die Schiebeposition ist der Einschnitt in der Schiebestange des Keramikhakens. Der Probengeberarm taucht in den Einschnitt ein und schiebt den Haken in den Ofen.

1. Den Keramikhaken mit Schiebstange am Anschlagblech des FPG 48 anlegen.
2. Im Fenster JUSTIERUNG SAMPLER in der Liste SCHIEBEPOSITION auswählen und auf [POSITION JUSTIEREN] klicken.

Der Probengeberarm fährt über die Schiebeposition.

3. Mit dem Regler HÖHER / TIEFER die Absenktiefe des Greifers verändern. Mit den Schaltflächen [NACH LINKS]/[NACH RECHTS] und [NACH VORN]/[NACH HINTEN] die Position im Einschnitt justieren.

Der Greifer muss rechtsbündig und mittig im Einschnitt justiert werden. Der Greifer muss ca. 1 mm über dem Einschnitt schweben. Der Probengeberarm darf nach unten keinen Druck auf die Schiebestange ausüben.

4. Mit einem Klick auf [POSITION JUSTIEREN] die neue Lage einstellen.
5. Den Prozess wiederholen, bis die Justierung ausreichend ist. Zum Abschluss auf [SPEICHERN UND BEENDEN] klicken.

### Abwurfschiene

Nur wenn die Schiffchenablage montiert ist (z.B. bei Verwendung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls)

1. Im Fenster JUSTIERUNG SAMPLER in der Liste ABWURFSCHIENE auswählen und auf [POSITION JUSTIEREN] klicken.
2. Mit dem Regler HÖHER / TIEFER die Absenktiefe des Greifers einstellen.

Der Greifer muss ca. 1 mm über der Schiene schweben und darf nicht aufsetzen.

3. Ein Schiffchen neben den Greifer stellen und prüfen, ob das Schiffchen nicht unter den Greifer rutschen kann.
4. Mit einem Klick auf [POSITION JUSTIEREN] die neue Lage einstellen.
5. Ist die Position justiert, auf [SPEICHERN UND BEENDEN] klicken.

## 5.4.2 Schiffchensensor installieren

Der Schiffchensensor überwacht die Überführung des Schiffchens vom Probengeber FPG 48 in den Ofen. Er erkennt folgende Fehlzustände:

- Keramikschißchen gebrochen
- kein Keramikschißchen auf dem Haken

Tritt einer der Fehlzustände ein, wird die Messung sofort abgebrochen. Es erfolgt eine Fehlermeldung in der Software multiWin.

Wenn der Schiffchensensor nicht bereits auf dem Probengeber installiert ist, können Sie ihn wie folgt auf dem Probengeber montieren:



1. Den Schiffchensensor von links auf die kurze Führungsschiene des FPG 48 schieben.
2. Den Schiffchensensor mithilfe der beiden Innensechskantschrauben festschrauben.
3. Den Schiffchensensor an den Anschluss „aux“ an der Rückseite des FPG 48 anschließen.

Zur Wiederaufnahme einer Messung nach Messabbruch:

1. Die Fehlermeldung in der Software bestätigen.
2. Bei Bedarf die zerbrochenen Teile des Schiffchens aus dem Ofen und vom Haken entfernen.
3. Den Keramikhaken von Hand an den Endanschlag schieben.
4. Das Gerät neu initialisieren.

## 5.4.3 Probengeber FPG 48 mit Schiffchenablage nachrüsten

Für Messungen mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul muss der Probengeber umgebaut werden. Folgende Bauteile müssen nachgerüstet werden:

- Schiffchenablage (Block mit Abwurfschiene für gebrauchte Schiffchen)
- Keramikhaken mit langer Schiebestange
- Abdeckung für Keramikhaken und Schiebestange

Mit der Schiffchenablage kann der Probengeber gebrauchte und mit Säure benetzte Schiffchen in einen Abfallbehälter abwerfen. Die Verwendung der Schiffchenablage wird empfohlen, um das Schiffchen-Karussell beim Zurücksetzen gebrauchter Schiffchen nicht unnötig durch Säurespritzer zu beschädigen.

Die lange Schiebestange für den Keramikhaken wird benötigt, um die Schiffchen für TOC-Bestimmungen über den TIC-Reaktor bis in den Ofen des Grundgeräts schieben zu können. Die Abdeckung ragt auf der rechten Seite über den Probengeber hinaus. Sie verhindert, dass die Schiebestange oder der Keramikhaken beim Zurückfahren beschädigt werden.

Die drei Bauteile können auch separat bestellt werden.

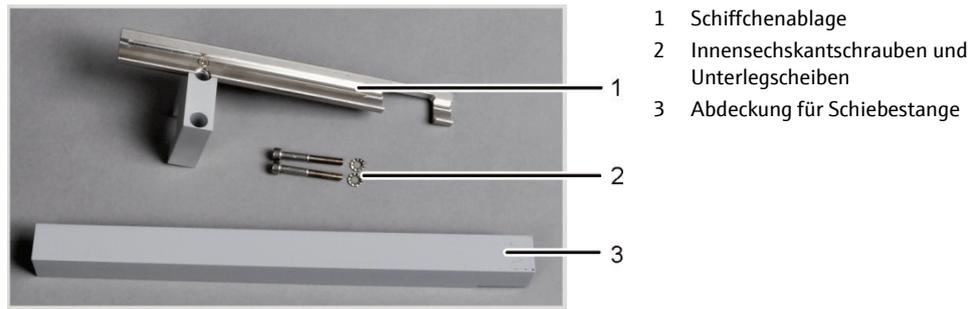
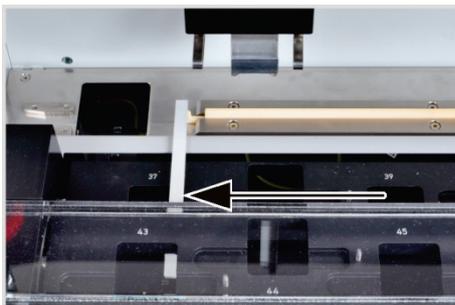
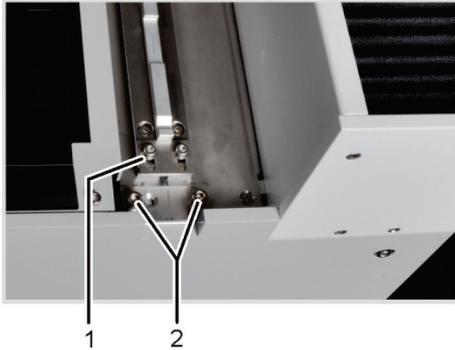


Bild 40 Umrüst-Set des FPG 48 für die Nutzung der Schiffchenablage



1. Das Anschlagblech der Führungsschiene (1) abschrauben.
2. Die beiden Sechskantinnenschrauben entfernen (2).
3. Mit den mitgelieferten Schrauben die Schiffchenablage am FPG 48 locker anschrauben.
4. Die Hakenabdeckung unter den Block schieben.
5. Den Keramikhaken in die Führungsschiene des Probengebers legen.
6. Die lange Schiebestange auf den Haken setzen, sodass der Zapfen im Schlitz sitzt.
7. Den Keramikhaken in der Ausgangsposition justieren. Die Hakenspitze soll sich in einer Flucht mit der rechten Kante der linken Schiffchenposition (hier Position 37) befinden.

Einen geraden Papier- oder Kunststoffstreifen (z.B. ein Lineal) an die Kante legen und den Keramikhaken daran ausrichten.

8. Die Abdeckung so verschieben, dass das hintere Ende der Schiebestange das Anschlagblech am Ende der Abdeckung berührt. (Anschlagblech siehe Bildausschnitt)
9. Die Innensechskantschrauben am Block handfest anziehen und so die Abdeckung in ihrer justierten Lage festklemmen.

Beim Anziehen der Schrauben die Schiffchenablage parallel zur Führungsschiene ausrichten.

10. Die Software multiWin starten und sich als Administrator anmelden.
11. Den Menübefehl GERÄT ► GERÄT – BEARBEITEN wählen.  
Das gleichnamige Fenster öffnet sich.
12. Im Bereich ZUSATZMODULE unter ABWURFSCHIENE ein Häkchen setzen.
13. Die Position des Greifers zur Abwurfschiene justieren (→ siehe Abschnitt "Probengeber FPG 48 aufstellen und justieren" S. 64).

#### 5.4.4 Messabbruch unter Verwendung des Probengebers FPG 48



##### BEACHTEN

Nach manuellem Messabbruch oder bei Messabbruch durch einen Gerätefehler schieben Sie den Keramikhaken von Hand an den Endanschlag, bevor der Messbetrieb wieder aufgenommen wird.

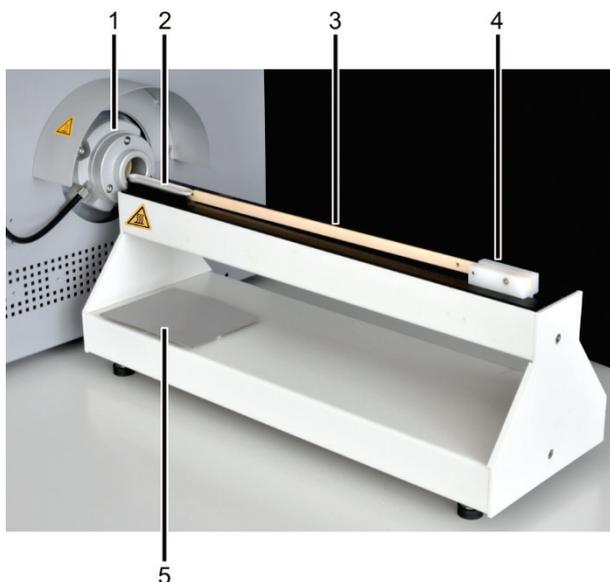
#### 5.4.5 Manuellen Probenvorschub verwenden



##### VORSICHT

Am heißen Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Lassen Sie das Grundgerät vor Aufstellen des Manuellen Probenvorschubs lange genug abkühlen!

Im Betrieb mit dem Probenvorschub besteht Verbrennungsgefahr am heißen Schiffchen und Keramikhaken! Nach dem Herausziehen aus dem Ofen sind Schiffchen und Haken noch lange heiß.



- |                     |                |
|---------------------|----------------|
| 1 Gasschleuse       | 4 Griff        |
| 2 Keramikschiffchen | 5 Ablagefläche |
| 3 Keramikhaken      |                |

1. Den Manuellen Probenvorschub vor der Gasschleuse platzieren. Den Probenvorschub so ausrichten, dass das Keramikschiffchen genau mittig in die Gasschleuse gefahren wird.  
Der Abstand zwischen Probenvorschub und Gasschleuse sollte ca. 2 mm betragen.
2. Ein Schiffchen mit der Öse auf den Haken des Probenvorschubs legen und das Schiffchen in den Ofen schieben.  
**Vorsicht!** Den Haken nur am Griff anfassen. Am Ofen besteht Verbrennungsgefahr.  
Die Lage des Probenvorschubs korrigieren, falls sich das Schiffchen verkantet.
3. Die heißen Schiffchen mit einer Zange vom Haken nehmen und zum Abkühlen auf die Ablagefläche stellen.

## 5.5 Externe Waage anschließen und verwenden

Bei Verwendung einer externen Waage können die Probenmassen direkt in die Sequenztafel übernommen werden.

1. Die Waage am Anschluss "scale" des C/S-Moduls bzw. CI-Moduls anschließen.
2. Die Waage an die Stromversorgung anschließen und einschalten.
3. Die Baudrate 9600 einstellen.
4. Weitere Einstellungen der Dokumentation der Waage entnehmen.

Bei der Übernahme der Probeneinwaage gehen Sie wie folgt vor:

5. Die Messung bis zur Eingabe der Analysensequenz starten.
6. In der Sequenztafel auf das Feld EINWAAGE der Probe klicken.
7. Die Probe auf dem Schiffchen einwiegen.
8. Den Wert von der Waage mit [OK] übernehmen.
  - ✓ Die Einwaage erscheint im Eingabefeld.
9. Die Schritte (2) – (4) für jede Sequenzzeile wiederholen.

## 6 Bedienung

### 6.1 Einschalten / Warmlaufphase / Einrichten



#### VORSICHT

Quetschgefahr am Probengeber FPG 48! Der Probengeberarm, der Greifer und das Schiffchen-Karussell bewegen sich während des Einschaltens und der Initialisierung. Halten Sie ausreichend Abstand, um sich nicht die Hände zu quetschen.



#### BEACHTEN

Bei großen Temperaturunterschieden zwischen Lagerung und Aufstellung warten Sie vor dem Anschließen, bis der multi EA 4000 die Umgebungstemperatur angenommen hat, um Schäden am Gerät durch Kondenswasser zu vermeiden.

Kontrollieren Sie vor dem Einschalten:

- Die Gase Sauerstoff und Argon (für Cl-Bestimmung oder Bestimmung des elementaren Kohlenstoffs) sind mit einem Vordruck von 200 – 400 kPa (29 – 58 psi) angeschlossen.
- Im Ofen ist ein Verbrennungsrohr eingesetzt.
- Die Gasschläuche sind an der Gasschleuse bzw. am TIC-Reaktor angeschlossen.
- Die Analysenmodule sind angeschlossen.
- Der manuelle Probenvorschub oder der Probengeber sind aufgestellt und justiert.
- Der PC ist angeschlossen und die Software multiWin ist installiert.

Einschaltreihenfolge

1. Gase am Druckminderer aufdrehen (Vordruck 200 – 400 kPa bzw. 29 – 58 psi).
2. PC einschalten.
3. Probengeber FPG 48 einschalten (optional).
  - ✓ Der Probengeber FPG 48 initialisiert sich.
4. Grundgerät multi EA 4000 am Netzschalter auf der Geräterückseite und am Ein/Aus-Schalter an der Frontseite (hinter den Türen) einschalten.
5. Analysenmodule einschalten.
  - ✓ Die Geräte werden gebootet. Die Statuslampen an den Frontseiten von Grundgerät und Modulen leuchten.
6. Programm multiWin starten.
7. Benutzeranmeldung ausführen.
 

Als BEARBEITER und PASSWORT jeweils ADMIN eingeben. Dieser Benutzer ist bei der Programmneueinrichtung angelegt und hat Administratorrechte.
8. Auf Schaltfläche [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] klicken.
  - ✓ Nach erfolgreicher Anmeldung erfolgen die Initialisierung und die automatische Erkennung aller angeschlossenen und eingeschalteten Komponenten.

Warmlauf- und Einlaufphasen

Nach erfolgreicher Anmeldung erfolgt die automatische Initialisierung und Abfrage der Komponenten. Im Statusfenster werden aktuelle Werte angezeigt:

- Messgasfluss: Erscheint nach Einschalten der Saugpumpe ( $100 \pm 10$  l/h).
- Saugpumpe im Grundgerät: Die Pumpe schaltet sich 50 K vor Erreichen der Solltemperatur ein.
- Ofentemperatur: Die Aufheizdauer beträgt je nach vorgegebener Solltemperatur ca. 30 – 60 min.
- NDIR-Detektor (nur C, S oder C/S-Bestimmungen): Das C/S-Modul benötigt nach dem Einschalten eine Einlaufzeit von ca. 15 min.
- Coulometer (nur Cl-Bestimmung): ca. 10 min Einlaufzeit

Im Statusfenster sind während dieser Zeit die Anzeigen der noch nicht betriebsbereiten Komponenten rot.

## 6.2 C/S-Messung

### 6.2.1 multi EA 4000 und C/S-Modul vorbereiten



#### WARNUNG

Gefahr von elektrischem Kurzschluss! Im Verbrennungsofen HTS1500 treten trotz Niederspannung (max. 24 V) sehr hohe elektrische Ströme auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung stromführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Schalten Sie den Analysator für Umbau und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder Verbrennungsofen immer am Netzschalter auf der Geräterückseite aus.



#### VORSICHT

Am heißen Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Lassen Sie das Grundgerät vor dem Umbau lange genug abkühlen!

Die Gasschleuse für C/S-Messungen besteht aus einem Grundkörper und einem Andruckring. In der Gasschleuse verbleibt ein Ringspalt zwischen Grundkörper und Andruckring, über den der Sauerstoff in das Verbrennungsrohr eintritt. Der Grundkörper wird auch für Messungen mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul verwendet.

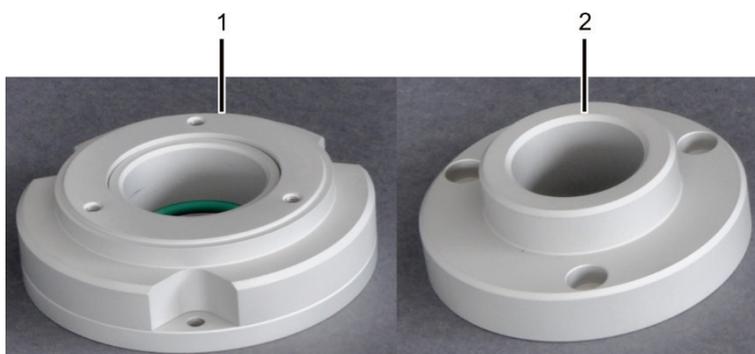


Bild 41 Gasschleuse für C/S-Messungen

1 Grundkörper

2 Andruckring

Für C/S-Messungen wird ein Verbrennungsrohr aus Keramik verwendet. Es ist an beiden Enden gefast und symmetrisch. Über die gefasteten Enden wird das Verbrennungsrohr in die Gasschleuse und in die Staubfalle geschoben. Sie beeinflussen weder die Funktionalität noch die Lebensdauer des Verbrennungsrohres.

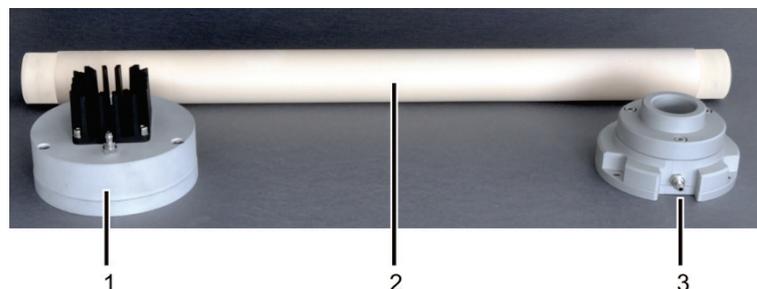
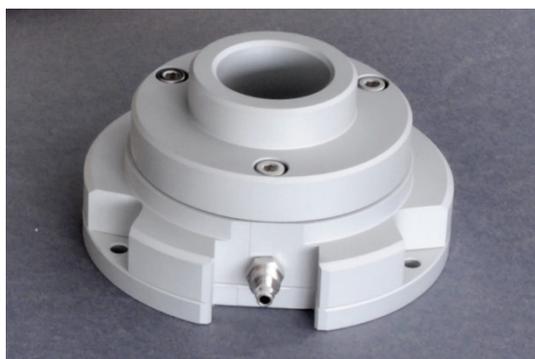


Bild 42 Keramikrohr mit Staubfalle und Gasschleuse

- 1 Staubfalle mit Kühlrippen  
2 gefastetes Keramikrohr  
3 Gasschleuse mit Gasstutzen

Überprüfen Sie die elektrischen Anschlüsse und Schlauchverbindungen entsprechend Abschnitt "multi EA 4000 C/S aufstellen" S. 51ff.



1. Gasschleuse zusammensetzen. Auf Sitz des Dichtrings achten (siehe Pfeil).

Grundkörper und Andruckring mit 3 Innensechskantschrauben miteinander verschrauben. Die Schrauben reihum gleichmäßig anziehen.

2. Für Kohlenstoff-Bestimmungen: Ein Ende des Keramikrohrs ca. 2,5 cm dick mit Quarzwolle füllen. Quarzwolle ca. 2-4 cm tief in das Rohr schieben.

**Beachte!** Die Quarzwatte nicht zu weit in das Keramikrohr schieben, weil die Wolle bei hohen Temperaturen verklumpt.

Das gefüllte Ende des Keramikrohrs zeigt später zur Staubfalle hin.



3. Das Keramikrohr bis zum Anschlag in die Gasschleuse schieben.



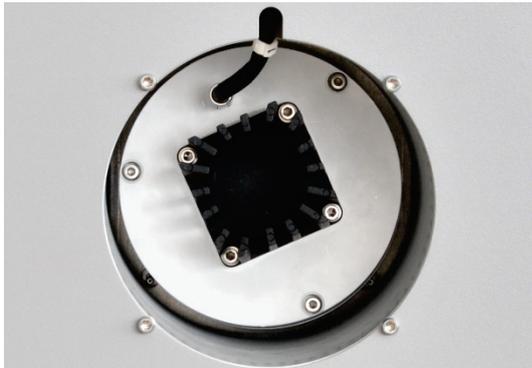
4. Das Keramikrohr mit Gasschleuse auf der rechten Seite in den multi EA 4000 einsetzen. Wenn sich das Rohr verhakt, in einer leichten Drehbewegung, ohne Druck weiter schieben.

5. Gasschleuse mit 3 Innensechskantschrauben am Grundgerät festschrauben. Der Gasstutzen muss dabei zur Frontseite des Grundgeräts zeigen.



6. Sauerstoffschlauch (Schlauch Nr. 17) an der Gasschleuse befestigen.

Dafür Schlauch auf den Gasstutzen schieben und mit Überwurfmutter sichern.



7. Berührungsschutz Staubfalle von der Öffnung auf der linken Seite des Grundgeräts abziehen (siehe Bild unten).

8. Staubfalle auf das Keramikrohr stecken. Staubfalle so ausrichten, dass der Gasstutzen nach oben zeigt.

Staubfalle in Richtung der Rohrachse in einer Drehbewegung auf das Rohr schieben und leicht drücken, bis die Staubfalle bis zum Anschlag auf das Rohr rutscht.

9. Messgasschlauch (Schlauch Nr. 1) auf den Gasstutzen aufschieben und mit Überwurfmutter sichern.

10. Berührungsschutz Staubfalle wieder aufsetzen.



Wenn die Gasschleuse bereits installiert ist, kann das Keramikrohr auch von der linken Seite, über die Öffnung für die Staubfalle in das Grundgerät eingesetzt werden.

- Für die einfachere Handhabung zuerst die Staubfalle auf das Keramikrohr stecken.
- Das Verbrennungsrohr mit Staubfalle von links in den Ofen einsetzen. Das Rohr bis in die Dichtung der Gasschleuse einführen.

Halogenidfalle und  
Trockenrohr überprüfen

- Stellen Sie sicher, dass das Trockenrohr mit Magnesiumperchlorat gefüllt und nur im unteren Teil des Trockenrohres Quarzwolle vorhanden ist.
- Bauen Sie bei C-Bestimmungen die mit Kupfer- und Messingwolle gefüllte Halogenidfalle in den Gasweg.
- Bei S-Bestimmungen entfernen Sie die Halogenidfalle und schließen stattdessen ein leeres U-Rohr an.

Die Halogenidfalle bindet einen Teil des Schwefels. Bei C/S-Bestimmungen ist daher der Einsatz der Halogenidfalle abzuwägen. Bei geringen Schwefelkonzentrationen wird empfohlen, keine Halogenidfalle zu verwenden. Bei höheren Konzentrationen sollte die Halogenidfalle in den Gasweg eingebaut werden.

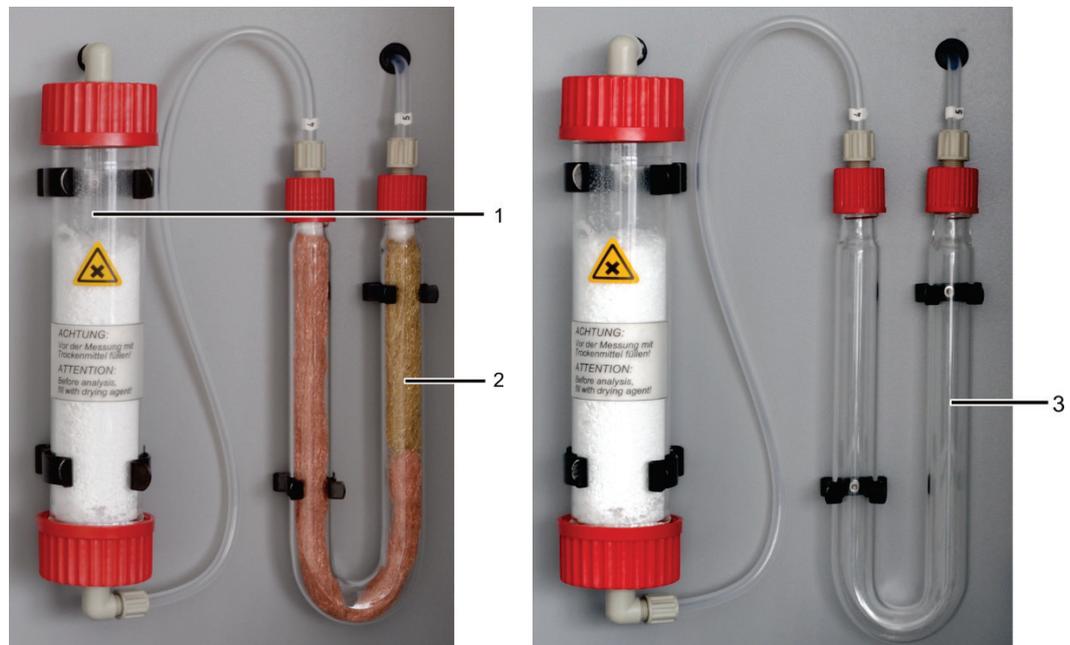


Bild 43 Halogenidfalle und Trockenrohr überprüfen

- |   |   |   |                                  |
|---|---|---|----------------------------------|
| 1 | Trockenrohr mit Magnesiumperchlorat                           | 3 | Leeres U-Rohr bei S-Bestimmungen |
| 2 | Halogenidfalle mit Kuper- und Messingwolle bei C-Bestimmungen |   |                                  |

## 6.2.2 C/S-Messung ausführen



### VORSICHT

Bei Betrieb von Probengeber und manuellem Probenvorschub besteht Verbrennungsgefahr an heißen Schiffchen und Keramikhaken! Nach dem Herausziehen aus dem Ofen sind Schiffchen und Haken noch lange heiß.



## VORSICHT

Quetschgefahr am Probengeber! Der Probengeberarm, der Greifer und das Schiffchen-Karussell bewegen sich während des Einschaltens und der Initialisierung sowie im Messbetrieb. Halten Sie ausreichend Abstand, um sich nicht die Hände zu quetschen.

Beim Bestücken des Probengebers: Öffnen Sie die Abdeckung erst, wenn sich das Schiffchen-Karussell nicht mehr bewegt.

1. Das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul und ggf. den FPG 48 einschalten. Darauf achten, das Grundgerät sowohl am Netzschalter auf der Rückseite als auch am Ein/Aus-Schalter an der Frontseite anzuschalten.

✓ Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.

Ist ein Automatisches TIC-Feststoffmodul integriert, auch dieses einschalten. Dadurch wird der durch den zwischengeschalteten TIC-Reaktor längere Transportweg des Schiffchens berücksichtigt.

Ein eventuell vorhandenes CI-Modul nicht einschalten.

2. Das Programm multiWin starten.
3. Zwischen den verschiedenen Analysator-Modulen wechseln. Dafür zunächst die Sensorik aktivieren:
  - Den Menüpunkt GERÄT ► GERÄT BEARBEITEN wählen.
  - Die zu analysierenden ELEMENTE aktivieren.
  - Sind sowohl Kohlenstoff/Schwefel als auch Chlor aktiviert, in der Liste VERBRENNUNGSRÖHR auf KERAMIKRÖHR (CS) klicken.
  - Als ZUSTANDSFORM die Option FEST aktivieren.
4. Das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
5. Eine Methode laden (Menüpunkt METHODE ► METHODE AKTIVIEREN) oder eine neue Methode erstellen (Menüpunkt METHODE ► METHODE NEU).

Folgende Parameter können für C/S-Messungen ausgewählt werden:

- TC (nur Gesamtkohlenstoffgehalt bestimmen)
  - TS (nur Gesamtschwefelgehalt bestimmen)
  - TC+TS (Gesamtkohlenstoffgehalt und Gesamtschwefelgehalt bestimmen)
6. Nach der Einlaufzeit an den Durchflussreglern auf der Frontseite des Grundgeräts (1-3 in Bild 2 S. 20) folgende Gasflüsse einstellen:

pump	O <sub>2</sub>	Ar/O <sub>2</sub>
Saugfluss einstellen, sodass im STATUS-Fenster der Wert SOLL = 100 ± 10 angezeigt wird, entspricht ca.1,7 l/min	2,3 – 2,5 l/min	-

Das Analysensystem hat jetzt Zeit, sich zu konditionieren.

Sollte der Saugfluss stark abweichen oder sich später verändern, den Saugfluss am Ventil „pump“ des multi EA 4000 nachstellen.

7. Die Proben auf Keramikscheffchen einwiegen.

8. Auf [MESSUNG STARTEN] klicken.
9. Eine Analysengruppe erstellen oder wählen, in der die Messdaten gespeichert werden.
10. Eine Analysensequenz erstellen.

- Der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzufügen.
- Folgende Daten eingeben:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	nur bei Messungen mit Probengeber: Position der Probe auf dem Probenrack Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos sein.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Den Probengeber bestücken. Die Schaltflächen  und  verwenden, um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
- Auf  in der Sequenzzeile klicken, um die Sequenzzeile für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können mit einem Klick auf  freigeschaltet werden.
- ✓ Für die Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.

11. Die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN] starten.

Bei Messungen mit manuellem Probenvorschub erscheint vor jedem Mess-Start ein Eingabefenster für die Eingabe der Einwaage.

- ✓ Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.

Während längerer Messpausen kann die Sauerstoffzufuhr im Programm multiWin abgeschaltet werden, wodurch Sauerstoff gespart wird. Die Sauerstoffzufuhr muss aber rechtzeitig (ca. 10 min) vor Messstart wieder eingeschaltet sein.

## 6.3 Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse

### 6.3.1 multi EA 4000 und C/S-Modul vorbereiten



#### VORSICHT

Bei der Pyrolyse entweichen flüchtige Kohlenstoffverbindungen aus dem multi EA 4000. Befestigen Sie ein Absaugrohr in unmittelbarer Nähe des Ofeneingangs und sorgen Sie für die Absaugung der Pyrolysegase.

1. Die elektrischen Anschlüsse und Schlauchverbindungen überprüfen, entsprechend Abschnitt "multi EA 4000 C/S aufstellen" S. 51. Insbesondere den Anschluss für Argon am multi EA 4000 überprüfen.
2. Über der Gasschleuse auf der rechten Seite des multi EA 4000 eine Absaugung anbringen, um die Pyrolysegase zu entfernen.
3. Den Analysator, wie im Abschnitt "multi EA 4000 und C/S-Modul vorbereiten" S. 73 beschrieben ist, vorbereiten:
  - Das Keramikrohr mit Gasschleuse und Staubfalle im Verbrennungsofen montieren.
  - Sicherstellen, dass das Trockenrohr gefüllt ist und in der Halogenidfalle die Kupfer- und Messingwolle nicht verfärbt sind.
4. Den Probengeber FPG 48 aufstellen (→ siehe Abschnitt "Probengeber anschließen und verwenden" S. 64).

### 6.3.2 Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse ausführen



#### VORSICHT

Bei Betrieb von Probengeber und manuellem Probenvorschub besteht Verbrennungsgefahr an heißen Schiffchen und Keramikhaken! Nach dem Herausziehen aus dem Ofen sind Schiffchen und Haken noch lange heiß.



#### VORSICHT

Quetschgefahr am Probengeber! Der Probengeberarm, der Greifer und das Schiffchen-Karussell bewegen sich während des Einschaltens und der Initialisierung sowie im Messbetrieb. Halten Sie ausreichend Abstand, um sich nicht die Hände zu quetschen.

Beim Bestücken des Probengebers: Öffnen Sie die Abdeckung erst, wenn sich das Schiffchen-Karussell nicht mehr bewegt.



#### BEACHTEN

Gefahr von Ofenschäden! Arbeiten Sie nicht dauerhaft bei Ofentemperaturen unter 1000 °C. Begrenzen Sie, wenn möglich, die Betriebszeit von Pyrolysemessungen (mit T = 850 °C).

1. Das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul und ggf. den FPG 48 einschalten. Darauf achten, das Grundgerät sowohl am Netzschalter auf der Rückseite als auch am Ein/Aus-Schalter an der Frontseite anzuschalten.

- ✓ Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.

Ein eventuell vorhandenes CI-Modul nicht einschalten. Das Automatische TIC-Feststoffmodul, falls vorhanden, am Netzschalter auf der Rückseite einschalten.

2. Das Programm multiWin starten.
3. Zwischen den verschiedenen Analysator-Modulen wechseln. Dafür zunächst die Sensorik aktivieren:
  - Den Menüpunkt GERÄT ▶ GERÄT BEARBEITEN wählen.
4. Die zu analysierenden ELEMENTE aktivieren.
  - Sind sowohl Kohlenstoff/Schwefel als auch Chlor aktiviert, in der Liste VERBRENNUNGSROHR auf KERAMIKROHR CS klicken.
  - Als ZUSTANDSFORM die Option FEST aktivieren.
5. Das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
6. Eine Methode laden (Menüpunkt METHODE ▶ METHODE AKTIVIEREN) oder eine neue Methode erstellen (Menüpunkt METHODE ▶ METHODE NEU).
  - Den Parameter „EC/TC“ für die Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse wählen.
  - Empfohlene Parameter für die Methodeneinstellung (Karte PROZESS):

OFENTEMPERATUR	850 °C
EC-AUSBLASZEIT	300 s

7. Nach der Einlaufzeit folgende Gasflüsse einstellen:

<b>pump</b>	<b>O<sub>2</sub></b>
Saugfluss einstellen, sodass im STATUS-Fenster der Wert SOLL = 100 ± 10 angezeigt wird, entspricht ca.1,7 l/min	2,3 – 2,5 l/min

Das Analysensystem hat jetzt Zeit, sich zu konditionieren.

Sollte der Saugfluss stark abweichen oder sich später verändern, den Saugfluss am Ventil „pump“ des multi EA 4000 nachstellen.

8. Die Proben auf jeweils zwei Keramikschißchen einwiegen.
9. Die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN] starten.
10. Eine Analysengruppe erstellen oder wählen, in der die Messdaten gespeichert werden.
11. Eine Analysensequenz erstellen.
  - Der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzufügen. Für jede Probe müssen zwei Schißchen vorgesehen werden, die in der Sequenz nacheinander abgearbeitet werden.
  - Folgende Daten eingeben:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	Position der Probe auf dem Probenrack bzw. in der Analysenfolge bei Messungen mit manueller Probenezufuhr. Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen.

	Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystentyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Den Probengeber bestücken. Die Schaltflächen  und  verwenden, um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
- Auf  in der Sequenzzeile klicken, um die Sequenzzeile für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können mit der Schaltfläche  freigeschaltet werden.
- ✓ Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.

## 12. Auf [MESSUNG STARTEN] klicken.

Bei Messungen mit manuellem Probenvorschub erscheint vor jedem Mess-Start ein zusätzliches Eingabefenster für die Eingabe der Einwaage.

- ✓ Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.
- In der Probe im **Schiffchen 1** wird der Elementare Kohlenstoff (EC) bestimmt. Vor der Messung von **Schiffchen 1** erfolgt die automatische Abschaltung der Saugpumpe und Umschaltung von Sauerstoff auf Argon. Stellen Sie nun den Argonstrom am Ar/O<sub>2</sub>-Rotameter auf 2,3–2,5 l/min ein. Für nachfolgende Pyrolysemessungen bleibt diese Flusseinstellung erhalten.
- Die Probe im **Schiffchen 1** wird nach Ablauf der Wartezeit (Spülung des Verbrennungsrohrs mit Argon) zuerst im Argonstrom pyrolysiert. Dabei entweichen die bei der vorgewählten Temperatur flüchtigen Anteile der enthaltenen Kohlenstoffverbindungen. Im Idealfall und/oder nach entsprechender Vorbehandlung verbleibt der elementare Kohlenstoff (EC) auf dem Schiffchen.
- Nach der Pyrolyse erfolgt die Umschaltung auf Sauerstoff und die Saugpumpe wird eingeschaltet. Der Anteil des verbliebenen Kohlenstoffs (EC) in der bereits pyrolysierten Probe wird durch Verbrennung im Sauerstoffstrom bestimmt.
- Die Probe im **Schiffchen 2** wird zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts (TC) im Sauerstoffstrom umgesetzt.
- Aus der Differenz der beiden erhaltenen Messwerte (TC und EC) kann auf die Menge an abbaubarem oder aktivem Kohlenstoff geschlossen werden.

Während längerer Messpausen kann die Gaszufuhr im Programm multiWin abgeschaltet werden, wodurch Sauerstoff gespart wird. Die Sauerstoffzufuhr muss aber rechtzeitig (ca. 10 min) vor Messstart wieder eingeschaltet sein.

## 6.4 CI-Bestimmung

### 6.4.1 multi EA 4000 für CI-Messungen vorbereiten



#### WARNUNG

Gefahr von elektrischem Kurzschluss! Im Verbrennungsofen HTS1500 treten trotz Niederspannung (max. 24 V) sehr hohe elektrische Ströme auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung stromführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Schalten Sie den Analysator für Umbau und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder Verbrennungsofen immer am Netzschalter auf der Geräterückseite aus.



#### VORSICHT

Am heißen Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Lassen Sie das Grundgerät vor dem Umbau lange genug abkühlen!



#### BEACHTEN

Durch Alkalisalze (Handschweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungsofens Kristallisationen im Quarzglas auf, die die Lebensdauer des Rohres verkürzen.

Berühren Sie das Verbrennungsrohr möglichst nicht mit der Hand. Tragen Sie zur Montage der Schleuse auf das Verbrennungsrohr Schutzhandschuhe. Reinigen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Einsetzen in den Verbrennungsofen von außen mit Ethanol.

Für CI-Messungen wird ein Quarzrohr verwendet, an das die Gasschleuse montiert wird. An das Quarzrohr wird keine Staubfalle angesetzt.

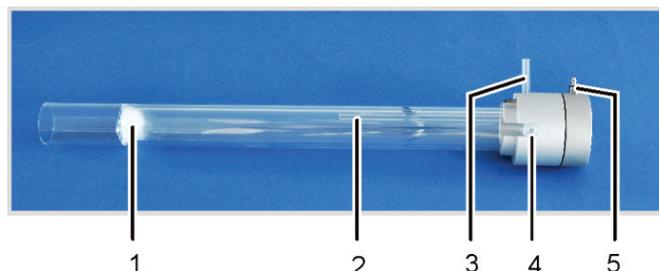


Bild 44 Verbrennungsrohr aus Quarz mit Gasschleuse

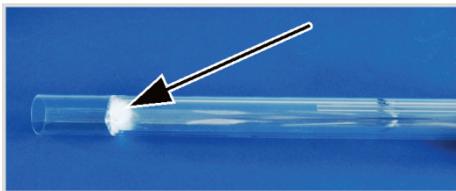
- |                                    |                                       |
|------------------------------------|---------------------------------------|
| 1 Quarzwollstopfen                 | 4 Messgasabgang mit Schliffverbindung |
| 2 Bypass für Sauerstoffzufuhr      | 5 Argonzufuhr an der Gasschleuse      |
| 3 Anschluss-Stutzen für Sauerstoff |                                       |

Das Quarzrohr mit Gasschleuse kann über ein Kupplungsstück am multi EA 4000 befestigt werden.



Bild 45 Kupplungsstück für Cl-Messungen

Überprüfen Sie die elektrischen Anschlüsse und Schlauchverbindungen entsprechend Abschnitt "multi EA 4000 Cl aufstellen" bzw. "multi EA 4000 C/S Cl aufstellen" S. 53ff.



1. Das Quarzrohr mit ca. 2,5 cm Quarzwolle füllen und den Wappropfen an das Ende des Rohres schieben.



2. Den Dichtungsring in den Andruckring der Gasschleuse legen.



3. Das Quarzrohr in den Andruckring schieben, sodass die Gasabgänge in die Schlitz des Ringes ragen.



4. Das Gegenstück der Gasschleuse mit den drei dazugehörigen Innensechskantschrauben befestigen. Die Schrauben dabei reihum gleichmäßig festziehen.

Beim Festziehen der Schrauben darauf achten, dass das Quarzrohr in der Gasschleuse zentriert ist.

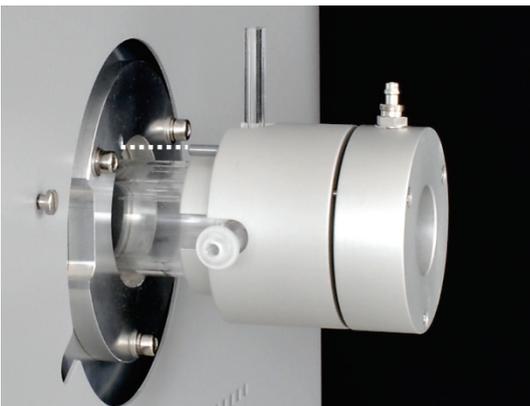


- ✓ Die Gasschleuse ist richtig montiert, wenn der Spalt zwischen Andruckring und Gegenstück gleichmäßig ca. 1 mm breit ist.

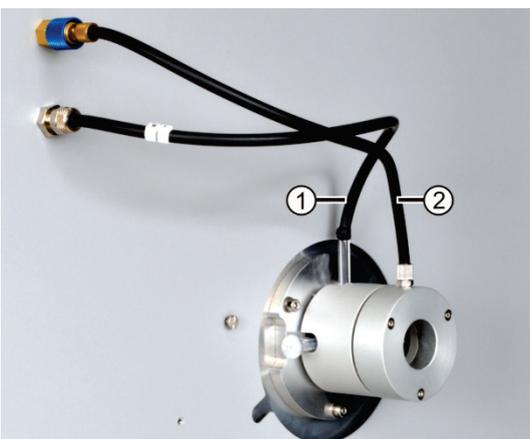


5. Kupplungsstück mit drei Innensechskantschrauben auf der rechten Seite des Grundgeräts montieren. Darauf achten, dass das Führungsloch über dem Loch im Grundgerät liegt und die Aussparung zur Frontseite zeigt.

6. Hitzeschutzblende entfernen. Dafür 2 Schlitzschrauben mit Schraubendreher lösen.



7. Das Quarzrohr mit Gasschleuse bis zum Anschlag in den Verbrennungsofen schieben. Dabei Führungsstift in das Führungsloch einführen (siehe gestrichelte Linie).



Ohne Verwendung des Flammensensors:

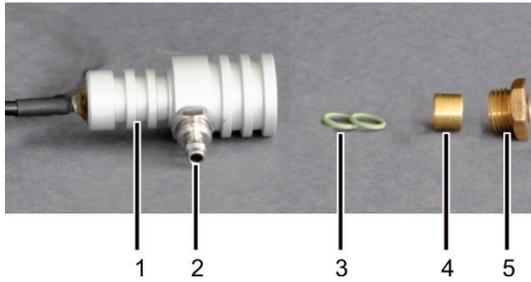
8. Den Schlauch für die Sauerstoffzufuhr (Schlauch Nr. 17) auf den Glasstutzen des Verbrennungsrohrs (1) schieben.
9. Den Schlauch für die Argonzufuhr an der Gasschleuse (2) anschließen.

**Beachte!** Die Schläuche dürfen nicht geknickt oder verdreht werden.

- ✓ Das Quarzrohr ist im multi EA 4000 eingesetzt.

- 1 Anschluss Sauerstoff
- 2 Anschluss Argon

### Flammensensor anschließen (optional)



- |   |                         |   |                |
|---|-------------------------|---|----------------|
| 1 | Sensorkopf              | 4 | Messinghülse   |
| 2 | Gasanschluss Sauerstoff | 5 | Rändelschraube |
| 3 | Dichtringe              |   |                |



- Den Flammensensor zusammensetzen:  
Nacheinander die 2 Dichtringe (3) und die Messinghülse (4) in den Sensorkopf (1) einsetzen.  
Rändelschraube aus Aluminium (5) nur leicht am Sensorkopf anschrauben.  
Hinweis: Dem Flammensensor liegt ein dritter Dichtring als Ersatz bei.
- Schwarze Blendscheibe (1) auf den Gasstutzen des Quarzrohrs schieben.
- Den Schlauch für die Sauerstoffzufuhr (Schlauch Nr. 17) am Gasanschluss (3) befestigen.
- Den Flammensensor auf den Gasstutzen schieben und mit der Messingschraube (2) befestigen. Schraube fingerfest anziehen.
- Das Kabel des Flammensensors an den Anschluss „valve“ hinten am C/S-Modul (bzw. CI-Modul) anschließen.

### Schwefelsäuregefäß anschließen

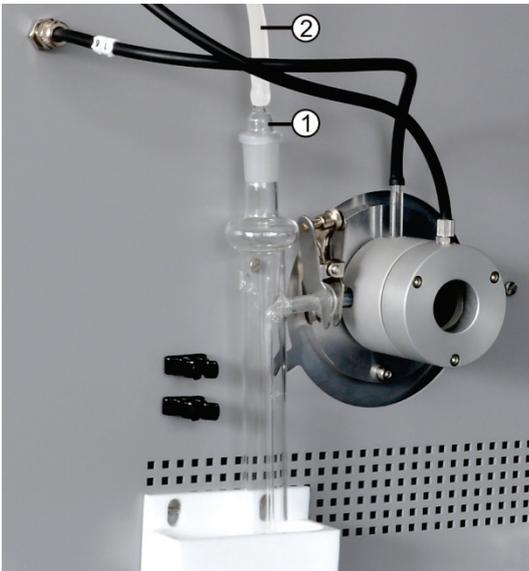
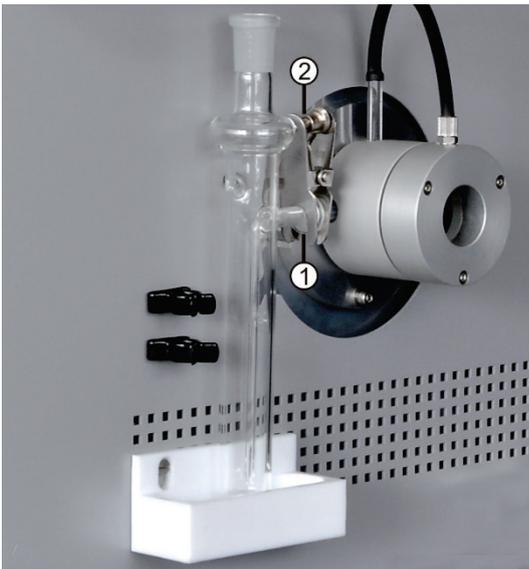
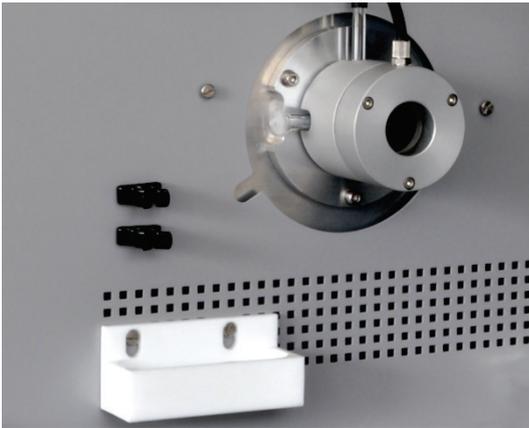


#### WARNUNG

Die im Schwefelsäuregefäß als Trockenmittel verwendete konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen!

Tragen Sie zum Wechseln der Schwefelsäure entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem Sicherheitsdatenblatt! Gehen Sie beim Einfüllen der Schwefelsäure besonders umsichtig vor!

Entsprechend der Messmethode wird ein Schwefelsäuregefäß mit oder ohne Split-Abgang verwendet.



1. Die PTFE-Wanne und die 2 Klemmen für das Sicherheitsgefäß ggf. am Grundgerät festschrauben.

2. Das Schwefelsäuregefäß mit 12–15 ml Schwefelsäure füllen.

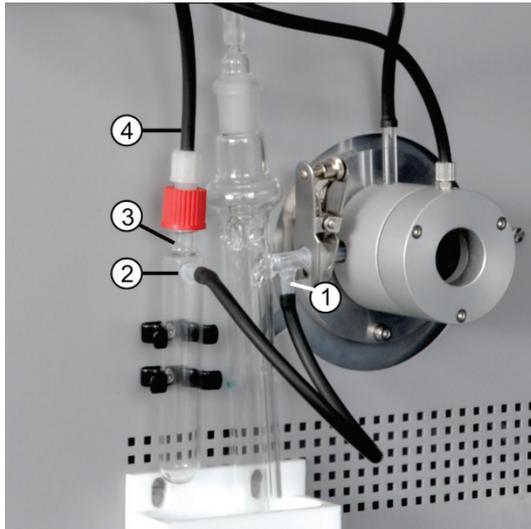
3. Das gefüllte Schwefelsäuregefäß über die PTFE-Wanne halten.

4. Den Gasabgang des Verbrennungsrohrs und den Eingang des Schwefelsäuregefäßes mit der Kugelschliffverbindung (1) zusammensetzen.

5. Die Kugelschliffverbindung mit der Gabelklemme (2) sichern. Dafür die Rändelschraube handfest anziehen.

6. Den Messgasschlauch (2, durchsichtig) auf den Schlauchanschluss der Glasolive schieben.

7. Das Schwefelsäuregefäß mit der Glasolive (1) verschließen.



1 Split-Abgang                    3 Sicherheitsgefäß  
2 Anschluss-Stutzen        4 Bypass-Schlauch

Nur Schwefelsäuregefäße mit Split-Abgang:

8. Den Split-Abgang des Schwefelsäuregefäßes (1) über ein kurzes Schlauchstück mit dem seitlichen Anschluss des Sicherheitsgefäßes (2) verbinden.
9. Das Sicherheitsgefäß in die 2 Klemmen drücken.
10. Den schwarzen Bypass-Schlauch (4) oben am Sicherheitsgefäß (3) anschließen.

Bei Schwefelsäuregefäßen ohne Split-Abgang hängt der Bypass-Schlauch frei.



11. Den Messgasschlauch (farblos) und den Bypass-Schlauch (schwarz) durch den Kanal im multi EA 4000 schieben. Ggf. die Schläuche mit einer Pinzette aus dem anderen Kanalende ziehen.

Die Schläuche durch die Öffnung auf der linken Seite des Cl-Moduls führen.



Nur Schwefelsäuregefäße mit Split-Abgang:

12. Im Cl-Modul den Bypass-Schlauch am mit Kupferwolle gefüllten Gaseingangsschenkel der Halogenidfalle anschließen.

Der Messgasschlauch wird später an der Kombielektrode angeschlossen (→ siehe Abschnitt "Messzelle bereitstellen" S. 89).

## 6.4.2 Elektrolytlösung herstellen



### WARNUNG

Die zur Herstellung der Elektrolytlösung verwendete 99%ige Essigsäure und Salpetersäure sowie Thymol können schwere Verätzungen verursachen!

Tragen Sie bei der Herstellung der Elektrolytlösung entsprechende Schutzkleidung!  
Beachten Sie alle Vorgaben aus den Sicherheitsdatenblättern!

Benötigte Reagenzien:

- 200 ml Essigsäure c = 99 %
- 4 ml Salpetersäure konz.
- 4 g Gelatine
- 1,0 g Thymol
- 0,3 g Thymolblau
- 500 ml Methanol

Stellen Sie die Elektrolytlösung wie folgt her:

1. Lösung A:

500 ml Reinstwasser in einen 1000 ml Messkolben füllen, 4 ml HNO<sub>3</sub> (konz.) zusetzen, vorsichtig 200 ml Essigsäure zugeben und mit Reinstwasser bis zur Marke auffüllen.

2. Lösung B1:

4 g Gelatine in einem Becherglas mit 400 ml Reinstwasser verrühren, 3 Stunden quellen lassen und anschließend unter Erwärmen auf 35–45 °C lösen.

3. Lösung B2:

1,0 g Thymol und 0,3 g Thymolblau in einem Becherglas in 500 ml Methanol lösen.

4. Lösung B:

Die Lösung B1 nach Abkühlen auf (18–22) °C langsam und unter Rühren in die Lösung B2 geben, filtrieren, in einen 1000 ml Messkolben überführen und mit Reinstwasser bis zur Marke auffüllen.

5. Lösung C – gebrauchsfertiger Elektrolyt:

8 ml der Lösung B in einen 100 ml-Messzylinder pipettieren und mit der Lösung A auf 100 ml auffüllen oder  
40 ml der Lösung B in einen 500 ml-Messzylinder pipettieren und mit der Lösung A auf 500 ml auffüllen.

Lagerung und Haltbarkeit der Elektrolyt-Lösungen

- Die Lösungen A und B sind, in fest verschlossenen Flaschen bei  $4 \pm 3$  °C aufbewahrt, etwa 6 Monate haltbar.
- Die gebrauchsfertige Elektrolytlösung (Lösung C) ist in fest verschlossenen Glasgefäßen bei 20–25 °C etwa 30 Tage haltbar.

### 6.4.3 Messzelle bereitstellen



#### BEACHTE

Ein Eintrocknen des Elektrolyten auf der Kombielektrode kann die Elektrode schädigen. Bewahren Sie die Elektrode bei kurzzeitigen Betriebspausen, z.B. über Nacht, in Elektrolytlösung auf.

Lassen Sie die Elektrode vor der ersten Nutzung 1-2 h in Elektrolytlösung stehen. Erst dann erhalten Sie reproduzierbare Werte.

Die gefüllte Messzelle und die Elektrode müssen am Gerät angeschlossen sein, bevor das CI-Modul eingeschaltet wird.

1. Den Elektrolyt in den Messzellengrundkörper einfüllen (zur Herstellung des Elektrolyts siehe Abschnitt "Elektrolytlösung herstellen" S. 88):
  - „sensitive“ Zelle: ca. 20 ml
  - „high concentration“ Zelle: ca. 120 ml
2. Einen Magnetrührstab auf den Boden der Messzelle legen.
3. Den Messzellendeckel mit den 3 Rändelschrauben befestigen.
4. Die Messzelle in den Halter des CI-Moduls stellen. Dabei darauf achten, dass der Stift der Messzelle nach vorne zeigt und im Führungsschlitz des Halters steckt.



- 1 Anschluss Kombielektrode
- 2 Anschluss Messgas an Kombielektrode
- 3 Olive mit angeschlossenen Absaugschlauch
- 4 Anschluss Messzelle
- 5 Adsorptionsrohr, mit Aktivkohle gefüllt

5. Die Kombielektrode und die Schlaucholive mit dem Absaugschlauch in die dafür vorgesehenen Öffnungen des Messzellendeckels stecken.
6. Die Kombielektrode und die Messzelle an den Anschlüssen der Rückwand des CI-Moduls anschließen.
7. Den Messgasschlauch (farblos) ca. 1 cm weit auf das Ende der Kombielektrode schieben.

**Beachte!** Wenn der Schlauch zu weit auf die Elektrode geschoben wird, saugt er sich fest. Beim Abziehen des Schlauches kann die Elektrode dann brechen.

8. Den multi EA 4000 mit seinen Gerätekomponenten einschalten (→ siehe Abschnitt "CI-Messung ausführen" S. 90).
9. Eine Endpunktroutine durchführen (→ siehe Abschnitt "Endpunktroutine" S. 90).
  - ✓ Ist die Endpunktroutine beendet, ist das System messbereit.
10. Ggf. die Zelle mit einer Direktmethode prüfen.

## 6.4.4 Endpunktroutine

Eine Endpunktroutine ist nach jedem Elektrolytwechsel notwendig. Der Arbeitspunkt der coulometrischen Messzelle liegt im Bereich von 1500-5000 Counts.

1. Die Endpunktroutine über den Menüpunkt SYSTEM ► ENDPUNKTROUTINE starten.
2. Die Olive mit dem Absaugschlauch aus dem Deckel der Messzelle ziehen. Nach Aufforderung die HCl-Lösung direkt in die Messzelle dosieren:
  - „sensitive“ Zelle: 200 µl einer 0,01 molaren HCl-Lösung
  - „high concentration“ Zelle: 200 µl einer 0,1 molaren HCl-Lösung
3. Unmittelbar nach der Dosierung die Endpunktroutine durch Klick auf [OK] starten.

Im Fenster GERÄTE-STATUS erscheint während des Vorgangs der Status ENDPUNKTROUTINE. Nach der Endpunktroutine erscheinen im Fenster GERÄTE-STATUS der Status PAUSENTITRATION und der aktuelle Indikatorwert.

- ✓ Das System ist messbereit.

Der ermittelte Arbeitspunkt der Kombielektrode wird unter dem Menüpunkt SYSTEM ► KOMPONENTENTEST in der Registerkarte CL-AMP angezeigt.



### BEACHTEN

Um die Kombielektrode vor Verschleiß zu schützen, beachten Sie Folgendes:

- Füllen Sie vor der Endpunktroutine immer frisches Elektrolyt in die Messzelle ein.
- Führen Sie die Endpunktroutine nicht mehrmals hintereinander durch.

## 6.4.5 Cl-Messung ausführen



### VORSICHT

Bei Betrieb von Probengeber und manuellem Probenvorschub besteht Verbrennungsgefahr an heißen Schiffchen und Keramikhaken! Nach dem Herausziehen aus dem Ofen sind Schiffchen und Haken noch lange heiß.



### VORSICHT

Quetschgefahr am Probengeber! Der Probengeberarm, der Greifer und das Schiffchen-Karussell bewegen sich während des Einschaltens und der Initialisierung sowie im Messbetrieb. Halten Sie ausreichend Abstand, um sich nicht die Hände zu quetschen.

Beim Bestücken des Probengebers: Öffnen Sie die Abdeckung erst, wenn sich das Schiffchen-Karussell nicht mehr bewegt.

1. Das Grundgerät multi EA 4000, das Cl-Modul, C/S-Modul (nur bei multi EA 4000 C/S Cl) und ggf. den FPG 48 einschalten. Darauf achten, das Grundgerät sowohl am Netzschalter auf der Rückseite als auch am Ein/Aus-Schalter an der Frontseite anzuschalten.
  - ✓ Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.
2. Das Programm multiWin starten.

3. Zwischen den verschiedenen Analysator-Modulen wechseln. Dafür zunächst die Sensorik aktivieren:
  - Den Menüpunkt GERÄT ▶ GERÄT BEARBEITEN wählen.
  - Chlor als zu analysierendes ELEMENT aktivieren.
  - Sind sowohl Kohlenstoff/Schwefel als auch Chlor aktiviert, in der Liste VERBRENNUNGSRÖHR auf QUARZRÖHR (CL) klicken.
  - Als ZUSTANDSFORMEN die Option FEST aktivieren.
4. Das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
5. Eine Methode laden (Menüpunkt METHODE ▶ METHODE AKTIVIEREN) oder eine neue Methode erstellen (Menüpunkt METHODE ▶ METHODE NEU).

Folgende Parameter können für Cl-Messungen ausgewählt werden:

- Cl\_AMP (Chlorgehalt in Feststoffen bestimmen)
- Cl\_direkt\_AMP (Überprüfung der Messzelle durch Pipettieren eines flüssigen Standards direkt in die Messzelle)

6. Die Gasflüsse einstellen:

**Cl-Messungen ohne Gassplitting**

- In der Methode muss auf der Registerkarte PROZESSPARAMETER für den splitlosen Betrieb der MESSGASFLUSS 100 % gewählt werden.
- Folgende Gasflüsse müssen dafür eingestellt werden:

---

**Gasflüsse für Messungen ohne Gassplitting**

pump	O <sub>2</sub>	Ar
ca. 600 ml/min	300- 400 ml/min	300- 400 ml/min

- Folgendes ist bei der Einstellung der Gasflüsse zu beachten:

Der Saugfluss wird am Durchflussregler „pump“ eingestellt. Er muss ca. 200 ml/min größer als der Sauerstofffluss sein. Um die Wirkung der Gasschleuse zu gewährleisten, muss die Summe aus Argon- und Sauerstofffluss mindestens 200 ml/min größer als der Saugfluss sein.

Auf Aufforderung muss der Anwender manuell am Durchflussregler „pump“ des Grundgerätes den Saugfluss reduzieren.



**BEACHTEN**

Es ist unbedingt notwendig, den Saugfluss bei Aufforderung im splitlosen Betrieb zu reduzieren! Anderenfalls kann Schwefelsäure oder Elektrolytlösung in das Schlauchsystem und nachfolgende Bauteile gesaugt werden und dort Schäden verursachen.

Cl-Messungen mit Gassplitting

1. In den Methodenparametern eines der folgenden Splitverhältnisse (in %) auf der Registerkarte PROZESS einstellen:

Messgas	Splitverhältnis
10	1 : 10
20	1 : 5

2. Folgende Gasflüsse müssen für die Arbeit mit Messgassplit eingestellt werden:

---

**Gasflüsse für Messungen mit Messgassplit**


---

pump	O <sub>2</sub>	Ar
max. (ca. 2,5 l/min)	1 l/min	2,4 l/min

---

Den Splitfaktor zunächst aus einer vorhandenen Methode übernehmen und ihn anschließend neu ermitteln.

3. Die Proben auf Quarzschiffchen einwiegen.

Proben wie Altöl sollten beim Einwiegen im Quarzglasschiffchen auf ausgeglühten Quarzsand aufgebracht und mit einer ausreichenden Menge Quarzsand abgedeckt werden. Altöleinwaagen dürfen 50 mg nicht überschreiten.

4. Die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN] starten.

5. Eine Analysengruppe wählen oder neu erstellen, in der die Messdaten gespeichert werden.

6. Eine Analysensequenz erstellen

- Der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzufügen.
- Folgende Daten eingeben:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	Position der Probe auf dem Probenrack Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analysentyps (PROBE, TAGESFAKTOR, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für AQS-Standards
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Den Probengeber bestücken. Die Schaltflächen  und  verwenden, um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
- Auf  in der Sequenzzeile klicken, um die Sequenzzeile für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können mit der Schaltfläche  freigeschaltet werden.
- ✓ Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.

7. Auf [MESSUNG STARTEN] klicken.

Die Probe wird im Argonstrom bei Temperaturen zwischen 300 und 600 °C pyrolysiert (vordere Ofenzone). Die entstehenden Pyrolyseprodukte werden im Sauerstoffstrom bei 1000 °C vollständig oxidiert.

Probengeber FPG 48 verwenden

- Wählen Sie ein geeignetes Programm für den Vorschub des Probengebers, dass eine längere Verweilzeit im Aufwämbereich am Ofeneingang beinhaltet.
- Bei sehr reaktiven Proben nutzen Sie den optional erhältlichen Flammensensor.

Manuellen Probenvor-  
schub verwenden



## VORSICHT

Beim Beschicken des Ofens und gleichzeitiger Beobachtung der Verbrennung ist das Benutzen einer Schutzbrille erforderlich.

- Die Messung starten. Dann das Schiffchen in den Ofen schieben.
- Das Schiffchen bis kurz hinter die Gasschleuse in das Verbrennungsrohr schieben, sodass sich die Mitte des Schiffchens in der Höhe des Frontbleches befindet. Das Schiffchen kurz durchwärmen lassen.
- Anschließend das Schiffchen vorsichtig in die heiße Zone des Verbrennungsofens schieben. Dabei ständig das Ende des Sauerstoffzuführungsrohrs beobachten. Sobald es durch die Verbrennung der Pyrolysegase zu Leuchterscheinungen kommt, das Schiffchen in der aktuellen Position halten. Ist das Leuchten abgeklungen, das Schiffchen langsam weiterschieben. Bei erneutem Leuchten das Schiffchen wieder anhalten usw., bis sich das Schiffchen vollständig im Ofen befindet (Position ist durch Anschlag des Probenvorschubs vorgegeben). In dieser Position werden die flüchtigen Pyrolyseprodukte bei 1000-1100 °C verbrannt.
- Nach Überführung des Schiffchens in die heiße Zone die Meldung auf dem Bildschirm mit [OK] bestätigen.



## BEACHTEN

Der Vortrieb des Schiffchens muss äußerst langsam erfolgen, damit die Pyrolysegase langsam entstehen und vollständig verbrannt werden können. Ein zu schnelles Zuführen der Probe kann zu einer unvollständigen Verbrennung und so zum Verrußen des Analysensystems und daraus resultierend zu falschen Messergebnissen führen.

- ✓ Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE. Die Messroutine mit Titrationsverzögerung beginnt.

### 6.4.6 Überprüfung des Splitverhältnisses

Das eingestellte Splitverhältnis muss vor einer Messreihe mit einem Standard überprüft und mögliche Abweichung korrigiert werden.

Folgende Standardkonzentrationen werden empfohlen:

Messzelle	Standardkonzentration
„high concentration“	1 molare HCl
„sensitive“	0,1 molare HCl

1. 50 µl des Standards auf Keramikmatte in einem Schiffchen in den heißen Ofen überführen.
2. Mit der Methode die Bestimmung durchführen:
  - Die Messung des Standards dreimal wiederholen und den Mittelwert bestimmen.

- Den Splitfaktor F berechnen:

$$F = a_{soll} / \overline{a_{ist}}$$

$a_{soll}$  erwarteter absoluter Cl-Gehalt in  $\mu\text{g}$

$\overline{a_{ist}}$  mittlerer absoluter Cl-Gehalt aus den 3 Standardmessungen

- Den berechneten Faktor in der Methode auf der Registerkarte KALIBRIERUNG im Eingabefeld TAGESFAKTOR eintragen. Den Wert mit [ÜBERNEHMEN] für die folgenden Messungen übernehmen.

Für die Ermittlung eines neuen Splitfaktors muss in der Methode auf der Registerkarte KALIBRIERUNG der Tagesfaktor auf den Wert 1 gesetzt werden.

### 6.4.7 Quarzschiffchen ausbrennen

Quarzschiffchen müssen ausgebrannt werden

- vor der ersten Verwendung
- nach der Reinigung von starken Verschmutzungen.

Dazu führen Sie die Messroutine mit leeren Quarzschiffchen aus.

## 6.5 TIC/TOC-Bestimmung mit Automatischem TIC-Feststoffmodul

### 6.5.1 Automatisches TIC-Feststoffmodul für die Analyse vorbereiten



#### WARNUNG

Gefahr von elektrischem Kurzschluss! Im Verbrennungsofen HTS1500 treten trotz Niederspannung (max. 24 V) sehr hohe elektrische Ströme auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung stromführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Schalten Sie den Analysator für Umbau und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder Verbrennungsofen immer am Netzschalter auf der Geräterückseite aus.



#### VORSICHT

Am heißen Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Lassen Sie das Grundgerät vor dem Umbau lange genug abkühlen!

Der TIC-Reaktor des Automatischem TIC-Feststoffmoduls besteht aus einem Quarzrohr mit Eingängen für Säure und Sauerstoff sowie einem Messgasausgang. Das Quarzrohr wird mit einer Kupplung an das Verbrennungsrohr aus Keramik montiert. Für die Verbindung der beiden Rohre werden die folgenden Einzelteile benötigt:

- Grundkörper der Gasschleuse für C/S-Messungen (mit Dichtringen)
- Andruckring
- 2 Dichtringe
- Rändelring

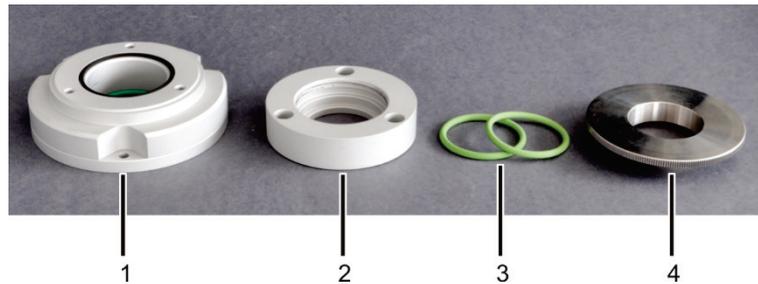
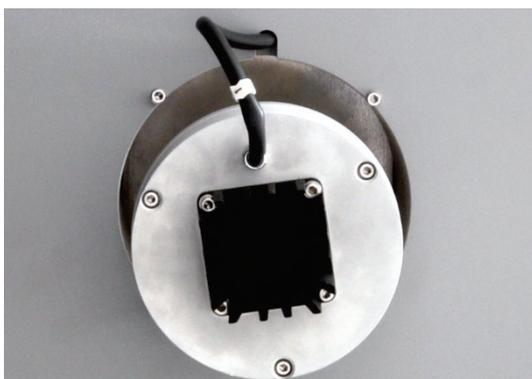
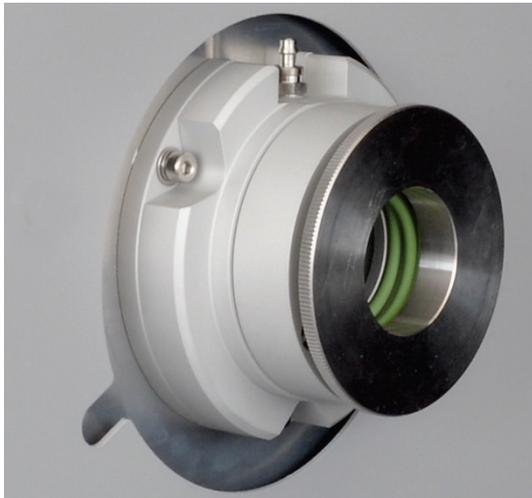


Bild 46 Einzelteile für die Verbindung von TIC-Reaktor und Keramikrohr

- |  |              |
|--|--------------|
| 1 Grundkörper der Gasschleuse<br>(im Bild mit schwarzem Dichtring für Andruckring) | 3 Dichtringe |
| 2 Andruckring  | 4 Rändelring |

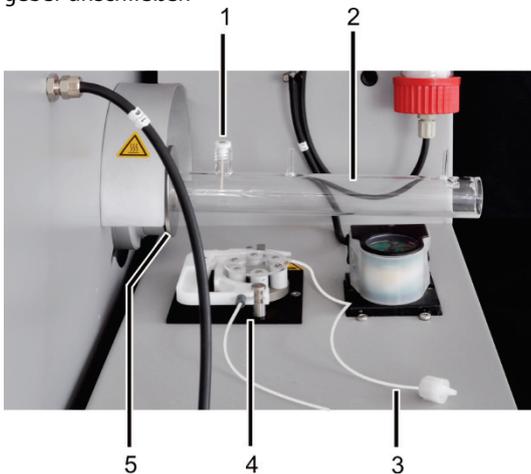
Der Gasanschluss am Grundkörper (1 in Bild 46) bleibt bei Messungen mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul frei. Grundkörper und Andruckring (2) werden gasdicht miteinander verschraubt, sodass an dieser Stelle keine Umgebungsluft in das System eindringen oder Messgas austreten kann.



1. Die Einzelteile der Kupplung für die Verbindung von Keramikrohr und TIC-Reaktor zusammensetzen.  
Den Rändelring (4 in Bild 46) nur leicht anschrauben.
2. Die Kupplung mit 3 Innensechskantschrauben auf der rechten Seite des multi EA 4000 montieren.
3. Die Staubfalle auf das Verbrennungsrohr aus Keramik schieben. Keramikrohr mit Staubfalle über die Öffnung auf der linken Seite in den multi EA 4000 einsetzen.  
Staubfalle dabei so ausrichten, dass der Gasstutzen nach oben zeigt.
4. Messgasschlauch (Schlauch Nr. 1) an der Staubfalle montieren.



TIC-Reaktor und Proben-  
geber anschließen



- 1 Keramikkanüle mit Dichtring
- 2 TIC-Reaktor aus Quarzglas
- 3 Pumpschlauch mit Anschluss an TIC-Reaktor
- 4 Schlauchpumpe
- 5 Rändelring

Wenn sich das Rohr verhakt, in einer leichten Drehbewegung, ohne Druck weiterschieben. Das Rohr fest in die Dichtung der Gasschleuse einführen.

5. Berührungsschutz Staubfalle auf der linken Seite des Grundgeräts aufsetzen.
6. Das Hitzeschutzblech über der Gasschleuse anbringen.
7. Die 2 Abstandshalter vom multi EA 4000 abschrauben.
8. Das Automatische TIC-Feststoffmodul rechts neben das Grundgerät stellen. Das TIC-Feststoffmodul soweit an die Wand des Grundgerätes heranschieben, bis die 2 weißen Abstandshalter am TIC-Feststoffmodul die Gerätewand berühren.
9. Die elektrischen Verbindungen anschließen und die Schlauchverbindungen überprüfen (→ siehe Abschnitt "Automatisches TIC-Feststoffmodul aufstellen" S. 58).

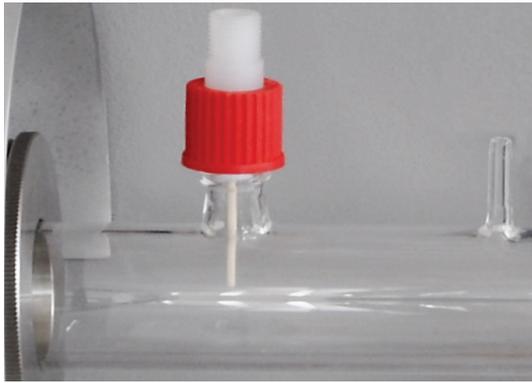
1. Den TIC-Reaktor (2) in die Kupplung schieben, bis er das Keramikrohr berührt. Die Anschlüsse des TIC-Reaktors müssen dabei nach oben zeigen.
2. Den TIC-Reaktor an der Kupplung befestigen. Dafür den Rändelring (5) vorsichtig festschrauben.

**Beachte!** Der Reaktor muss zentriert in der Kupplung sitzen.

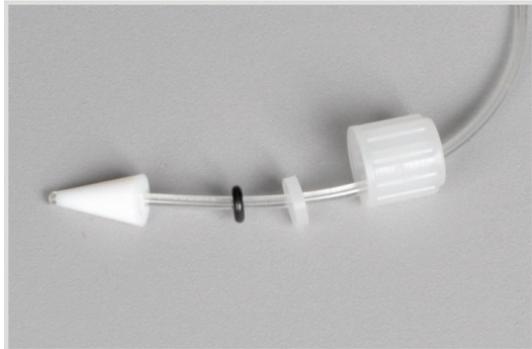
Wenn sich der TIC-Reaktor auf diese Weise nicht einsetzen lässt, den Rändelring abschrauben. Den Rändelring und die 2 grünen Dichtringe auf den TIC-Reaktor aufschieben. TIC-Reaktor so in die Kupplung einsetzen und festschrauben.

3. Die Keramikkanüle mit Dichtring (1) auf den Anschluss mit Schraubgewinde aufsetzen.
4. Den Pumpschlauch in die Kassette der Schlauchpumpe (4) einspannen.

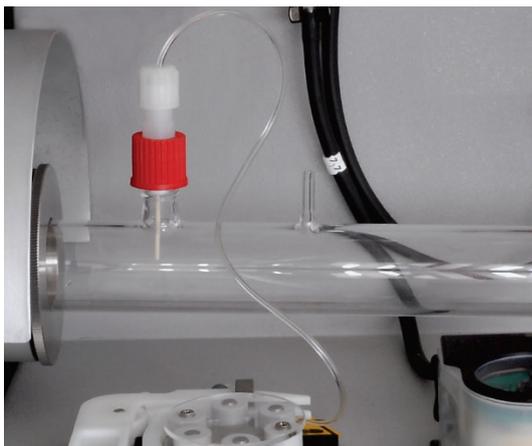
Das Schlauchende mit Anschluss an den Reaktor (3) muss dabei zum Reaktor hinzeigen.



- Die Keramikkanüle mit der roten Schraubkappe fixieren.



- Überprüfen, dass Dichtkegel, Dichtungen und Schraubkappe auf dem Pumpschlauch montiert sind.



- Den Pumpschlauch handfest an die rote Schraubkappe schrauben.

**Beachte!** Der TIC-Reaktor kann heiß werden. Verlegen Sie den Pumpschlauch zur Schlauchpumpe so, dass er nicht den heißen Reaktor berührt.



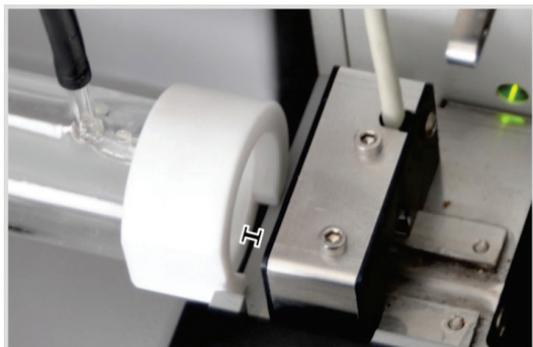
- Den Messgasausgang (1) mithilfe von Schlauch Nr. 72 mit dem oberen Ende der Kühlschlange auf der Rückseite des TIC-Feststoffmoduls verbinden.

- Auf den Reaktorstützen für das Trägergas (2) den Schlauch für die Sauerstoffzufuhr (Nr. 17) schieben.

**Beachte!** Den Reaktor beim Anbringen der Schläuche stets mit einer Hand abstützen. Bei zu starkem Druck auf den Glaszylinder, kann der TIC-Reaktor brechen.

- Die Säureflasche (3) in einer Auffangschale vor die Säurepumpe stellen.

- Das Ende des Pumpschlauchs über eine der Öffnungen in der Schraubkappe in die Säureflasche einführen.



12. Den weißen PTFE-Ring auf das Ende des TIC-Reaktors schieben.
13. Den Probengeber FPG 48 aufstellen und mit der Schiffchenablage nachrüsten (→ siehe Abschnitt "Probengeber FPG 48 aufstellen und justieren" S. 64).

Probengeber an das TIC-Feststoffmodul heranschieben. Der TIC-Reaktor mit dem PTFE-Ring liegt dabei auf der Kante des Probengebers auf.

Zwischen dem TIC-Reaktor und dem Probengeber muss ein Spalt von 2–4 mm bleiben, um Spannungen durch die thermische Ausdehnung des Keramikrohrs zu vermeiden.

14. Den Probengeber so ausrichten, dass das Keramikschiffchen gerade in den Reaktor und bei TOC-Messungen weiter in den Ofen geschoben werden kann.
15. Rechts neben dem FPG 48 unter die Abwurfschiene einen Behälter für die gebrauchten Keramikschiffchen bereitstellen.

## 6.5.2 Benötigte Reagenzien

Für die TIC-Bestimmung werden folgende Reagenzien benötigt:

- 40%ige ortho-Phosphorsäure (für empfohlene Differenzmethode)
- 10%ige Salzsäure für TOC-Bestimmungen (für Direktmethode)

## 6.5.3 TIC-Bestimmung mit Automatischem TIC-Feststoffmodul



### VORSICHT

Im Betrieb des Probengebers besteht Verbrennungsgefahr am heißen Schiffchen und Keramikhaken! Nach dem Herausziehen aus dem Ofen sind Schiffchen und Haken noch lange heiß.



### VORSICHT

Quetschgefahr am Probengeber! Der Probengeberarm, der Greifer und das Schiffchen-Karussell bewegen sich während des Einschaltens und der Initialisierung sowie im Messbetrieb. Halten Sie ausreichend Abstand, um sich nicht die Hände zu quetschen.

Beim Bestücken des Probengebers: Öffnen Sie die Abdeckung erst, wenn sich das Schiffchen-Karussell nicht mehr bewegt.

1. Die Säureflasche des TIC-Feststoffmoduls mit ortho-Phosphorsäure füllen.
2. Das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul, das Automatische TIC-Feststoffmodul und den Probengeber FPG 48 einschalten. Darauf achten, das Grundgerät sowohl am Netzschalter auf der Rückseite als auch am Ein/Aus-Schalter an der Frontseite anzuschalten.

- ✓ Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.

Ein eventuell vorhandenes CI-Modul nicht einschalten.

3. Das Programm multiWin starten.
4. Zwischen den verschiedenen Analysator-Modulen wechseln. Dafür zunächst die Sensorik aktivieren:
  - Den Menüpunkt GERÄT ▶ GERÄT BEARBEITEN wählen.
  - „C“ in der Liste ELEMENTE aktivieren.
  - In der Liste VERBRENNUNGSRÖHR auf KERAMIKRÖHR (CS) klicken.
  - Als ZUSTANDSFORM die Option FEST aktivieren.
  - Die Option ABWURFSCHIENE aktivieren.
5. Das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
6. Eine Methode laden (Menüpunkt METHODE ▶ METHODE AKTIVIEREN) oder eine neue Methode erstellen (Menüpunkt METHODE ▶ METHODE NEU).  
Den Parameter TIC auswählen (nur TIC-Gehalt bestimmen).
7. Nach der Einlaufzeit folgende Gasflüsse einstellen:

pump	O <sub>2</sub>	Ar/O <sub>2</sub>
ca.1,7 l/min	2,5 l/min	1,5 l/min
entspricht SOLL = 100 ± 10 im STATUS-Fenster		

Argon wird für den Betrieb nicht benötigt, am Rotameter „Ar/O<sub>2</sub>“ liegt automatisch Sauerstoff an.

Das Analysensystem hat jetzt Zeit, sich zu konditionieren.

Sollte der Saugfluss stark abweichen oder sich später verändern, den Saugfluss am Ventil „pump“ des multi EA 4000 nachstellen.

8. Die Probe auf ein Keramikschißchen einwiegen. Die Einwaage für die TIC-Bestimmung darf maximal 50 mg betragen. Die Probe mit etwas ausgeglühtem Quarzsand abdecken. Der Quarzsand verbessert die Benetzung der Probe mit Säure.
9. Die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN] starten.
10. Eine Analysengruppe wählen oder neu erstellen, in der die Messdaten gespeichert werden.
11. Eine Analysensequenz erstellen.
  - Der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzufügen.
  - Folgende Daten eingeben:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	Position der Probe auf dem Probenrack Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.

ANALYSENTYP	Auswahl des Analystentyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Den Probengeber bestücken. Die Schaltflächen  und  verwenden, um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
- Auf  in der Sequenzzeile klicken, um Sequenzzeile für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können mit der Schaltfläche  freigeschaltet werden.
- ✓ Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.

12. Auf [MESSUNG STARTEN] klicken.

- ✓ Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.
- Die Schiffchenaufnahme nimmt ein Schiffchen vom Probenrack und legt es auf dem Keramikhaken ab.
- Der Keramikhaken schiebt das Schiffchen in den TIC-Reaktor. Sobald das Schiffchen die Position unter der Keramikkanüle erreicht hat, beginnt automatisch die Säurezugabe. Während des langsamen Schiffchenvorschubs wird die gesamte Probe mit Säure versetzt.
- Das Messgas mit dem ausgetriebenen TIC wird über die Messgastrocknung und –reinigung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls zum Detektor im C/S-Modul geleitet. Durch die Zufuhr von Sauerstoff am Eingang des TIC-Reaktors wird verhindert, dass Messgas durch den offenen Eingang entweicht.

#### 6.5.4 TOC-Bestimmung nach Differenzmethode mit Automat. TIC-Feststoffmodul



##### VORSICHT

Im Betrieb des Probengebers besteht Verbrennungsgefahr an heißen Schiffchen und Keramikhaken! Nach dem Herausziehen aus dem Ofen sind Schiffchen und Haken noch lange heiß.



##### VORSICHT

Quetschgefahr am Probengeber! Der Probengeberarm, der Greifer und das Schiffchen-Karussell bewegen sich während des Einschaltens und der Initialisierung sowie im Messbetrieb. Halten Sie ausreichend Abstand, um sich nicht die Hände zu quetschen.

Beim Bestücken des Probengebers: Öffnen Sie die Abdeckung erst, wenn sich das Schiffchen-Karussell nicht mehr bewegt.

Es handelt sich hier um die empfohlene Methode.

1. Die Säureflasche des TIC-Feststoffmoduls mit 40%iger ortho-Phosphorsäure füllen.

- Das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul, das Automatische TIC-Feststoffmodul und den FPG 48 einschalten. Darauf achten, das Grundgerät sowohl am Netzschalter an der Rückseite als auch am Ein/Aus-Schalter an der Frontseite anzuschalten.

✓ Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.

Ein eventuell vorhandenes CI-Modul nicht einschalten.

- Das Programm multiWin starten.
- Zwischen den verschiedenen Analysator-Modulen wechseln. Dafür zunächst die Sensorik aktivieren:
  - Den Menüpunkt GERÄT ► GERÄT BEARBEITEN wählen.
  - „C“ in der Liste ELEMENTE aktivieren.
  - In der Liste VERBRENNUNGSROHR auf KERAMIKROHR (CS) klicken.
  - Als ZUSTANDSFORM die Option FEST aktivieren.
  - Die Option ABWURFSCHIENE aktivieren.
- Das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
- Eine Methode laden (Menüpunkt METHODE ► METHODE AKTIVIEREN) oder eine neue Methode erstellen (Menüpunkt METHODE ► METHODE NEU).

Den Parameter TOC auswählen.

- Nach der Einlaufzeit folgende Gasflüsse einstellen:

pump	O <sub>2</sub>	Ar/O <sub>2</sub>
ca.1,7 l/min	2,5 l/min	1,5 l/min
entspricht SOLL = 100 ± 10 im STATUS-Fenster		

Das Analysensystem hat jetzt Zeit, sich zu konditionieren.

Sollte der Saugfluss stark abweichen oder sich später verändern, den Saugfluss am Ventil „pump“ des multi EA 4000 nachstellen.

- Die Probe auf 2 Keramikschiffchen einwiegen.
 

Die Einwaage auf Schiffchen 1 für die TIC-Bestimmung darf maximal 50 mg betragen. Die Probe mit etwas ausgeglühtem Quarzsand abdecken. Der Quarzsand verbessert die Benetzung der Probe mit Säure.
- Die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN] starten.
- Eine Analysengruppe erstellen oder wählen, in der die Messdaten gespeichert werden.
- Eine Analysensequenz erstellen.
  - Der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzufügen.
  - Folgende Daten eingeben:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	Position der Probe auf dem Probenrack Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.

NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystentyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Den Probengeber bestücken. Die Schaltflächen  und  verwenden, um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
- Auf  in der Sequenzzeile klicken, um die Sequenzzeile für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können mit der Schaltfläche  freigeschaltet werden.
- ✓ Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.

#### 12. Auf [MESSUNG STARTEN] klicken.

- ✓ Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.
- Die Schiffchenaufnahme nimmt das **Schiffchen 1** vom Probenrack und legt es auf dem Keramikhaken ab.
- Der Keramikhaken schiebt das Schiffchen in den TIC-Reaktor. Sobald das Schiffchen die Position unter der Keramikkanüle erreicht hat, beginnt automatisch die Säurezugabe. Während des langsamen Schiffchenvorschubs wird die gesamte Probe mit Säure versetzt.
- Das Messgas mit dem ausgetriebenen TIC wird über die Messgastrocknung und –reinigung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls zum Detektor im C/S-Modul geleitet.
- Danach wird das **Schiffchen 1** aus dem TIC-Reaktor herausgezogen und auf der Abwurfschiene abgelegt.
- Der Probengeber nimmt das **Schiffchen 2** mit der gleichen Probe vom Probenrack und schiebt es direkt in die heiße Zone des Ofens. Hier erfolgt die Verbrennung im Sauerstoffstrom. Auf diese Weise wird der gesamte Kohlenstoffgehalt (TC) bestimmt.
- Abschließend wird die Differenz der beiden Messwerte (TC-TIC) gebildet und als TOC-Ergebnis im Programm ausgegeben.

Während längerer Messpausen kann die Gaszufuhr im Programm multiWin heruntergeregelt werden, wodurch entsprechend Gas gespart wird. Es muss aber rechtzeitig (ca. 10 min) vor Messstart die Gaszufuhr wieder gewährleistet sein.

### 6.5.5 TOC-Messung mit Direktbestimmung



#### VORSICHT

Im Betrieb des Probengebers besteht Verbrennungsgefahr an heißen Schiffchen und Keramikhaken! Nach dem Herausziehen aus dem Ofen sind Schiffchen und Haken noch lange heiß.



#### VORSICHT

Quetschgefahr am Probengeber! Der Probengeberarm, der Greifer und das Schiffchen-Karussell bewegen sich während des Einschaltens und der Initialisierung sowie im Messbetrieb. Halten Sie ausreichend Abstand, um sich nicht die Hände zu quetschen.

Beim Bestücken des Probengebers: Öffnen Sie die Abdeckung erst, wenn sich das Schiffchen-Karussell nicht mehr bewegt.



#### BEACHTEN

Für die TOC-Messung mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul ist die Differenzmethode zu bevorzugen. Bei der Direktmethode werden das Verbrennungsrohr, die Halogenidfalle und die Detektoren mit Säure belastet, was zu Verschleiß führt.

Verwenden Sie zum Austreiben des TIC aus der Probe nur HCl-Säure. Phosphorsäure ist für die direkte Bestimmung des TOC ungeeignet.

Führen Sie eine Messung wie folgt durch:

1. Die Säureflasche mit 10%iger Salzsäure füllen.
2. Das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul, das Automatische TIC-Feststoffmodul und den FPG 48 einschalten. Darauf achten, das Grundgerät sowohl am Netzschalter an der Rückseite als auch am Ein/Aus-Schalter an der Frontseite anzuschalten.
  - ✓ Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.

Ein eventuell vorhandenes CI-Modul nicht einschalten.
3. Das Programm multiWin starten.
4. Zwischen den verschiedenen Analysator-Modulen wechseln. Dafür zunächst die Sensorik aktivieren:
  - Den Menüpunkt GERÄT ► GERÄT BEARBEITEN wählen.
  - „C“ in der Liste ELEMENTE aktivieren.
  - In der Liste VERBRENNUNGSROHR auf KERAMIKROHR (CS) klicken.
  - Als ZUSTANDSFORM die Option FEST aktivieren.
  - Die Option ABWURFSCHIENE aktivieren.
5. Das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
6. Eine Methode laden (Menüpunkt METHODE ► METHODE AKTIVIEREN) oder eine neue Methode erstellen (Menüpunkt METHODE ► METHODE NEU).
 

Den Parameter IC/OC auswählen.
7. Nach der Einlaufzeit folgende Gasflüsse einstellen:

pump	O <sub>2</sub>	Ar/O <sub>2</sub>
ca.1,7 l/min	2,5 l/min	1,5 l/min
entspricht SOLL = 100 ± 10 im STATUS-Fenster		

Das Analysensystem hat jetzt Zeit, sich zu konditionieren.

Sollte der Saugfluss stark abweichen oder sich später verändern, den Saugfluss am Ventil „pump“ des multi EA 4000 nachstellen.

8. Die Probe auf ein Keramikschißchen einwiegen.
9. Die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN] starten.
10. Eine Analysengruppe wählen oder neu erstellen, in der die Messdaten gespeichert werden.
11. Eine Analysensequenz erstellen.
  - Der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzuzufügen.
  - Folgende Daten eingeben:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	Position der Probe auf dem Probenrack Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Den Probengeber bestücken. Die Schaltflächen  und  verwenden, um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
  - Auf  in der Sequenzzeile klicken, um die Sequenzzeile für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können mit der Schaltfläche  freigeschaltet werden.
    - ✓ Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.
12. Auf [MESSUNG STARTEN] klicken.
    - ✓ Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.
    - Die Schiffchenaufnahme nimmt ein Schiffchen vom Probenrack und legt es auf dem Keramikhaken ab.
    - Der Keramikhaken schiebt das Schiffchen in den TIC-Reaktor. Sobald das Schiffchen die Position unter der Keramikkanüle erreicht hat, beginnt automa-

tisch die Säurezugabe. Während des langsamen Schiffchenvorschubs wird die gesamte Probe mit Säure versetzt.

- Das Messgas mit dem ausgetriebenen TIC wird über die Messgastrocknung und -reinigung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls zum Detektor im C/S-Modul geleitet.
- Dasselbe Schiffchen wird anschließend weiter in den Ofen geschoben um den TOC (nach Entfernen des TIC) durch Verbrennen im Sauerstoffstrom zu bestimmen.

## 6.6 TIC-Bestimmung mit dem Manuellen TIC-Feststoffmodul

### 6.6.1 Manuelles TIC-Feststoffmodul und Analysator vorbereiten

Das Manuelle TIC-Feststoffmodul funktioniert nur in Verbindung mit dem C/S-Modul. Das Messgas wird hier nicht mit der Pumpe des Grundgerätes durch den Detektor gesaugt, sondern im geschlossenen System mit Säure ausgetrieben und mit dem Trägergas (Sauerstoff) zum Detektor geführt.

1. Den Anschluss „pump“ und „analyte“ zwischen multi EA 4000 und C/S-Modul lösen. (Alle anderen Anschlüsse können bestehen bleiben).
2. Die Verschlauchung überprüfen, siehe Schlauchplan (Bild 38 S. 62 und Bild 39 S. 63).
3. Das Manuelle TIC-Feststoffmodul mit dem C/S-Modul verbinden:

Anschlüsse C/S-Modul		Ziel
„PC“	⇒	USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„scale“	⇒	externe Waage (optional)
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss
Anschluss „analyte“	⇒	TIC-Modul „analyte“
<b>weitere Anschlüsse TIC-Modul</b>		
„O <sub>2</sub> “	⇒	Gasanschluss Sauerstoff mit Schnellkupplung Sauerstoffvordruck auf 200 – 400 kPa (29 – 58 psi) einstellen.
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss



#### BEACHTEN

Unterbrechen Sie auf jeden Fall den Anschluss „pump“ zwischen C/S-Modul und multi EA 4000. Anderenfalls könnte Phosphorsäure durch das System gesaugt und die Detektoren beschädigt werden.

Für C/S-Messungen muss die Verbindung der Anschlüsse „pump“ wieder hergestellt werden.

## 6.6.2 TIC-Messung ausführen

Verwenden Sie für die Analysen nur trockene 50-ml-Erlenmeyerkolben mit einem Normschliff NS 29/32.

Die Probe sollte möglichst fein zerrieben und homogen sein.

Neben den Sicherheitshinweisen für den Analysator multi EA 4000 im Abschnitt "Sicherheitshinweise" S. 10 gelten folgende Hinweise speziell für den Betrieb des manuellen Feststoffmoduls:



### VORSICHT

Im Reaktorgefäß und in den Schläuchen der Säurezufuhr befindet sich Phosphorsäure! Phosphorsäure reizt Augen, Haut und Schleimhäute!

Mit dem Dispenser langsam dosieren, um einen Überdruck zu vermeiden!

Tragen Sie Schutzhandschuhe und Schutzbrille beim Umgang mit konzentrierter Phosphorsäure! Spülen Sie benetzte Haut sofort mit Wasser ab.



### VORSICHT

Beachten Sie bei Betrieb des Magnetrührwerks Folgendes:

- Heizplatte nicht ohne Aufsicht betreiben!
- Überhitzung des Säurebads vermeiden! Maximale Temperatur auf 80 °C begrenzen.
- Glaskolben in die Mitte der Heizplatte stellen, sodass der Magnet nicht an die Kolbenwand schlägt.
- Rührgeschwindigkeit des Magneten nicht zu hoch einstellen.

1. Die Säureflasche mit 40–50 %iger Phosphorsäure füllen. Die Säureflasche in den Kunststoffeinsatz im oberen Gehäuse stellen.
2. Den Dispenser auf die Flasche schrauben. Den säureführenden Schlauch am Ventil und am TIC-Kopf anschließen.
3. Das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul und das Manuelle TIC-Feststoffmodul einschalten. Darauf achten, das Grundgerät sowohl am Netzschalter auf der Rückseite als auch am Ein/Aus-Schalter an der Frontseite anzuschalten.
  - ✓ Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.
4. Die Heizplatte einschalten.
 

Die Temperatur mit dem linken Drehschalter der Heizplatte regeln. Es wird eine Temperatureinstellung von ca. 80 °C empfohlen. Wird die Temperatur zu hoch gewählt, verdampft zu viel Wasser, bei zu niedriger Temperatur dauert die Reaktion länger.
5. Das Programm multiWin starten.
6. Zwischen den verschiedenen Analysator-Modulen wechseln. Dafür zunächst die Sensorik aktivieren:
  - Den Menüpunkt GERÄT ► GERÄT BEARBEITEN wählen.
  - Die zu analysierenden ELEMENTE aktivieren.
  - In der Liste VERBRENNUNGSRÖHR die Option KERAMIKRÖHR (CS) aktivieren.

- Als ZUSTANDSFORM die Option FEST aktivieren.
  - Die Option TIC (HAND) aktivieren.
7. Das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] initialisieren.
  8. Eine Methode laden (Menüpunkt METHODE ▶ METHODE AKTIVIEREN) oder eine neue Methode erstellen (Menüpunkt METHODE ▶ METHODE NEU) mit dem Parameter TIC (nur TIC-Gehalt bestimmen).  
In der Methode auf der Karte PROZESS die Ofentemperatur auf einen Wert von 0 °C einstellen. Dadurch wird der Verbrennungsofen nicht überwacht und der Analysator wird für die Messung freigegeben.
  9. Den Sauerstofffluss am Ventil auf 16 l/h einstellen.
  10. Die fein zerriebene Probe in den Erlenmeyerkolben einwiegen.  
Die Probe darf bei der Überführung nicht an der Kolbenwand haften bleiben. Nur der Boden des Erlenmeyerkolbens wird mit Säure bedeckt. An den Wänden anhaftende Probeanteile gehen für die Analyse verloren.
  11. Den Magnetrührstab vorsichtig in den Erlenmeyerkolben legen und den Kolben in die Mitte der Heizplatte stellen.
  12. Den TIC-Kopf auf den Kolben aufsetzen. Kolben und TIC-Kopf drehen und beide leicht gegeneinander drücken. Die Schliffverbindung muss gasdicht sein, damit kein Messgas verloren geht.
  13. Die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN] starten.
  14. Eine Analysengruppe wählen oder neu erstellen, in der die Messdaten gespeichert werden.
  15. Eine Analysensequenz erstellen.
    - Der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzufügen.
    - Folgende Daten eingeben:

Spalte	Beschreibung
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystentyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Auf  in der Sequenzzeile klicken, um die Sequenzzeile für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können mit der Schaltfläche  freigeschaltet werden.
  - ✓ Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.
16. Auf [MESSUNG STARTEN] klicken.
  17. Die Probeneinwaage in [mg] eingeben.
  18. Auf die Bereitschaftsmeldung des Analysators warten. Vor Beginn der Messung muss der Analysator mit Sauerstoff konditioniert sein. Dazu muss die Luft aus dem

Kolben und Schlauchsystem verdrängt sein und nur noch Sauerstoff zum Detektor gelangen. Je nach Kolbengröße kann dies bis zu 2 min dauern.

- Nach der Meldung BITTE MIT ‚OK‘ INTEGRATION STARTEN UND ANSCHLIEßEND SÄURE DOSIEREN auf [OK] klicken.
- Zunächst 2 ml Phosphorsäure dosieren.
- Das Rührwerk langsam auf Stufe 5 stellen. Die Probe darf dabei nicht an die Kolbenwand geschleudert werden. Ruckartiges oder zu schnelles Bewegen des Rührers deshalb unbedingt vermeiden.
- Gleichmäßig 1-3mal jeweils 2 ml Säure zugeben (in Abhängigkeit von Konzentration und Probenmenge).
- Danach das Ventil im Hahn der Dosierpumpe schließen.

Da die Freisetzung des CO<sub>2</sub> auch von der Dosiergeschwindigkeit und der Rührgeschwindigkeit des Rührmagneten abhängt, bei jeder Messung immer den gleichen Zyklus und die gleichen Geschwindigkeiten einhalten.

- ✓ Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.

19. Nach Ende der Messung den Rührmagneten abstellen und den Kolben öffnen:  
Den TIC-Kopf mit einer Drehbewegung lösen. Den Stativarm nach oben führen, nach hinten schwenken und in dieser Position arretieren.

20. Den Kolben reinigen und trocknen.

21. Während Messpausen einen trockenen Erlenmeyerkolben an den TIC-Kopf anschließen. So wird die Sauerstoffspülung (Konditionierung) erhalten und durch den trockenen Gasfluss das Schlauchsystem von Feuchtigkeitsresten befreit.

22. Die Heizplatte auf konstanter Temperatur halten. Den Temperaturregler erst bei längeren Messpausen abschalten.

## 7 Wartung und Pflege

Wartung und Pflege des Analysators sind in diesem Kapitel nach den einzelnen Modulen getrennt beschrieben. Beachten Sie die Hinweise für alle in Ihrem System zusammengeschlossenen Module.

### 7.1 Grundgerät multi EA 4000

Wartungsintervalle

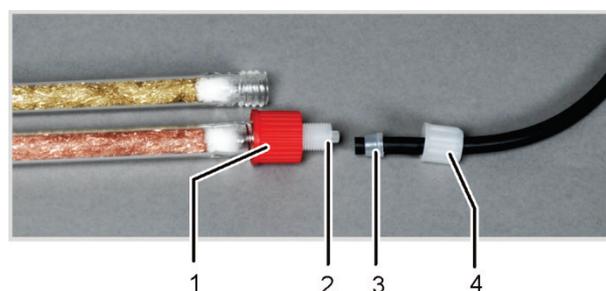
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Gerät reinigen und pflegen	wöchentlich
Befestigungsschrauben auf festen Sitz prüfen	monatlich
Alle Schlauchverbindungen auf festen Sitz prüfen	wöchentlich

#### 7.1.1 Gerät reinigen und pflegen

- Spritzer von Chemikalien (Säuren, Elektrolytlösungen) sofort mit Zellstoff abwischen.
- Gerät mit einem feuchten Tuch reinigen.
- Sicherheitshinweise am Gerät nicht mit Lösungsmitteln benetzen. Beschädigte Sicherheitshinweise ersetzen.

#### 7.1.2 Schlauchverbindungen prüfen

Zum Anschluss der Schläuche an die einzelnen Komponenten (Halogenidfalle, Trockenrohr, Adsorptionsrohr usw.) werden Verschraubungen von unterschiedlicher Größe und Material verwendet.



- 1 Überwurfmutter
- 2 Verschraubungsgrundkörper
- 3 konischer Dichtring
- 4 Überwurfmutter

Bild 47 Schlauchverbindung an der Halogenidfalle

- Die schmale Seite der konischen Dichtringe weist zum Schlauchende.
- Ziehen Sie die Verschraubungen ohne Werkzeuge nur mit Hand fest an.
- Setzen Sie Überwurfmuttern nur gerade auf die Gewinde und verkanten Sie sie nicht.
- Achten Sie darauf, dass flexible Schläuche nicht verdreht oder abgeknickt werden.

## 7.2 Betrieb mit C/S-Modul

### Wartungsintervalle

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Keramikrohr auf Risse und sichtbare Beschädigung überprüfen, bei Bedarf wechseln	alle drei Monate
Staubfalle überprüfen und reinigen	monatlich (abhängig von der Verbrennung und der Probenmatrix)
Staubfilter überprüfen, bei sichtbarer Verschmutzung wechseln	Monatlich (abhängig von der Verbrennung und der Probenmatrix)
Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln	bei Bedarf (Schwärzung oder Verklumpung durch Feuchtigkeitsaufnahme)
Halogenidfalle erneuern	wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist

### 7.2.1 Keramikrohr überprüfen und wechseln



#### WARNUNG

Gefahr von elektrischem Kurzschluss! Im Verbrennungsofen HTS1500 treten trotz Niederspannung (max. 24 V) sehr hohe elektrische Ströme auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung stromführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Schalten Sie den Analysator für Umbau und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder Verbrennungsofen immer am Netzschalter auf der Geräterückseite aus.



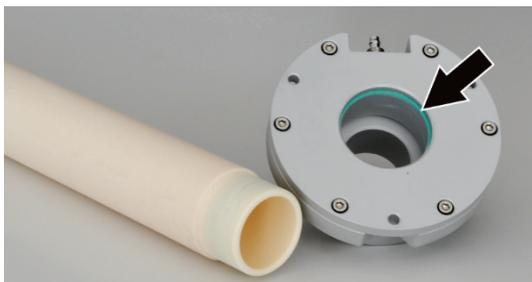
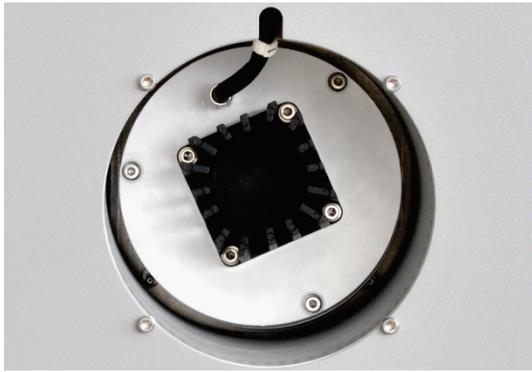
#### VORSICHT

Am Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen (am besten über Nacht)!

### Keramikrohr ausbauen



1. Das Grundgerät am Netzschalter ausschalten, den Netzstecker aus der Steckdose ziehen und die Gasversorgung abschalten.
2. Auf der linken Seite des Grundgeräts mindesten 50 cm Platz schaffen. Dafür das Detektormodul zur Seite schieben oder es nach hinten drehen, sodass die Öffnung zur Staubfalle frei wird.
3. Den Berührungsschutz von der Öffnung abziehen. Die Staubfalle ist nun sichtbar.



#### Zerbrochenes Keramikrohr ausbauen

Wenn das Keramikrohr unvorsichtig aus dem Ofen entnommen wird, kann es in zwei Stücke zerbrechen. Das Keramikrohr kann auch beim Erhitzen im Ofen zerbrechen, wenn z.B. durch Feuchtigkeitsspuren im Rohr Spannungen entstehen.

Wenn das Keramikrohr gebrochen ist, entfernt man mit der Staubfalle nur ein Bruchstück des Rohrs aus dem Ofen. Das andere Bruchstück muss über die Öffnung für die Gasschleuse entfernt werden:

4. Den Messgasschlauch (Schlauch Nr. 1) von der Staubfalle lösen.

5. Leicht an der Staubfalle ziehen, um sie zu lösen.

**Beachte!** Die Staubfalle kann sich abrupt lösen. Beim Ziehen ggf. die Hand abstützen.

Es kann passieren, dass sich das Keramikrohr mit der Staubfalle löst. In diesem Fall Staubfalle mit Rohr vorsichtig in einer Drehbewegung aus dem Ofen herausziehen.

6. Das Keramikrohr am gefasteten Ende fassen und es vorsichtig drehen, um es zu lösen. Das Rohr vorsichtig in einer Drehbewegung herausziehen.

7. Wenn sich das Keramikrohr nicht löst, die Gasschleuse auf der rechten Seite des Grundgeräts abschrauben. Dafür Zubehör (z.B. FPG 48) zur Seite schieben. Die drei Innensechskantschrauben an der Schleuse lösen.

8. Keramikrohr mit Gasschleuse über die Öffnung in der rechten Seite aus dem Grundgerät herausziehen.

9. Gasschleuse in einer Drehbewegung vom Keramikrohr abziehen.

10. Den breiten, grünen Dichtring in der Gasschleuse (siehe Pfeil) auf Risse oder spröde Stellen prüfen.

11. Bei Bedarf Dichtring wechseln. Dafür den Dichtring mit einer Pinzette entnehmen und durch einen neuen Ring ersetzen.

12. Die Quarzwolle aus dem Keramikrohr entfernen.

1. Auf der rechten Seite des Grundgeräts Platz schaffen. Dafür Zubehör (Probengeber FPG 48, Automatisches TIC-Feststoffmodul) zur Seite schieben.
2. Die 3 Befestigungsschrauben für die Gasschleuse lösen und die Gasschleuse abnehmen.
3. Die Bruchstücke des Keramikrohrs aus dem Ofen entfernen.

**Beachte!** Die Heizelemente des Ofens dürfen bei der Entfernung von Bruchstücken nicht beschädigt werden!

Keramikrohr reinigen

1. Stäube mit Druckluft aus dem Keramikrohr blasen. Ablagerungen mit einer Bürste entfernen.
2. Das Keramikrohr mit Reinstwasser spülen und gründlich trocknen lassen.



### BEACHTEN

Bei Restfeuchte besteht die Gefahr, dass das Keramikrohr beim Aufheizen im Ofen zerspringt! Trocknen Sie das Keramikrohr nach der Reinigung gründlich, bevor Sie es wiederverwenden.

Keramikrohr einbauen

1. Das Keramikrohr mit montierter Gasschleuse vorsichtig in die Öffnung in der rechten Seitenwand des Grundgeräts schieben. Wenn ein Widerstand zu spüren ist, das Rohr in einer Drehbewegung bis zum Anschlag weiterschieben. Über die Öffnung in der linken Seitenwand muss das gefaste Rohrende sichtbar sein.
2. Gasschleuse mit 3 Innensechskantschrauben am Grundgerät festschrauben. Der Gasstutzen muss dabei zur Frontseite des Grundgeräts zeigen. Sauerstoffschlauch (Schlauch Nr. 17) an der Gasschleuse befestigen.
3. Die Staubfalle auf das Keramikrohr stecken. Die Staubfalle so ausrichten, dass der Gasstutzen nach oben zeigt. Die Staubfalle in Richtung der Rohrachse leicht gegen das Rohr drücken, bis die Staubfalle auf das Rohr rutscht und sich nicht weiter schieben lässt.
4. Den Messgasschlauch (Schlauch Nr. 1) mit dem Gasstutzen an der Staubfalle verbinden.
5. Den Berührungsschutz Staubfalle in die Öffnung in der linken Seitenwand des Grundgeräts schieben.
6. Detektormodul und Zubehöre wieder neben dem Grundgerät platzieren.

## 7.2.2 Staubfalle reinigen



### WARNUNG

Gefahr von elektrischem Kurzschluss! Im Verbrennungsofen HTS1500 treten trotz Niederspannung (max. 24 V) sehr hohe elektrische Ströme auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung stromführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Schalten Sie den Analysator für Umbau und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder Verbrennungsofen immer am Netzschalter auf der Geräterückseite aus.



## VORSICHT

Am Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau der Staubfalle nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen (am besten über Nacht)!

Die Staubfalle ist zu reinigen:

- wenn sich größere Mengen an Staub im Staubfilter absetzen
- wenn der Pumpfluss abfällt, was ein Zeichen für eine Verstopfung ist

Überprüfen Sie monatlich, ob der Staubfilter auf der Gerätefrontseite verschmutzt ist. Ist dies der Fall, wechseln Sie den Staubfilter und reinigen Sie die Staubfalle.

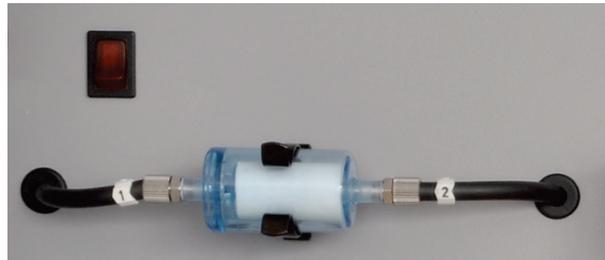
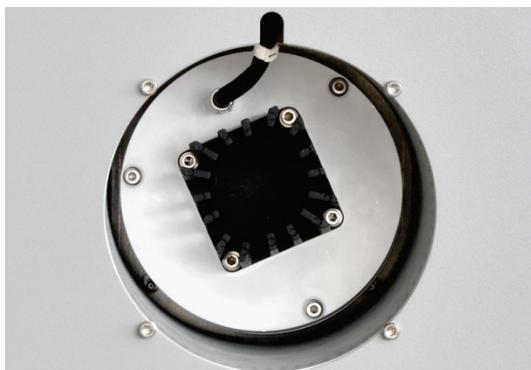


Bild 48 Staubfilter



1. Auf der linken Seite des Grundgeräts mindesten 50 cm Platz schaffen. Dafür das Detektormodul zur Seite schieben oder es nach hinten drehen, sodass die Öffnung zur Staubfalle frei wird.
2. Den Berührungsschutz von der Öffnung abziehen. Die Staubfalle ist nun sichtbar.

3. Den Messgasschlauch (Schlauch Nr. 1) von der Staubfalle lösen.
4. Leicht an der Staubfalle ziehen, um sie zu lösen.

**Beachte!** Die Staubfalle kann sich abrupt lösen. Beim Ziehen ggf. die Hand abstützen.



5. Die Staubfalle öffnen. Dafür die 3 Innensechskantschrauben auf der Seite der Kühlrippen lösen.
6. Stäube mit einem Pinsel aus dem Innenraum der Staubfalle entfernen.
7. Die 2 Dichtringe prüfen und bei Bedarf ersetzen.
8. Staubfalle mit Reinstwasser spülen. Dabei auch den Gasstutzen zunächst mit Reinstwasser, dann mit Ethanol reinigen. Staubfalle gründlich trocknen lassen.
9. Staubfalle wieder zusammensetzen.
10. Die Staubfalle auf das Keramikrohr stecken und so ausrichten, dass der Gasstutzen nach oben zeigt. Die Staubfalle in Richtung der Rohrachse leicht gegen das Rohr drücken, bis die Staubfalle auf das Rohr rutscht und sich nicht weiter schieben lässt.
11. Den Messgasschlauch (Schlauch Nr. 1) mit dem Gasstutzen an der Staubfalle verbinden.
12. Den Berührungsschutz in die Öffnung in der linken Seitenwand des Grundgeräts schieben.
13. Detektormodul und Zubehöre wieder neben dem Grundgerät platzieren.

### 7.2.3 Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln



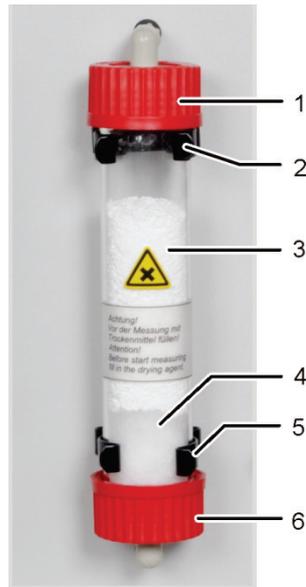
#### VORSICHT

Gefahr der Reizung von Augen, Haut und Atemwegen! Tragen Sie beim Umgang mit Magnesiumperchlorat geeignete Körperschutzmittel und vermeiden Sie beim Umfüllen die Bildung von Stäuben. Halten Sie Magnesiumperchlorat fern von einer Flamme. Das Oxidationsmittel kann einen Brand verstärken.

Trockenrohre werden in folgenden Messanordnungen verwendet:

- C/S-Messung am Grundgerät multi EA 4000
- TIC-Messung in den entsprechenden TIC-Feststoffmodulen

Das Trockenmittel muss bei sichtbarer Wasseraufnahme gewechselt werden. Auch wenn Ruß oder andere Partikel das Trockenmittel verfärben, muss es sofort gewechselt werden.



- 1, 6 Schraubverschlüsse
- 2, 5 Halteklammern
- 3 Trocknungsmittel  
(Magnesiumperchlorat)
- 4 Quarzwolle

1. Die Schraubverschlüsse am Glasrohr lösen.  
**Beachte!** Die Dichtungen dürfen nicht verloren gehen und müssen in der gleichen Weise wieder eingebaut werden.
2. Das Trockenmittel und die Quarzwolle entfernen. Das Trockenmittel fachgerecht entsorgen.
3. Das Glasrohr ausspülen und trocknen lassen.
4. Ein Ende des Glasrohrs ca. 2 cm dick mit Quarzwolle verschließen.
5. Das Glasrohr mit 50–60 g frischem Trockenmittel (Magnesiumperchlorat) befüllen.
6. Das Glasrohr fest einschrauben und es zurück in die Halterung drücken. Dabei die Schläuche nicht knicken.

#### 7.2.4 Halogenidfalle erneuern

Halogenidfallen werden in folgenden Messanordnungen verwendet:

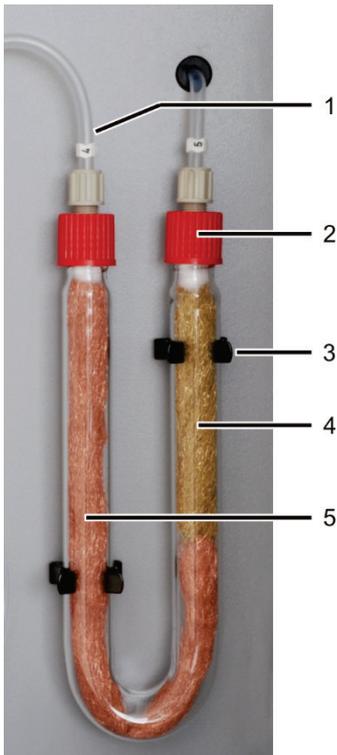
- TC-Messung am Grundgerät multi EA 4000
- Cl-Messung im Cl-Modul
- TIC-Messung in den entsprechenden TIC-Feststoffmodulen



#### BEACHTEN

Schäden an Optik- und Elektronikbauteilen (Detektoren, Flusssensoren) durch aggressive Verbrennungsprodukte bei verbrauchter Kupferwolle in der Halogenidfalle!

Ersetzen Sie die gesamte Füllung der Halogenidfalle spätestens dann, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist.



- 1 Gaseingang (Schlauch Nr. 4)
- 2 Gasausgang (Schlauch Nr. 5)
- 3 Klemme
- 4 Messingwolle
- 5 Kupferwolle

1. Die roten Überwurfmuttern vom U-Rohr abschrauben und das U-Rohr aus den Klemmen (3) herausziehen.
2. Die verbrauchte Kupfer- und Messingwolle mit einer Pinzette oder einem kleinen Haken aus dem U-Rohr herausziehen.
3. Das U-Rohr auf Risse kontrollieren.  
Nur ein völlig intaktes U-Rohr wiederverwenden!
4. Falls erforderlich, das U-Rohr mit Reinstwasser ausspülen und es gut trocknen lassen.
5. Das U-Rohr mit der neuen Kupfer- und Messingwolle mit Hilfe einer Pinzette oder einem kleinen Haken füllen.  
Den gesamten Inhalt des U-Rohrs ersetzen. Beim Füllen der Halogenidfalle darauf achten, dass die Kupfer- und Messingwolle nicht zu fest gestopft ist und keine größeren Hohlräume entstehen.
6. Die Kupfer- und Messingwolle mit Baumwollwatte abdecken.
7. Den Gaseingang (Schlauch Nr. 4) am Schenkel mit Kupferwolle und den Gasausgang (Schlauch Nr. 5) am Schenkel mit Messingwolle anschrauben.
8. Das gefüllte U-Rohr vorsichtig in die Klemmen drücken.

## 7.3 Betrieb mit Cl-Modul

### Wartungsintervalle

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Spritzer von Chemikalien vom Gehäuse entfernen	sofort
Verbrennungsrohr kontrollieren und ggf. wechseln	nach ca. 100 Betriebsstunden
Messzelle reinigen	mind. wöchentlich, Empfehlung: bei Elektrolytwechsel auswischen
Elektrolytlösung wechseln	bei Bedarf, mind. 1 mal pro Messtag
Wechsel der Schwefelsäure	bei Abnahme der Schwefelsäure unter 70 %, d.h. wenn das Säurevolumen um 1/3 zunimmt
Halogenidfalle erneuern	wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist
Adsorptionsmittel erneuern	wöchentlich (alle 40 Betriebsstunden)

Die Kupfer- und Messingwolle in der Halogenidfalle wechseln Sie analog zum Wechsel der Halogenidfalle im Grundgerät multi EA 4000 (→ siehe Abschnitt "Halogenidfalle erneuern" S. 115).

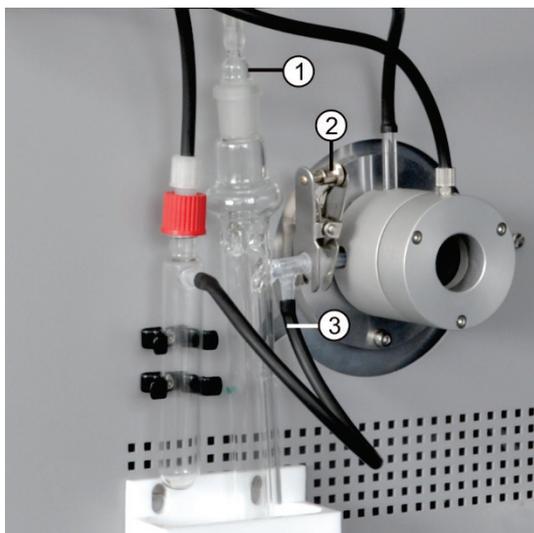
### 7.3.1 Schwefelsäure wechseln/Schwefelsäuregefäß reinigen



#### WARNUNG

Die im Schwefelsäuregefäß als Trockenmittel verwendete konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen!

Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung.



1. Die Glasolive (1) aus dem Schwefelsäuregefäß ziehen.
2. Bei Verwendung eines Gefäßes mit Splitabgang: Den schwarzen Schlauch (3) vom Bypass des Schwefelsäuregefäßes abziehen.
3. Das Schwefelsäuregefäß halten, die Gabelklemme (2) abnehmen und die Kugelschliffverbindung trennen.
4. Das Schwefelsäuregefäß vorsichtig aus der Auffangwanne entnehmen.
5. Die Schwefelsäure entsorgen. Dabei die Vorschriften zum Umgang mit konzentrierter Schwefelsäure beachten.

6. Das Schwefelsäuregefäß mit einer geringen Menge frischer Schwefelsäure spülen. Bei starker Verschmutzung das Schwefelsäuregefäß mehrmals mit Reinstwasser spülen und es vollständig trocknen lassen.
7. Das Schwefelsäuregefäß mit 12–15 ml konz. Schwefelsäure füllen und es entsprechend Abschnitt "Schwefelsäuregefäß anschließen" S. 85 wieder anschließen.

### 7.3.2 Verbrennungsrohr aus Quarzglas warten/wechseln



#### WARNUNG

Gefahr von elektrischem Kurzschluss! Im Verbrennungsofen HTS1500 treten trotz Niederspannung (max. 24 V) sehr hohe elektrische Ströme auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung stromführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Schalten Sie den Analysator für Umbau und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder Verbrennungsofen immer am Netzschalter auf der Geräterückseite aus.



#### WARNUNG

Die im Schwefelsäuregefäß als Trockenmittel verwendete konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen!

Tragen Sie bei Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung.



## VORSICHT

Am Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Lassen Sie vor Ausbau des Verbrennungsrohres das Gerät lange genug abkühlen!

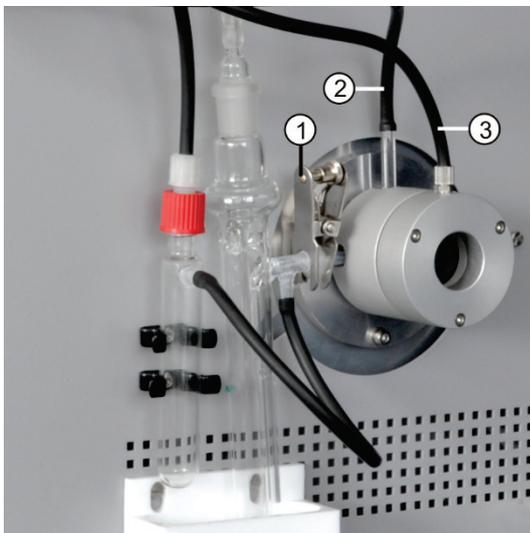


## BEACHTEN

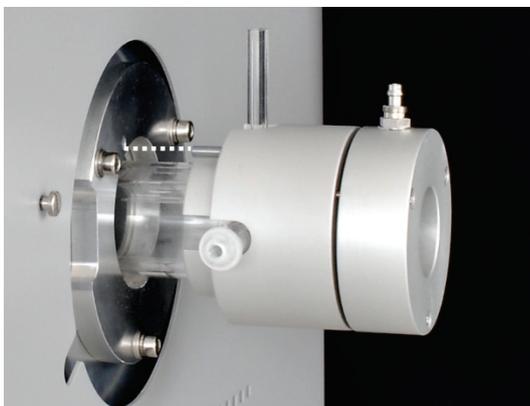
Durch Alkalisalze (Handschweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungsofens Kristallisationen im Quarzglas auf, die die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzen.

Berühren Sie das gereinigte Verbrennungsrohr möglichst nicht mit der Hand. Tragen Sie zur Montage der Schleuse auf das Verbrennungsrohr Schutzhandschuhe.

Reinigen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Einsetzen in den Verbrennungsofen von außen mit Ethanol.



- 1 Gabelklemme
- 2 Stutzen für Sauerstoffzufuhr
- 3 Anschluss für Argon



1. Das Grundgerät am Netzschalter ausschalten, den Netzstecker aus der Steckdose ziehen und die Gasversorgung abschalten.
2. Die Glasolive aus dem Schwefelsäuregefäß ziehen.  
Bei Verwendung des Sicherheitsgefäßes:  
Den schwarzen Schlauch vom Bypass des Schwefelsäuregefäßes abziehen.
3. Das Schwefelsäuregefäß halten, die Gabelklemme (1) entfernen und die Kugelschliffverbindung zwischen dem Gasabgang des Quarzrohres und dem Schwefelsäuregefäß lösen.
4. Das Säuregefäß vorsichtig abnehmen und leeren.
5. Den Gasschlauch vom Gaseingangsstutzen des Quarzrohres (2) abziehen.  
Bei Verwendung des Flammensensors: Den Flammensensor abschrauben (→ siehe Abschnitt "Flammensensor anschließen (optional)" S. 85).
6. Die Überwurfmutter am Argonanschluss der Gasschleuse (3) lösen und den Schlauch abziehen.
7. Die Gasschleuse umfassen und das Quarzrohr vorsichtig aus dem Verbrennungsofen ziehen.



8. Die Innensechskantschrauben heraus-schrauben und die Gasschleuse auseinandernehmen.
9. Mit einem Haken die Quarzwolle aus dem Rohr entfernen.

10. Das Quarzrohr auf übermäßige Kristallisation, Risse und ausgeplatzte Stellen prüfen. **Beachte!** Nur intakte Rohre erneut verwenden.
11. Die Dichtringe in der Gasschleuse auf Risse und spröde Stellen prüfen. Dichtringe ggf. ersetzen.
12. Das Rohr mit Reinstwasser ausspülen und trocknen lassen.
13. Ca. 2,5 cm Quarzwolle in den Eingang des Quarzrohrs stecken und die Quarzwolle mit einem Haken an das Rohrende schieben.
14. Die Gasschleuse wieder montieren und das Verbrennungsrohr in den Ofen einsetzen. Alle Gasanschlüsse wiederherstellen (→ siehe Abschnitt "multi EA 4000 für CI-Messungen vorbereiten" S. 82).

### 7.3.3 Kombielektrode warten



#### BEACHTEN

Mögliche Zerstörung der Kombielektrode durch Reinigungsmittel oder Schleifmittel.

Die Kombielektrode darf zur Reinigung nur mit Ethanol oder destilliertem Wasser gespült werden. Die Verwendung von scharfen Reinigungsmitteln oder Schleifmitteln ist verboten.

Ein Eintrocknen des Elektrolyten auf der Kombielektrode kann zu einer irreversiblen Verringerung der Empfindlichkeit bzw. zur Beschädigung der Elektrode führen. Sorgen Sie deshalb dafür, dass der Elektrolyt auf der Kombielektrode niemals eintrocknet:

- bei kurzzeitiger Betriebspause (von einem Tag zum nächsten):  
Bewahren Sie die Elektrode in der Elektrolytlösung auf.
- bei Außerbetriebnahme über mehrere Tage:  
Spülen Sie die Kombielektrode mit destilliertem Wasser und Ethanol ab. Tauchen Sie die Elektrode über Nacht in Ethanol, der mit einem Magnetrührer gerührt wird. Wischen Sie die Kombielektrode anschließend mit Zellstoff ab und bewahren Sie sie trocken auf.



#### BEACHTEN

Die Kombielektrode besteht aus keramischen Werkstoffen und ist besonders im Bereich der Elektrodeneinschmelzungen empfindlich.

Gehen Sie besonders vorsichtig mit der Kombielektrode um! Als Verschleißteil unterliegt sie nicht der Garantie!

Das Herausziehen aus dem Deckel der Messzelle und das Anschließen an das Messgas kann bei falschem Handling zu großer mechanischer Beanspruchung und damit zum Bruch am elektrischen Anschluss der Kombielektrode führen.

Richtig



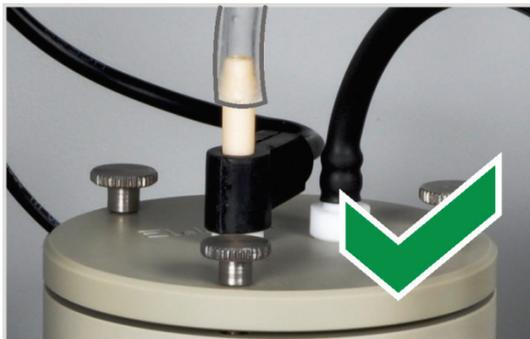
Umfassen Sie die Elektrode von oben und ziehen Sie die Elektrode gerade nach oben aus dem Deckel.

Falsch



Ziehen und ruckeln Sie nicht an der seitlichen Anschlusschülse für die elektrischen Verbindungen. Die Anschlüsse in der Hülse brechen (von außen nicht sichtbar)!

Richtig



Schieben Sie den Messgasschlauch nur ca. 1 cm weit auf die Elektrode. Die Gasdichtheit ist damit hergestellt.

Falsch



Wenn Sie den Schlauch zu weit auf die Elektrode schieben, saugt er sich an der Elektrode fest. Beim Herunterziehen des Schlauchs kann die Elektrode brechen!

### 7.3.4 Messzellen warten

Da es während der Messung durch den Eintrag von warmen Reaktionsgasen zur Verdunstung von Elektrolytbestandteilen kommt, wird ein täglicher Wechsel der Elektrolytlösung empfohlen:

1. Den verbrauchten Elektrolyt entfernen.
2. Die Messzelle und den Magnetrührstab zuerst mit destilliertem Wasser und dann mit Ethanol spülen.
3. Die Messzelle und den Magnetrührstab vorsichtig mit Zellstoff abwischen, um eventuell vorhandene Silberchlorid-Niederschläge zu beseitigen.
4. Die Messzelle erneut mit Elektrolyt füllen (→ siehe Abschnitt "Messzelle bereitstellen" S. 89).

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Wird das System für mehrere Tage außer Betrieb genommen, säubern Sie die Messzelle und bewahren Sie sie trocken auf.
- Kontrollieren Sie regelmäßig die Ummantelung des Magnetrührstabs auf Risse. In die Elektrolytlösung gelangende Metallionen können die Analytik stören.
- Vermeiden Sie das Eindringen von Flüssigkeit in den Rühr-/Kühlblock und in die Steckkontakte (Kurzschlussgefahr).

### 7.3.5 Adsorptionsmittel erneuern



1. Das Grundgerät und das CI-Modul am Netzschalter ausschalten. Die Gaszufuhr ausschalten.
2. Das Adsorptionsrohr aus der Halterung ziehen.
3. Die Schraubkappen vom Glasrohr abschrauben.
4. Die Wattepfropfen entfernen und das Adsorptionsmittel ausschütten.
5. Die eine Seite des Glasrohres mit Baumwollwatte verschließen und das Adsorptionsmittel einfüllen.
6. Das Glasrohr mit Baumwoll-Watte verschließen.
7. Das gefüllte Adsorptionsrohr wieder handfest anschrauben.

8. Das Adsorptionsrohr in die Halterung zurückdrücken.

**Beachte!** Schläuche nicht verdrehen oder abknicken.

## 7.4 Betrieb mit Automatischem TIC-Feststoffmodul

Wartungsintervalle

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Spritzer von Chemikalien vom Gehäuse entfernen	sofort
TIC-Reaktor reinigen	täglich, bei sichtbaren Verunreinigungen
Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln	bei Bedarf (Schwärzung oder Verklumpung durch Feuchtigkeitsaufnahme)
Halogenidfalle wechseln	bei Bedarf, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist
Staubfilter überprüfen, bei sichtbarer Verschmutzung wechseln	monatlich
Kondensationsschlange auf Beschädigung überprüfen	nach 3 Monaten

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Kondensationsschlange reinigen	nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten
Kondensatgefäß auf Beschädigung überprüfen	nach 3 Monaten
Kondensatgefäß reinigen	nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten
Dosierpumpe, Pumpschlauch ersetzen	nach 3 Monaten
Kondensatpumpe, Pumpschlauch ersetzen	alle 3 Monaten prüfen, nach Bedarf ersetzen, spätestens nach 12 Monaten

Das Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln Sie auf die gleiche Weise wie im Grundgerät multi EA 4000 (→ siehe Abschnitt "Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln" S. 114).

Die Kupfer- und Messingwolle in der Halogenidfalle wechseln Sie ebenfalls wie beim Grundgerät multi EA 4000 (→ siehe Abschnitt "Halogenidfalle erneuern" S. 115).

#### 7.4.1 TIC-Reaktor des Automatischen TIC-Feststoffmoduls reinigen



##### WARNUNG

Gefahr von elektrischem Kurzschluss! Im Verbrennungssofen HTS1500 treten trotz Niederspannung (max. 24 V) sehr hohe elektrische Ströme auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung stromführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Schalten Sie den Analysator für Umbau und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder Verbrennungssofen immer am Netzschalter auf der Geräterückseite aus.



##### WARNUNG

Die zur Austreibung des TIC verwendete Phosphorsäure oder Salzsäure kann schwere Verätzungen verursachen!

Tragen Sie Schutzhandschuhe und Schutzbrille im Umgang mit konzentrierter Säure! Spülen Sie benetzte Haut sofort ab.

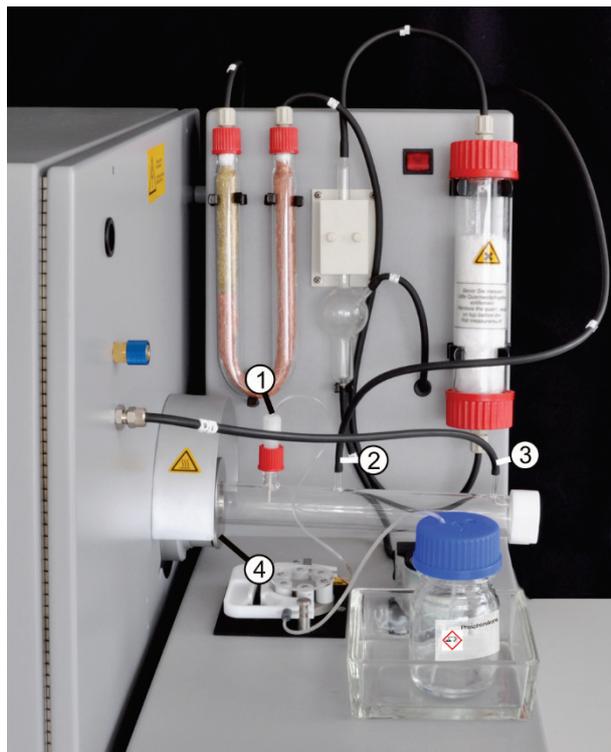


##### VORSICHT

Am Verbrennungssofen besteht Verbrennungsgefahr! Lassen Sie das Gerät vor Ausbau des Verbrennungsrohres lange genug abkühlen!

1. Das Grundgerät und das TIC-Feststoffmodul am Netzschalter ausschalten. Die Gaszufuhr ausschalten.
2. Das Gerät ausreichend abkühlen lassen (mindestens 2h).
3. Den FPG 48 ca. 30 cm nach rechts rücken, um Platz für den Ausbau des TIC-Reaktors zu schaffen.

**Beachte!** Beim Abziehen der Schläuche den TIC-Reaktor mit einer Hand abstützen. Durch einseitigen Druck kann der Reaktor brechen. Es ist auch möglich, den Reaktor erst aus der Kupplung zu ziehen und dann die Anschlüsse zu entfernen.



4. Das Säuregefäß und die Auffangschale zur Seite stellen. Pumpschlauch vorsichtig abwischen.

**Beachte!** Die Säure aus dem Schlauch soll nicht auf das Gerät tropfen.

5. Den Anschluss für die Säurezufuhr (1) vom TIC-Reaktor abschrauben. Die Keramikkanüle aus dem Stutzen nehmen.

6. Die Keramikkanüle und den Dichtring mit Reinstwasser abspülen und mit Zellstoff abwischen.

**Beachte!** Die Keramikkanüle ist zerbrechlich!

7. Den Messgasschlauch (2) und den Schlauch für die Sauerstoffzufuhr (3) vom Reaktor abziehen.
8. Die Rändelschraube (4) an der Kupplung zum Grundgerät lockern.
9. Den TIC-Reaktor aus der Kupplung ziehen.

10. Den TIC-Reaktor auf Risse und geplatzte Stellen prüfen.

**Beachte!** Nur intakte Reaktoren wiederverwenden.

11. Den Reaktor ggf. mit einem geeigneten Lösungsmittel und mit Bürste bzw. Zellstoff reinigen.
12. Den Reaktor mit Reinstwasser spülen und trocknen lassen.
13. Den Reaktor wieder in die Kupplung einführen und durch Anziehen des Rändelrings befestigen.
14. Die Säure- und Gasanschlüsse am Reaktor befestigen und den FPG 48 wieder aufstellen (→ siehe Abschnitt "TIC-Reaktor und Probengeber anschließen" S. 96 und "Probengeber anschließen und verwenden" S. 64).

#### 7.4.2 Kondensationsschlange reinigen

1. Das Grundgerät und das Automatische TIC-Feststoffmodul am Netzschalter ausschalten und den Netzstecker des TIC-Feststoffmoduls aus der Steckdose ziehen. Die Gaszufuhr abschalten.
2. Den FPG 48 zur Seite schieben, das Säuregefäß und die Auffangschale wegnehmen und den TIC-Reaktor ausbauen.
3. Das TIC-Feststoffmodul so drehen, dass die Rückseite zugänglich ist.



4. Die Schläuche von der Kondensationsschlange abziehen.
5. Die Kondensationsschlange vorsichtig aus der Halterung ziehen.
6. Die Kondensationsschlange auf Ablagerungen und Risse prüfen.
7. Bei Bedarf die Kondensationsschlange mit Reinstwasser spülen und gut trocknen lassen.
8. Die Kondensationsschlange vorsichtig zurück in die Halterung auf der Rückwand des TIC-Feststoffmoduls drücken.
9. Den Schlauch Nr. 72 (vom Reaktor) an den oberen Anschluss der Kondensationsschlange anschließen.
10. Den Schlauch Nr. 73 (zum Kondensatgefäß) an den unteren Anschluss der Kondensationsschlange anschließen.
11. Das TIC-Feststoffmodul wieder in die ursprüngliche Lage drehen.

12. Den TIC-Reaktor und den FPG 48 wieder aufbauen (→ siehe Abschnitt "TIC-Reaktor und Probengeber anschließen" S. 96 und "Probengeber anschließen und verwenden" S. 64).

### 7.4.3 Pumpschlauch ausbauen und ersetzen

Säurepumpe



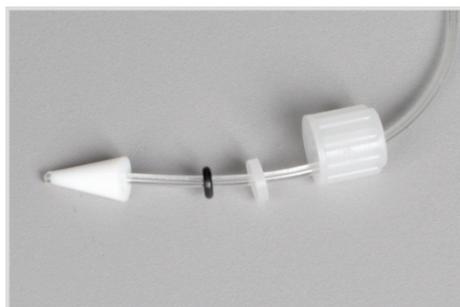
#### VORSICHT

Im Pumpschlauch befindet sich Phosphorsäure oder Salzsäure (je nach Applikation). Die Säuren reizen Augen, Haut und Schleimhäute!

Tragen Sie Schutzhandschuhe und Schutzbrille im Umgang mit konzentrierter Säure! Spülen Sie benetzte Haut sofort ab.

Wechseln Sie den Pumpschlauch an der Kassettenpumpe wie folgt:

1. Den Schlauch aus der Säureflasche ziehen. Säureflasche und Auffangschale zur Seite stellen. Darauf achten, dass die Säure nicht auf das Gerät tropft.
2. Den Pumpschlauch am Reaktor abschrauben.
3. Die Schlauchkassette (3 in Bild 49) öffnen und den Pumpschlauch herausnehmen.



4. Die Dichtelemente und die weiße Überwurfmutter vom verschlissenen Pumpschlauch abziehen.
5. Die Dichtelemente in der abgebildeten Reihenfolge auf den neuen Pumpschlauch schieben.

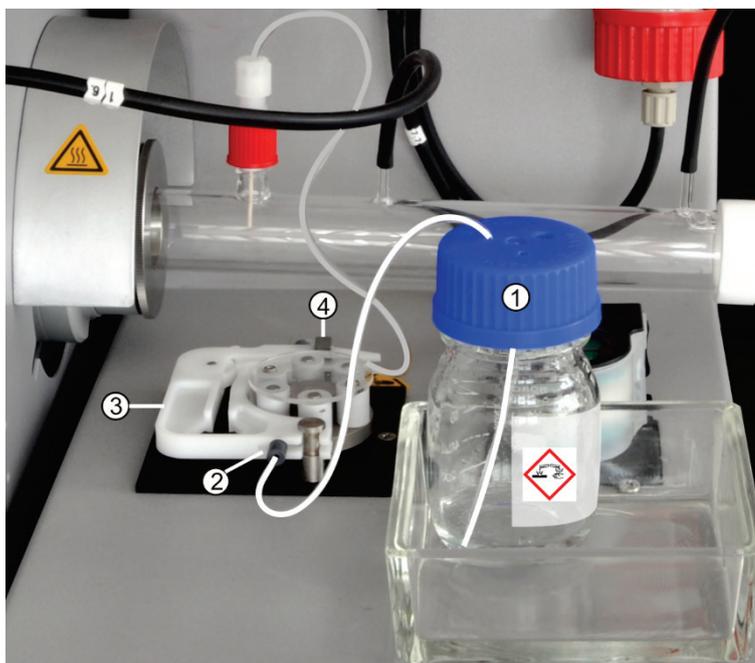


Bild 49 Pumpschläuche einspannen

- |                           |                                    |
|---------------------------|------------------------------------|
| 1 Phosphorsäureflasche    | 3 Schlauchkassette                 |
| 2 Stopper am Pumpschlauch | 4 Schlauchanschluss am TIC-Reaktor |

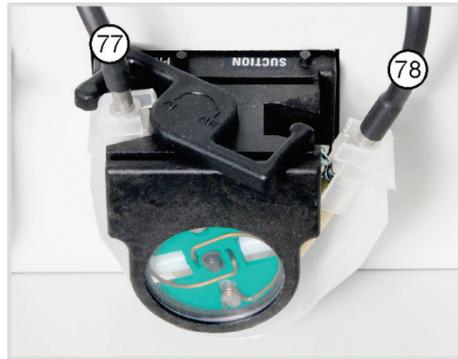
6. Den Pumpschlauch zwischen den beiden Kunststoffstoppfern (2 in Bild 49) in die Schlauchkassette einspannen.
7. Die Schlauchkassette in die Pumpe einsetzen und einrasten lassen.
8. Den Pumpschlauch am TIC-Reaktor anschrauben.

**Beachte!** Der TIC-Reaktor kann heiß werden. Verlegen Sie den Pumpschlauch zur Schlauchpumpe so, dass er nicht den heißen Reaktor berührt.

9. Das Säuregefäß in der Auffangschale auf das TIC-Modul stellen. Das andere Ende des Pumpschlauchs in eine Öffnung des Säuregefäßes schieben.

#### Kondensatpumpe

Prüfen Sie den Pumpschlauch alle drei Monate auf Dichtheit. Wechseln Sie den Pumpschlauch nach Bedarf, mindestens jedoch jährlich.



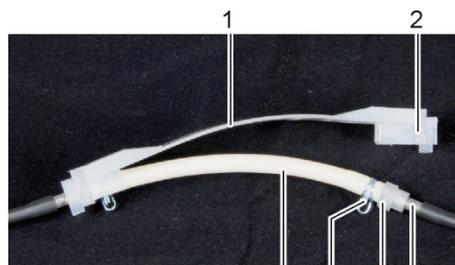
1. Den Bügel an der Kondensat-Pumpe nach links drücken.
2. Die beiden Schläuche Nr. 77 und Nr. 78 von den Anschlüssen abziehen.

3. Das Laufband mit dem Pumpenschlauch vom Pumpenkörper abnehmen.
4. Den Pumpenschlauch und die Anschlüsse auf starke Abnutzung und Risse prüfen.

**Beachte!** Tritt Feuchtigkeit aus dem Pumpenschlauch oder den Anschlüssen aus, ist der Pumpenschlauch zu ersetzen.

5. Den Pumpenkörper und den Rollenträger mit Reinstwasser abwischen.
6. Den Pumpenkörper und den Rollenträger auf Verschleiß prüfen.

**Beachte!** Sind Pumpenkörper und Rollenträger stark angegriffen, den Kundendienst verständigen.



- |                 |                   |
|-----------------|-------------------|
| 1 Laufband      | 4 Schlauchführung |
| 2 Nut           | 5 Schlauchklemme  |
| 3 Metallstutzen | 6 Pumpenschlauch  |

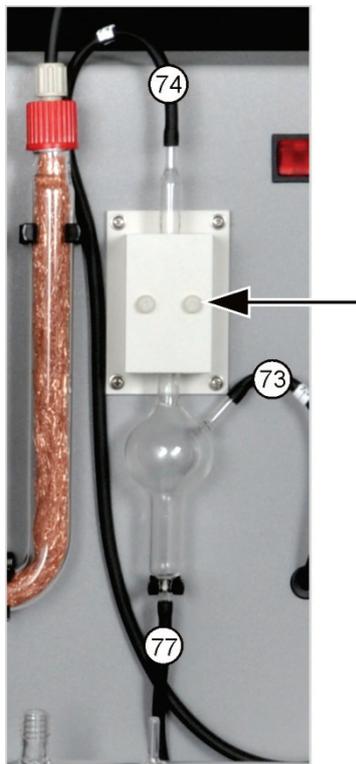
7. Den intakten bzw. neuen Pumpenschlauch in das Laufband drücken.  
Beim Einbau müssen die Schlauchklemmen nach unten gedreht sein.  
Die Schlauchführung in die Nut des Laufbandes schieben.



8. Das Laufband um den Pumpenkörper legen.
9. Das Laufband mit einer Hand nach oben drücken, mit der anderen Hand den Bügel nach rechts drehen, bis er einrastet.
10. Die Schläuche Nr. 77 und 78 wieder auf die Stutzen schieben.

### 7.4.4 Kondensationsgefäß reinigen

Reinigen Sie das Kondensationsgefäß nach Bedarf:



1. Die 2 Rändelschrauben (Pfeil) am Deckel des Kühlblocks lösen und den Deckel entfernen.
2. Die Schläuche von den Anschlüssen des Kondensatgefäßes abziehen.
3. Das Kondensatgefäß auf Ablagerungen und Risse prüfen.
4. Bei Bedarf das Kondensatgefäß mit Reinstwasser ausspülen.
5. Die Schläuche befestigen (siehe Bild):

- Schlauch Nr. 73 (vom unteren Ende der Kondensationsschlange auf der Rückseite) am seitlichen Eingang des Kondensatgefäßes
- Schlauch Nr. 77 (zur Kondensatpumpe) am unteren Ausgang
- Schlauch Nr. 74 (zum Trockengefäß) am oberen Ausgang

Die Schläuche dabei ca. 1 cm weit auf die Glasstutzen des Kondensatgefäßes schieben.

## 7.5 Manuelles TIC-Feststoffmodul

Wartungsintervalle

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Spritzer von Chemikalien vom Gehäuse entfernen	sofort
TIC-Reaktor (Erlenmeyerkolben) reinigen	nach jeder Probe
Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln	bei Bedarf (Schwärzung oder Verklumpung durch Feuchtigkeitsaufnahme)
Halogenidfalle erneuern	wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist
Wasserfallen wechseln	nach Bedarf, spätestens nach 3 Monaten

Das Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln Sie auf die gleiche Weise wie im Grundgerät multi EA 4000 (→ siehe Abschnitt "Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln" S. 114).

Die Kupfer- und Messingwolle in der Halogenidfalle wechseln Sie ebenfalls analog zum Wechsel der Halogenidfalle im Grundgerät multi EA 4000 (→ siehe Abschnitt "Halogenidfalle erneuern" S. 115).

### 7.5.1 TIC-Reaktor am Manuellen TIC-Feststoffmodul reinigen

Spülen Sie nach jeder Analyse den TIC-Reaktor (Erlenmeyerkolben) mit Reinstwasser. Trocknen Sie ihn anschließend gründlich (siehe auch "TIC-Messung ausführen" S. 106).

## 7.6 Wasserfallen ersetzen

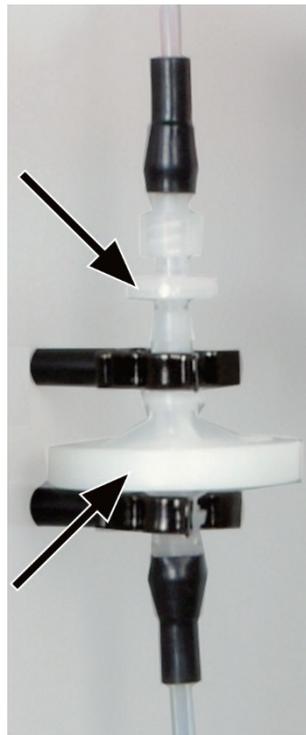


### BEACHTEN

Die Wasserfallen (TC-Vorfilter und Einwegrückhaltefilter) können Sie im eingeschalteten Zustand, jedoch nicht während einer Messung ersetzen. Ersetzen Sie grundsätzlich beide Wasserfallen!

Die Wasserfallen erfüllen ihre Funktion nur, wenn sie in der angegebenen Reihenfolge und Einbaurichtung eingesetzt werden!

Ersetzen Sie die Wasserfallen in Abhängigkeit von der Probenmatrix, spätestens jedoch nach 6 Monaten wie folgt:



1. Die Wasserfallen aus den 2 Halteklemmen ziehen.
2. Die Schlauchverbindungen von den Wasserfallen lösen. Dafür Luer-Adapter von der kleinen Wasserfalle abschrauben.
3. Die neuen Wasserfallen zusammensetzen.

Die Aufschrift „INLET“ auf der großen Wasserfalle (Aerosol-Falle) muss nach unten und die Beschriftung der kleinen Wasserfalle (Einwegrückhaltefilter) nach oben zeigen (Pfeile in Bild links).

4. Die kleine Wasserfalle in den Luer-Adapter am Schlauch Nr. 9 schrauben.
5. Die große Wasserfalle über den FAST-Verbinder mit Schlauch Nr. 8 verbinden.
6. Die Wasserfallen in die 2 Halteklemmen an der Gerätewand drücken.

## 8 Störungsbeseitigung

### 8.1 Allgemeine Hinweise

Zur Fehleranalyse können Protokolldateien aufgezeichnet werden. Die Aufzeichnung der Protokolldateien sollte in Absprache mit dem Kundendienst der Analytik Jena erfolgen.

- Die Aufzeichnung der gerätespezifischen Protokolldateien multiWin\_Comm.log und multiWin\_Flow.log unter EXTRAS ▶ KONFIGURATION ▶ FEHLERANALYSE aktivieren. Die Aufzeichnung der Datei multiWin\_Error.log ist immer aktiviert.
- Die Aufzeichnung der multiWin-spezifischen Protokolldatei multiWin\_Exception.log unter EXTRAS ▶ KONFIGURATION ▶ FEHLERANALYSE aktivieren.
- Über den Menübefehl HILFE ▶ FEHLERANALYSE eine zip-Datei erzeugen, die dem Kundendienst zur Verfügung gestellt werden kann.



#### BEACHTEN

Können die Fehler nicht beseitigt werden, ist in jedem Fall der Service der Analytik Jena zu benachrichtigen. Dies gilt auch, wenn einzelne Fehler gehäuft auftreten. Zur Fehlerdiagnose ist die erzeugte zip-Datei per E-Mail an den Service der Analytik Jena zu senden.

### 8.2 Fehlermeldungen in multiWin



#### BEACHTEN

Ungeeignete USB-Kabel oder unzulässige Verlängerungen verursachen häufig Probleme in der Kommunikation zwischen Steuermodul und PC. Verwenden Sie nur das von der Analytik Jena gelieferte USB-Kabel. Verlängerungen in der USB-Verbindung sind nicht zulässig!

Fehlermeldung	
1	<b>Keine Antwort von der Firmware!</b>
<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
Steuermodul und Grundgerät nicht eingeschaltet	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Steuermodul und Grundgerät einschalten</li> </ul>
Steuermodul nicht mit PC verbunden	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verbindung Steuermodul – PC prüfen</li> </ul>
falsche Schnittstelle am PC ausgewählt	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ gesteckte Schnittstelle am PC prüfen</li> <li>▪ ggf. andere Schnittstelle in multiWin auswählen über Menü [EXTRAS] ▶ [SCHNITTSTELLE]</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>

2	<b>Serielle Schnittstelle nicht vorhanden!</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsprobleme	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ USB-Verbindung zwischen Steuermodul und PC trennen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
3	<b>Serielle Schnittstelle nicht erreichbar!</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsprobleme	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ USB-Verbindung zwischen Steuermodul und PC trennen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
	Anderes Programm verwendet Schnittstelle, z.B. ServiceTerminal nach Update	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Anderes Programm schließen</li> </ul>
4	<b>Unbekannter Verbindungstyp!</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsprobleme	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ USB-Verbindung zwischen Steuermodul und PC trennen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
5	<b>Fehler beim Öffnen der Schnittstelle!</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsprobleme	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ USB-Verbindung zwischen Steuermodul und PC trennen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
	Anderes Programm verwendet Schnittstelle, z.B. ServiceTerminal nach Update	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Anderes Programm schließen</li> </ul>
7	<b>Betriebssystemfehler: Nicht autorisierter Zugriff</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	undefiniertes Beenden von multiWin	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ multiWin beenden</li> <li>▪ USB-Kabel lösen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>▪ Neustart Betriebssystem (PC)</li> <li>▪ Neustart Firmware (Basismodul)</li> <li>▪ Neustart multiWin</li> </ul>
11	<b>keine Antwort auf Signal</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Firmware abgestürzt	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ multiWin beenden</li> <li>▪ Analysator ausschalten</li> <li>▪ USB-Kabel zwischen PC und Steuermodul lösen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>▪ Betriebssystem (PC) neu starten</li> <li>▪ Analysator einschalten</li> <li>▪ multiWin starten</li> </ul>
12	<b>Signal-Echo empfangen, Schnittstellenauswahl überprüfen</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	falsche Schnittstelle ausgewählt	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Schnittstellenauswahl prüfen</li> </ul>

14	<b>Datenübertragung unterbrochen</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	kein Datentransfer seit 10 s	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
17	<b>Falsche Schnittstellen Protokoll ID</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Fehler nach Update (Programmversionen Firmware – multiWin passen nicht zusammen)	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Update notwendig</li> </ul>
20	<b>Timeout: InitEnd</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung bei Initialisierung	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
21	<b>Timeout: StatusBusy</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung im Betrieb (Gerät nicht messbereit)	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
22	<b>Timeout: Ende</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung beim Beenden von multiWin	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
23	<b>Timeout: StopEnd</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung bei Messabbruch	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
24	<b>Timeout: Messung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung während der Messung maximale Integrationszeit wurde überschritten	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Analysator überprüfen</li> <li>▪ Methodeneinstellung überprüfen</li> </ul>
25	<b>Timeout: Analysengerät Befehlsabarbeitung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung bei der Befehlsabarbeitung	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
30	<b>Chloridzugabe ist notwendig</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Messzelle und/oder Elektrolytlösung verunreinigt</li> <li>▪ Kombielektrode defekt oder stark gealtert</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Messzelle reinigen, frischen Elektrolyt einfüllen</li> <li>▪ Neue Elektrode für die Chloridbestimmung verwenden.</li> </ul>
50	<b>Firmware-Reset</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	interner Rechner (Firmware) ist neu gestartet	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>

52	<b>Firmware-Standby</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Firmware wurde in Standby gefahren	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
61	Befehl vom PC nicht vollständig	
62	Befehl vom PC ohne STX	
64	Befehl vom PC CRC-Fehler	
65	Befehl vom PC ungültiger Befehl	
66	Befehl vom PC ungültiger MESS-Befehl	
67	Befehl MTXT vom PC fehlt	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsfehler	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
100	<b>C-Sensor: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört, nachdem Sensor beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
101	<b>C-Detektor: CRC-Fehler</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört, nachdem Sensor beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
104	<b>C-Detektor: Analogwerte außer Bereich</b>	
107	<b>C-Detektor: Analogwerte außer Bereich (grob)</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Analogwerte des Detektors liegen außerhalb des Arbeitsbereichs	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Qualität Trägergas prüfen</li> <li>▪ initialisieren</li> <li>▪ Analogwerte im Komponententest kontrollieren (über Menüpunkt SYSTEM ▶ KOMPONENTENTEST Karte C-NDIR)</li> </ul>
106	<b>C-Detektor: falsche Antwort auf Befehl</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ C-Modul aus- und wieder einschalten</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
120	<b>S-Sensor: keine Verbindung</b>	
130	<b>Cl-Sensor: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört, nachdem Sensor beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
120	<b>S-Detektor: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört, nachdem Detektor beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>

124	<b>S-Detektor: falscher Status</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Umschaltung Glättungsfaktor	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Aktion wiederholen</li> </ul>
128	<b>S-Detektor: nicht aktiv</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Übertragung Detektortyp fehlgeschlagen	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Aktion wiederholen</li> </ul>
130	<b>Cl-Detektor: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört nachdem der Detektor beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
131	<b>Cl-Detektor: falscher Befehlsaufbau</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation zum Chlormodul gestört	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ Chlormodul aus-/einschalten</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
133	<b>Cl-Detektor: falsche Zelle</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	keine Initialisierung nach Zellenwechsel	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
134	<b>Cl-Detektor: falscher Status</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> <li>▪ Status der Titrationszelle kontrollieren über Menüpunkt SYSTEM ▶ KOMPONENTENTEST Karte CHLOR</li> </ul>
135	<b>Cl-Detektor: falsche Version</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Übertragungsfehler	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> <li>▪ Status der Titrationszelle kontrollieren über Menüpunkt SYSTEM ▶ KOMPONENTENTEST ▶ CHLOR</li> </ul>
137	<b>Cl-Detektor: Messzelle prüfen</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Endpunktroutine 3x nicht erfolgreich	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Elektrolytfüllung prüfen</li> <li>▪ Elektroden prüfen</li> </ul>
138	<b>Cl-Detektor: nicht aktiv</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Übertragung Detektortyp fehlgeschlagen	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Aktion wiederholen</li> </ul>
139	<b>Cl-Detektor: STA-Fehler</b>	
140	<b>Cl-Detektor: STA-Fehler</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Fehler beim Update des Cl-Detektors	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Update wiederholen</li> </ul>

207	<b>Fluss-Fehler</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Flussstatus nicht OK	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Dichtheit prüfen, Gaszufuhr prüfen</li> </ul>
208	<b>O<sub>2</sub>-Druck fehlt</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	O <sub>2</sub> -Gasfluss nicht ausreichend	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ O<sub>2</sub>-Anschluss prüfen</li> <li>▪ Druck prüfen</li> </ul>
209	<b>Ar-Druck fehlt</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Argonfluss nicht ausreichend	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Argonanschluss prüfen</li> <li>▪ Druck prüfen</li> </ul>
220	<b>Sampler: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört, nachdem Probengeber beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
226	<b>Sampler: Laufzeit überschritten</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Fertigmeldung der Probengeberbewegung dauert zu lange (Probengeber defekt)	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Protokolldateien aufzeichnen</li> <li>▪ Service benachrichtigen</li> </ul>
290	<b>Waage: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	keine Kommunikation mit der Waage	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verbindung prüfen</li> <li>▪ Einstellungen der Waage prüfen</li> </ul>
291	<b>Waage: falsche Gewichtseinheit</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	zur Zeit ist nur Einheit [g] zulässig	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ im Menü der Waage Einheit Gramm [g] einstellen</li> </ul>
300	<b>Temperaturcontroller: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Meldung bestätigen</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
301	<b>Bruch Thermoelement</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Thermoelement HTS1500 defekt	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Service kontaktieren</li> </ul>
303	<b>Temperaturcontroller: Fehler EPROM</b>	
304	<b>Temperaturcontroller: Kommunikationsfehler</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsfehler mit Grundgerät	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Grundgerät aus-/einschalten</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
306	<b>externer Ofen nicht vorhanden</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Grundgerät als Hardware nicht erkannt	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verbindung Grundgerät-Steuermodul prüfen</li> </ul>

### 8.3 Anzeigen im Fenster GERÄTE-STATUS

Im Fenster GERÄTE-STATUS werden Informationen zum Gerätestatus bzw. Informationen zu einzelnen Modulen angezeigt.

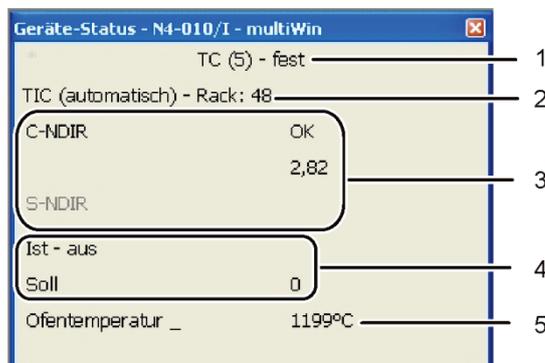


Bild 50 Fenster GERÄTE-STATUS

- 1 Methode
- 2 Analysenmodul / Probengeber
- 3 Detektion/Sensormodul
- 4 Flussanzeige (nicht bei CI-Messungen)
- 5 Temperaturanzeige

Die Anzeigen im Fenster GERÄTE-STATUS sind farblich gekennzeichnet. Die Farben haben folgende Bedeutung:

Farbe	Beschreibung
schwarz	Status der entsprechenden Komponente ist in Ordnung, Gerät ist messbereit
grau	Detektor ist inaktiv
grün	Detektor ist in Ordnung, Gerät ist messbereit (OK) oder Detektor ist beschäftigt, ein Messstart ist erst nach Ablauf der Routine möglich (detektorspezifisch)
rot	Komponente ist nicht messbereit Einlaufzeit noch nicht abgelaufen, warten, bis Einlaufzeit beendet ist Fehler, Fehlersuche, Informationen zu entsprechender Komponente in multiWin über Menüpunkt SYSTEM ► KOMPONENTENTEST auslesen

In der obersten Zeile des Fensters GERÄTE-STATUS werden der Name der aktiven Methode und der Probenzustand (fest) angezeigt.

Bei der Initialisierung wird erkannt, ob der Probengeber FPG 48 angeschlossen und eingeschaltet ist. Ist dies der Fall erscheint die Anzeige RACK 48. Weiterhin wird ein angeschlossenes Automatisches TIC-Feststoffmodul erkannt und mit TIC (AUTOMATISCH) angezeigt.

Im Bereich Detektormodul werden alle Detektormodule angezeigt, die beim Initialisieren erkannt werden. Folgende Anzeigen sind möglich:

Anzeige	Beschreibung
C-NDIR	NDIR-Detektor für Kohlenstoff
S-NDIR	NDIR-Detektor für Schwefel
CI-AMP smallCell	Chlormodul mit „sensitive“ Zelle
CI-AMP largeCell	Chlormodul mit „high concentration“ Zelle

Der jeweilige Status der Detektormodule ist farblich gekennzeichnet (siehe oben).  
Folgende Statusanzeigen sind möglich:

<b>Gerät messbereit</b>	
<b>Anzeige</b>	<b>Beschreibung</b>
OK (grün, schwarz)	Detektor ist messbereit
<b>Gerät nicht messbereit – allgemein</b>	
<b>Anzeige</b>	<b>Beschreibung</b>
kein Detektor angezeigt (Anzeige leer)	kein Detektor erkannt: <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Detektor einschalten</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
Kommunikationsfehler (rot)	Kommunikation gestört: <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Gerät aus-/einschalten</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
keine Verbindung (rot)	Verbindung gestört: <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verbindungskabel kontrollieren</li> <li>▪ Gerät aus-/einschalten</li> <li>▪ initialisieren</li> </ul>
<b>Gerät nicht messbereit – C-NDIR / S-NDIR</b>	
<b>Anzeige (rot)</b>	<b>Beschreibung</b>
Warnung Analogwerte	Analogwerte außer Bereich: <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ über Menüpunkt SYSTEM ► KOMPONENTENTEST auf der Karte C-NDIR, S-NDIR Werte auslesen</li> <li>▪ siehe auch Beschreibung der Fehler des C/S-Moduls S. 137</li> </ul>
Einlaufzeit	Detektor ist noch nicht betriebsbereit: Einlaufzeit nach Einschalten abwarten (ca. 30 min)
<b>Gerät nicht messbereit – CI-AMP</b>	
<b>Anzeige (rot)</b>	<b>Beschreibung</b>
nicht aktiv	keine Zelle erkannt: Zelle einsetzen
<b>Gerät nicht messbereit – CI-AMP</b>	
<b>Anzeige (grün)</b>	<b>Beschreibung</b>
Pausentitration	Pausentitration läuft: <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Messstart möglich</li> </ul>
Endpunktroutine	Endpunktroutine läuft ab: <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ warten, bis Endpunktroutine beendet ist</li> </ul>

Im Bereich Flussanzeige wird der aktuelle Saugfluss (IST) und der zu erreichende Sollfluss (SOLL) angezeigt. Der Sollfluss beträgt 100 l/h. Der Saugfluss darf  $\pm 10$  l/h vom Sollfluss abweichen. Den Saugfluss regulieren Sie am Rotameter „pump“ an der Frontseite des Grundgerätes. Die Temperaturanzeige zeigt die aktuelle Ofentemperatur. Ist die Temperaturanzeige rot, entspricht die aktuelle Ofentemperatur nicht der in der Methode eingestellten Temperatur. Warten Sie in diesem Fall, bis die Solltemperatur erreicht ist oder prüfen Sie die Temperatureinstellung in der Methode.

## 8.4 Gerätefehler

Es können weitere Probleme auftreten, die nicht von der Systemüberwachung erfasst werden. Ein Messstart ist möglich. Erkannt werden solche Fehler meist an unplausiblen Messergebnissen (analytische Probleme). Oft sind sie gerätetechnisch deutlich sichtbar. Führen die angegebenen Lösungsvorschläge nicht zum Erfolg, ist der Service zu benachrichtigen.

### 8.4.1 Grundgerät

Fehler	
<b>Ofen heizt nicht</b>	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Fehler in der Elektronik</li> <li>▪ Heizelement gebrochen.</li> <li>▪ Sicherung im Grundgerät hat ausgelöst.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Elektrische Steckverbindung (Netzkabel, Schnittstellenkabel) überprüfen.</li> <li>▪ Service benachrichtigen.</li> </ul>
<b>Lüfter auf Geräterückseite laufen nicht</b>	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Sicherung defekt.</li> <li>▪ Elektronik defekt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Analysator am Hauptschalter ausschalten.</li> <li>▪ Service benachrichtigen.</li> </ul>
<b>Kein Saugfluss am Durchflussmesser "Pump"</b>	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Pumpe nicht eingeschaltet.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Temperaturdifferenz überprüfen.</li> <li>▪ Warten, dass sich die Temperaturdifferenz von Soll- zu Isttemperatur auf 50 °C annähert. Wenn sich bei einer Temperaturdifferenz von Soll- zu Isttemperatur kleiner 50 °C die Pumpe nicht einschaltet, Service benachrichtigen.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Schläuche abgeklemmt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Schlauchsystem auf abgeknickte oder gequetschte Schläuche überprüfen.</li> </ul>

### 8.4.2 C/S-Modul

multiWin: Flussfehler	
Messgasfluss IST < 90 l/h oder >110 l/h	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ kein oder zu geringer Saugfluss</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Bei eingeschalteter Saugpumpe Saugfluss an Durchflussregler "pump" am Basismodul korrigieren.</li> <li>▪ Schlauchsystem auf abgeknickte oder gequetschte Schläuche überprüfen.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Trockenmittel zu feucht und verklumpt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Trockenmittel wechseln.</li> </ul>

**multiWin: Flussfehler****Messgasfluss IST = 0**

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Kein Saugfluss.</li> <li>▪ Pumpe nicht eingeschaltet.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Temperaturdifferenz überprüfen.</li> <li>▪ Warten, dass sich die Temperaturdifferenz von Soll- zu Isttemperatur auf 50 K annähert. Wenn sich bei einer Temperaturdifferenz von Soll- zu Isttemperatur kleiner 50 K die Pumpe nicht einschaltet, Service benachrichtigen.</li> </ul>

**Analogwerte der NDIR-Optik schwanken**

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Undichtigkeiten</li> <li>▪ Einstellungen oder Defekt des NDIR-Detektors</li> <li>▪ Detektorstabilisierung während der Warmlaufphase des Analysators noch nicht abgeschlossen</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Warmlaufphase von 15 min abwarten.</li> <li>▪ Sind die Analogwerte nach 1 h nicht konstant (während Sauerstoff anliegt), kann eine Undichtigkeit vorliegen. Service benachrichtigen.</li> <li>▪ Halogenidfalle wechseln, wenn Verfärbungen vorliegen, um den Detektor zu schützen.</li> </ul>

**multiWin: Optikfehler, Analogwerte außer Bereich****Werte des NDIR-Detektors erscheinen im Statusfenster gelb.**

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Die ADU-Werte des NDIR-Detektors weichen vom Sollwert ab und liegen außerhalb des Toleranzbereichs.</li> </ul> <p>Hinweis: Messungen sind auch weiterhin möglich.</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Sauerstoffzufuhr der Gasversorgung überprüfen.</li> <li>▪ Am Durchflussregler Sauerstoffzufuhr überprüfen, Ventil aufdrehen.</li> <li>▪ Sauerstofffluss durch den Detektor überprüfen (Verschlauchung).</li> <li>▪ Service benachrichtigen.</li> </ul>

**multiWin: keine Verbindung zu Optik (NDIR)****multiWin: Statusfehler Optik**

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Kommunikationsfehler</li> <li>▪ NDIR-Detektor defekt</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Gerät neu initialisieren.</li> <li>▪ Service benachrichtigen.</li> </ul>

**Kontroll-Leuchte leuchtet nicht**

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Internes Programm ist nicht gestartet.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Starten Sie den internen Rechner mit dem Netzschalter des Moduls neu.</li> </ul>

**BEACHTEN**

Die ADU-Werte des NDIR-Detektors sinken infolge normaler Alterungserscheinungen langsam. Wenn die Werte innerhalb weniger Analysen sinken, deutet dies auf eine Schädigung des Detektors durch Bestandteile des Analysengases hin!

### 8.4.3 CI-Modul



#### BEACHTEN

Zur Fehlervermeidung unbedingt beachten:

- Messzelle mit Rührstäbchen (mit Elektrolyt gefüllt) und Elektrode anschließen, bevor der Analysator eingeschaltet wird.
- multiWin-Software ca. 3 min nach Einschalten des Analysators starten.

---

#### multiWin: keine Verbindung zum CI-Sensor

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Keine Kommunikation zwischen internem Rechner und Coulometer.</li> <li>▪ CI-Modul nicht eingeschaltet.</li> </ul>	<p>Einschaltreihenfolge beachten:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Grundgerät einschalten.</li> <li>2. CI-Modul einschalten.</li> <li>3. Etwa 3 min warten, bis Coulometer mit dem internen Rechner kommuniziert.</li> <li>4. Software multiWin starten.</li> </ol>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verbindungskabel nicht angeschlossen bzw. defekt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Kabelverbindung prüfen</li> </ul>

---

#### multiWin: falscher Befehlsaufbau CI-Sensor

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Störung bei der Datenübertragung Coulometer – interner Rechner</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Analysator nochmals initialisieren.</li> <li>▪ Service benachrichtigen.</li> </ul>

---

#### multiWin: Indikationsfehler

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Elektrodenstecker nicht angeschlossen.</li> <li>▪ Elektrode defekt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Elektrode anschließen und Gerät neu initialisieren.</li> <li>▪ Defekte Elektrode austauschen.</li> <li>▪ Service benachrichtigen.</li> </ul>

## 8.5 Fehler in der Gerätekommunikation

<b>Software reagiert nicht.</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Absturz des Rechners</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Analysator komplett ausschalten, inkl. Grundgerät, Drucker, Sampler und externem PC, und nach einigen Sekunden das System wieder hochfahren.</li> </ul>
<b>multiWin: Kommunikationsfehler – Analysengerät</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Modul mit internem Rechner nicht eingeschaltet</li> <li>▪ multiWin zu früh gestartet</li> <li>▪ Modul mit internem Rechner nicht mit PC verbunden</li> <li>▪ Falsche COM Schnittstelle im multiWin ausgewählt</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Modul einschalten</li> <li>▪ Verbindung Modul mit internem Rechner – PC prüfen</li> <li>▪ multiWin erst starten, nachdem LED-Anzeige LOCK IN leuchtet</li> <li>▪ Gesteckte Schnittstelle am externen Rechner und in multiWin eingestellte Schnittstelle überprüfen (Menübefehl KONFIGURATION ▶ SCHNITTSTELLE ▶ AUSWAHL SCHNITTSTELLE)</li> </ul>
<b>im laufenden Betrieb des Gerätes gemeinsam mit Fehler multiWin: Neustart des Computers im Analysengerät</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Reset interner Rechner</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Wenn Front-LED leuchtet, Analysengerät initialisieren.</li> <li>▪ Bei wiederholtem Auftreten Zeitpunkt des Fehlers auftritts beobachten (Statuszeile) und Service benachrichtigen.</li> </ul>
<b>multiWin: Kommunikationsfehler – Falscher Befehlssatz zwischen PC und Gerät</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Interne und externe Programmversionen stimmen nicht überein.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Update wiederholen.</li> </ul>
<b>multiWin: keine Verbindung zum Temperaturcontroller</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Grundgerät nicht eingeschaltet.</li> <li>▪ Schnittstellenkabel zwischen Modul mit internem Rechner und Grundgerät nicht angeschlossen oder defekt.</li> <li>▪ Temperaturcontroller defekt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Grundgerät einschalten und 1 min später multiWin neu initialisieren</li> <li>▪ Anschluss des Schnittstellenkabels überprüfen</li> </ul>
<b>keine Verbindung zum Sampler</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ keine Kommunikation zwischen Grundgerät und Probengeber</li> <li>▪ Probengeber nicht eingeschaltet</li> <li>▪ Verbindungskabel nicht angeschlossen bzw. defekt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verbindungskabel überprüfen</li> <li>▪ Probengeber einschalten und Analysator initialisieren.</li> </ul>

## 8.6 Analytische Probleme

### 8.6.1 C/S-Bestimmung

#### Allgemein zu niedrige Wiederfindung

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Trockenmittel zu feucht</li> <li>▪ Verrußter Filter und Messgasschläuche</li> <li>▪ Undichtigkeiten</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Trockenmittel überprüfen und wechseln</li> <li>▪ Filter überprüfen und wechseln</li> <li>▪ Staubfalle überprüfen, wenn stark verschmutzt (Partikelablagerungen), Staubfalle reinigen</li> <li>▪ Bei Undichtigkeiten Dichtringe in der Gasschleuse und der Staubfalle prüfen, bei Rissen / Spröde Dichtringe wechseln</li> </ul>

#### Minderbefunde beim TS

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Halogenidfalle noch im Messgasfluss</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Halogenidfalle gegen ein leeres Glasrohr austauschen</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Aufschlusstemperatur zu niedrig (vor allem bei sulfatischer Bindungsform)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Ofentemperatur in der Methode erhöhen, falls S-Messkurve sehr unregelmäßig aussieht oder langes Tailing aufweist und nicht auf Basislinie absinkt.</li> <li>▪ Eventuell Zuschlagstoffe (z.B. Eisenphosphat, Wolframoxid, Vanadiumpentoxid, Zinn,...) zugeben.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verschmutzung der Messgas führenden Schläuche bis zur Optik</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Schläuche bis zur NDIR-Optik ausbauen, reinigen, trocknen und wieder einbauen. Wir empfehlen, das Reinigen der Schläuche durch den Service vornehmen zu lassen.</li> </ul>

#### Überbefunde beim TC

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verbrennungsrohr hat einen Riss oder ist gebrochen.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Durch Risse kann Raumluft in das System eindringen, was zu deutlichen Überbefunden an TC führen kann. Verbrennungsrohr dann austauschen.</li> </ul>

#### Drift der Basislinie

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Detektor nicht stabil</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Während der Warmlaufphase des Gerätes muss sich der Detektor stabilisieren. Bei Messbeginn kann es daher vorkommen, dass die Basislinie noch ein wenig driftet (Temperaturabhängigkeit). Die durch die Drift geänderte Peakfläche wird automatisch korrigiert, so dass die Messergebnisse in jedem Fall davon unabhängig sind.</li> <li>▪ Geht die Drift nicht zurück, Service benachrichtigen.</li> </ul>

## 8.6.2 Cl-Bestimmung



### BEACHTEN

Zur Fehlervermeidung unbedingt beachten:

- Messzelle mit Rührstäbchen (mit Elektrolyt gefüllt) und Elektrode anschließen, bevor Grundgerät und Cl-Modul eingeschaltet werden.
- Programm multiWin ca. 3 min nach Einschalten des Analysators starten.

#### Zu niedrige Wiederfindungen (Splitfaktor > 1,4)

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Schwefelsäure zu verdünnt</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Schwefelsäure überprüfen und auswechseln.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ verrußte Bauteile oder Messgasschläuche</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verbrennungsrohr auf Verschmutzung überprüfen. Verbrennungsrohr durch Ausbrennen der Ablagerungen mittels Bunsenbrenner oder im Muffelofen bei 1000 °C reinigen. Stark verschmutzte Rohre wechseln. Quarzwolle im Verbrennungsrohr wechseln.</li> <li>▪ Schwefelsäuregefäß auf Ruß überprüfen. Sind Partikel bis in das Schwefelsäuregefäß vorgedrungen, Gefäß und Stutzen am Ofenrohrausgang reinigen und Gefäß neu füllen.</li> </ul>

#### Zu hohe Wiederfindung (Splitfaktor < 0,6)

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Probenablagerungen im Verbrennungsrohr (z.B. Salze)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verbrennungsrohr wechseln bzw. reinigen, z.B. durch „Einweichen“ des Verbrennungsrohres über Nacht in 10%iger HNO<sub>3</sub>, danach gründlich mit destilliertem Wasser spülen und trocknen.</li> </ul>

#### Arbeitspunkt unter 1500

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Kombielektrode defekt oder stark gealtert</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Neue Elektrode für die Chloridbestimmung verwenden.</li> </ul>

### 8.6.3 TIC-Bestimmung (Automatisches TIC-Feststoffmodul)

Minderbefunde	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Einwaage zu hoch gewählt</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Einwaage sollte 50 mg nicht überschreiten, da sonst die Menge an dosierter Säure (400 µl) nicht ausreicht, um das Carbonat vollständig zu zersetzen, bzw. die Säuremenge die Probe nicht vollständig benetzen kann.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Probe nicht gleichmäßig über die gesamte Schiffchenlänge verteilt</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Probe muss gleichmäßig verteilt sein, damit Probe komplett mit Säure benetzt werden kann.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Säurestärke zu schwach (langes Auslaufen der Messkurve, Messkurve kommt nicht auf Basislinie zurück)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Enthält die Probe in größerer Menge äußerst stabile Carbonate (z.B. <math>\text{FeCO}_3</math>), ist die Zersetzungsgeschwindigkeit mit 40%iger <math>\text{H}_3\text{PO}_4</math> zu langsam. Dann auf stärkere Säure ausweichen (z.B. 25%ige HCl). <b>Beachte!</b> HCl nicht dauerhaft verwenden.</li> </ul>
Streuende Messwerte	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Probe nicht gleichmäßig über die gesamte Schiffchenlänge verteilt</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Probe muss gleichmäßig verteilt sein, damit Probe komplett mit Säure benetzt werden kann.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Probenmatrix ist hydrophob</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Ist die Probe mit Säure schlecht benetzbar, hilft es die Probe mit ausgeglühtem Quarzsand abzudecken, um das Einwirken der Säure zu verbessern.</li> <li>▪ Mitunter ist Benetzungsverhalten von Salzsäure besser als von Phosphorsäure. <b>Beachte!</b> HCl nicht dauerhaft verwenden.</li> </ul>

### 8.6.4 TIC-Bestimmung (Manuelles TIC-Feststoffmodul)

Minderbefunde	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Säurestärke zu schwach (langes Auslaufen der Messkurve, Messkurve kommt bei max. Integrationszeit von 600 s nicht auf die Basislinie zurück)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Enthält die Probe in größerer Menge äußerst stabile Carbonate (z.B. <math>\text{FeCO}_3</math>), ist die Zersetzungsgeschwindigkeit mit 40%iger <math>\text{H}_3\text{PO}_4</math> zu langsam. Dann auf stärkere Säure ausweichen (z.B. 25%ige HCl). <b>Beachte!</b> HCl nicht dauerhaft verwenden.</li> </ul>

## 8.6.5 Messungen im Pyrolysemodus (EC)

### Minderbefunde des elementaren Kohlenstoffs (nach Pyrolyse)

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>Wartezeit zur Verdrängung des Sauerstoffs durch Argon im Verbrennungsrohr zu kurz gewählt</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Wartezeit nach Umschalten von Sauerstoff- auf Argonversorgung sollte mindestens 60 s betragen.</li> </ul>

### Überbefunde des elementaren Kohlenstoffs (nach Pyrolyse)

Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>Pyrolysezeit zu kurz gewählt</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Die Pyrolysezeit sollte mindestens 3 min betragen, um sicherzustellen, dass alle organischen Verbindungen komplett zersetzt und ausgetrieben werden.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Pyrolysetemperatur zu hoch gewählt</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Bei Temperaturen über 1000 °C wird zunehmend aus organischen Verbindungen (Kunststoffe) durch „Verkokung“ Ruß gebildet, welcher in Stufe 2 als elementarer Kohlenstoff mit erfasst wird. Die optimale Ofentemperatur für Pyrolysemessungen beträgt 850 °C. <b>Beachte!</b> Wenn möglich, die Betriebszeit von Pyrolysemessungen (mit T = 850 °C) begrenzen, da sich die Lebensdauer der Heizelemente dadurch verkürzt.</li> </ul>

## 9 Transport und Lagerung

### 9.1 Transport

#### 9.1.1 Analysator zum Transport vorbereiten



#### WARNUNG

Gefahr von Gesundheitsschäden durch unsachgemäße Dekontamination!

Führen Sie vor der Rücksendung des Gerätes an die Analytik Jena eine fachgerechte Dekontamination aus und dokumentieren sie diese. Das Dekontaminationsprotokoll erhalten Sie vom Service bei Anmeldung der Rücksendung. Die Analytik Jena ist gezwungen, die Annahme von kontaminierten Geräten zu verweigern. Der Absender kann für eventuelle Schäden, die durch eine unzureichende Dekontamination des Gerätes verursacht werden, haftbar gemacht werden.



#### VORSICHT

Verbrennungsgefahr am heißen Ofen! Bauen Sie die Verbrennungsröhre nur im kalten Betriebszustand aus bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen.



#### VORSICHT

Beim Ausbauen der Glasteile besteht Verletzungsgefahr durch Glasbruch! Bauen Sie alle Glasteile vorsichtig aus dem Analysator aus!



#### BEACHTEN

Die Heizelemente und die Ofenpatrone können durch Erschütterungen beim Transport beschädigt werden. Diese Geräteteile müssen deshalb vor einem Transport aus dem multi EA 4000 ausgebaut und gesondert verpackt werden. Der Wiedereinbau sowie die Wiederinbetriebnahme des Grundgeräts dürfen nur durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von der Analytik Jena autorisiertes und geschultes Fachpersonal erfolgen.

Nicht geeignetes Verpackungsmaterial sowie Reste von Messlösung und Chemikalien können zu Schäden an einzelnen Komponenten des Analysators führen!

Transportieren Sie den Analysator nur in der Originalverpackung! Achten Sie darauf, dass der Analysator vollständig entleert ist und alle Transportsicherungen angebracht sind!

Bereiten Sie den multi EA 4000 mit seinen Modulen wie folgt für den Transport vor:

1. Den Analysator am Hauptschalter auf der Geräterückseite ausschalten und das Gerät abkühlen lassen.
2. Die Gasversorgung abstellen und den Netzstecker aus der Netzsteckdose ziehen.
3. Alle Verbindungen an der Rückseite des Analysators lösen.
4. Die Türen des Analysators öffnen. Das Trockenrohr leeren. Das Trockenrohr wieder einsetzen.
5. Die Anschlüsse an der Halogenidfalle abschrauben und die Halogenidfalle aus den Klemmen herausdrücken. Die Halogenidfalle leeren.

Grundgerät  
multi EA 4000

6. Das Verbrennungsrohr aus dem Ofen ziehen.
7. Das Zubehör sorgfältig und insbesondere die Glasteile bruch sicher verpacken.
8. Die Heizelemente und die Ofenpatrone aus dem multi EA 4000 ausbauen und diese Geräteteile gesondert verpacken (→ siehe Abschnitt "Heizelemente und Ofenpatrone ausbauen" S. 147).

## C/S-Modul

1. Das C/S-Modul am Hauptschalter ausschalten.
2. Den Netzstecker aus der Netzsteckdose ziehen.
3. Alle Verbindungen an der Rückseite des Moduls lösen.

## CI-Modul

1. Das CI-Modul am Hauptschalter ausschalten.
2. Die Messzelle aus dem Gerät nehmen und ausleeren (→ siehe Abschnitt "Messzellen warten" S. 120).
3. Die Messzelle und die Kombielektrode spülen und trocknen.
4. Das Adsorptionsrohr abschrauben und entleeren.
5. Die Halogenidfalle abnehmen und entleeren.
6. Das leere Adsorptionsrohr und die Halogenidfalle wieder am CI-Modul montieren.
7. Alle Anschlüsse auf der Rückseite des Moduls entfernen.
8. Das Schwefelsäuregefäß und das Sicherheitsgefäß am Grundgerät multi EA 4000 abnehmen. Das Schwefelsäuregefäß entleeren und reinigen (→ siehe Abschnitt "Schwefelsäure wechseln/Schwefelsäuregefäß reinigen" S. 117).
9. Den Messgasschlauch (farblos) und den Bypass-Schlauch (schwarz) aus dem Kanal im multi EA 4000 ziehen.
10. Das Zubehör sorgfältig und insbesondere die Glasteile bruch sicher verpacken.

Automatisches TIC-  
Feststoffmodul

1. Das TIC-Feststoffmodul am Hauptschalter ausschalten.
2. Alle Anschlüsse auf der Rückseite des Moduls entfernen.
3. Die Gasversorgung abstellen und den Netzstecker aus der Netzsteckdose ziehen.
4. Das Säuregefäß und die Auffangschale zur Seite stellen. Das Säuregefäß leeren und reinigen.
5. Die Schläuche für Gas und Säure vom TIC-Reaktor lösen. TIC-Reaktor entnehmen. Keramikkanüle gesondert verpacken.
6. Das Trockenrohr leeren. Das Trockenrohr wieder einsetzen.
7. Das Kondensatgefäß leeren.
8. Den Pumpschlauch für Säure aus der Kassettenpumpe entnehmen und reinigen.
9. Die Kondensationsschlange vorsichtig aus der Halterung ziehen.
10. Das Zubehör sorgfältig und insbesondere die Glasteile bruch sicher verpacken.

## 9.1.2 Heizelemente und Ofenpatrone ausbauen



### WARNUNG

Im Inneren des Analysators treten lebensgefährliche elektrische Spannungen und hohe Ströme auf! Schalten Sie den Analysator für den Ausbau von Heizelementen und Ofenpatrone am Netzschalter auf der Geräterückseite aus und ziehen Sie das Netzkabel aus der Netzsteckdose.

Die Heizelemente und die Ofenpatrone dürfen nur durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von der Analytik Jena autorisiertes und geschultes Fachpersonal wieder eingebaut werden. Auch die Wiederinbetriebnahme des Grundgeräts muss durch die genannten Personen erfolgen.



### VORSICHT

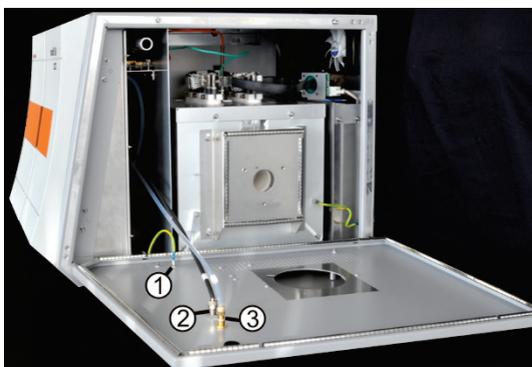
Am Ofen besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen (am besten über Nacht)!

Vorsicht beim Öffnen der rechten Seitenwand! Es besteht Verletzungsgefahr an scharfkantigen Teilen.

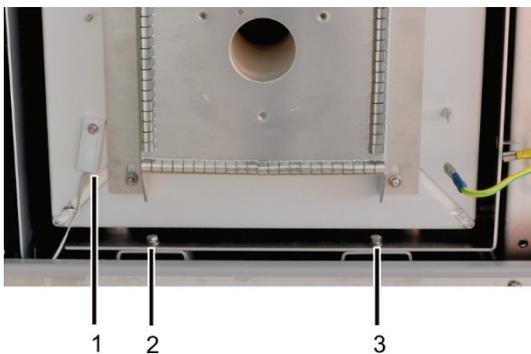
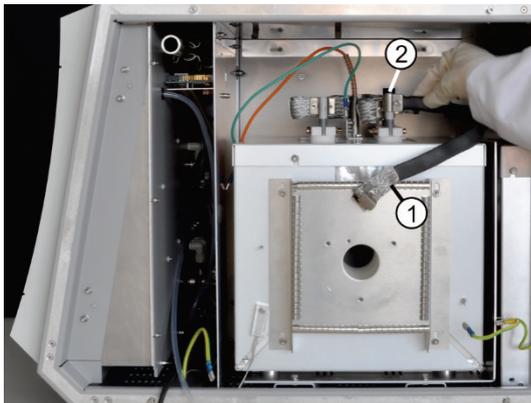
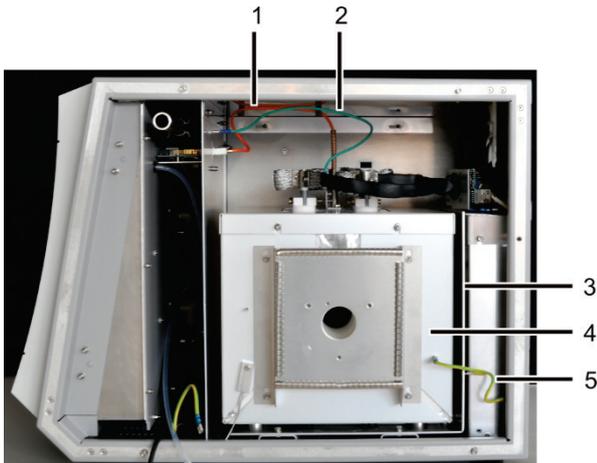
Die Heizelemente und die Ofenpatrone aus Hochtemperaturkeramik können durch Erschütterungen beim Transport beschädigt werden. Die Geräteteile müssen deshalb vor einem Transport aus dem Grundgerät ausgebaut und gesondert verpackt werden. Für ein Umsetzen innerhalb des Labors müssen die Heizelemente und die Ofenpatrone nicht ausgebaut werden.



1. Falls noch nicht erfolgt, Staubfalle über die Öffnung in der linken Seitenwand des Grundgeräts entfernen.
2. Gasschleuse abschrauben. Verbrennungsrohr aus dem Ofen entnehmen.



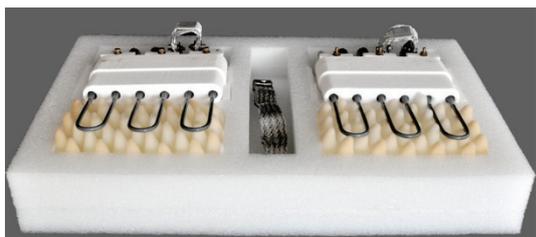
3. Rechte Seitenwand des Grundgeräts öffnen. Dafür die 4 Innensechskantschrauben lösen. Schrauben nicht vollständig herauschrauben.
4. Den Schutzleiter (1), und die beiden Gasschläuche (2,3, Schlauch Nr. 13 und 16) von der Innenseite der Seitenwand lösen. Seitenwand entfernen.



5. Den Schutzleiter (5) von der Ofenpatrone (4) und dem L-förmigen Halteblech (3) lösen.
6. Das orange Anschlusskabel des Thermoelements (1) und den grünen Erdungsleiter (2) von der Innenwand des Grundgeräts lösen.
7. Die elektrischen Zuleitungen (1, 2) von den Heizelementen lösen. Dafür die Innensechskantschrauben an den Drahtgeflechten lockern. Kabel mit Drahtgeflechten durch leichtes Hin- und Herdrehen nach oben abziehen.
8. Die beiden Schrauben (2, 3), mit denen Ofenpatrone und Halteblech im Analysator befestigt sind, lösen.
9. Den Temperatursensor (1) von der Ofenpatrone abschrauben.
10. Ofenpatrone und Halteblech vollständig aus dem Analysator herausziehen und sicher abstellen.
11. Das lange Drahtgeflecht (siehe Pfeil), mit dem die beiden Heizelemente elektrisch miteinander verbunden sind, lösen.
12. Dafür Innensechskantschrauben lösen und Drahtgeflecht durch leichtes Hin- und Herdrehen nach oben abziehen.



13. Heizelemente nacheinander vorsichtig aus der Ofenpatrone herausheben.



14. Die beiden Heizelemente und das Drahtgeflecht sowie die Ofenpatrone in gesonderten Transportverpackungen verpacken.

### 9.1.3 Hinweise zum Transport

Beachten Sie die Sicherheitshinweise im Abschnitt "Sicherheitshinweise Transport und" S. 12. Transportieren Sie den Analysator besonders vorsichtig, um Schäden durch Stöße, Erschütterungen oder Vibrationen zu vermeiden. Zum Transport müssen die Heizelemente und die Ofenpatrone ausgebaut und gesondert in der Transportverpackung verpackt werden. Sonst besteht Bruchgefahr!

Der Transport des Analysators sollte so erfolgen, dass größere Temperaturschwankungen vermieden werden, sodass sich in der Transportverpackung kein Kondenswasser bilden kann.

### 9.1.4 Analysator im Labor umsetzen



#### VORSICHT

Durch unbeabsichtigtes Fallenlassen des Analysators besteht Verletzungsgefahr und der Analysator wird beschädigt!

Gehen Sie beim Umsetzen des Analysators besonders umsichtig vor! Für das Heben und Tragen des Analysators sind 2 Personen erforderlich!

Beachten Sie beim Umsetzen des Analysators im Labor Folgendes:

- Es besteht Verletzungsgefahr durch nicht ordnungsgemäß gesicherte Teile! Entfernen Sie vor dem Umsetzen des Analysators alle losen Teile, insbesondere die Reagenzienflasche mit Phosphorsäure sowie das Schwefelsäuregefäß.
- Trennen Sie alle Versorgungsanschlüsse und Ergänzungsgeräte vom Analysator ab. Für einen Transport innerhalb des Labors müssen Heizelemente und Ofenpatrone nicht aus dem Analysator ausgebaut werden.

- Um gesundheitliche Schäden zu vermeiden, ist beim Umsetzen (Heben und Tragen) des Analysators im Labor Folgendes zu beachten:
  - Zum Transport des Analysators sind aus Sicherheitsgründen 2 Personen erforderlich, die sich an beiden Geräteseiten positionieren.
  - Da der Analysator keine Tragegriffe aufweist, fassen Sie das Gerät fest mit beiden Händen an der Unterseite und achten Sie vor dem gleichzeitigen Anheben darauf, dass die empfindlichen Teile der Vorderseite durch die geschlossenen Türen geschützt sind.
- Beachten Sie die Richtwerte und die Einhaltung der gesetzlich vorgeschriebenen Grenzwerte für das Heben und Tragen der Lasten ohne Hilfsmittel!
- Beachten Sie für das Aufstellen am neuen Standort die Hinweise im Abschnitt "Standortanforderungen" S. 49.

## 9.2 Lagerung



---

### BEACHTEN

Umwelteinflüsse und Kondenswasserbildung können zur Zerstörung einzelner Komponenten des Analysators führen!

Eine Lagerung des Analysators ist nur in klimatisierten Räumen zulässig. Die Atmosphäre sollte staubarm und frei von ätzenden Dämpfen sein.

---

Werden der Analysator und die Ergänzungsgeräte nicht sofort nach Lieferung aufgestellt oder werden sie für eine längere Zeit nicht benötigt, sind diese zweckmäßigerweise in der Originalverpackung zu lagern. In die Verpackung bzw. in das Gerät ist ein geeignetes Trockenmittel einzubringen, um Schäden durch Feuchtigkeit zu vermeiden.

An die klimatischen Verhältnisse im Lagerraum werden folgende Forderungen gestellt:

- Temperaturbereich: +5 °C bis +55 °C
- max. Luftfeuchte: 10 % bis 30 %
- Luftdruck: 70 kPa bis 106 kPa

## 10 Entsorgung

Schwefelsäure	Das verbrauchte Trockenmittel der Cl-Bestimmung wird zunächst vorsichtig mit Wasser verdünnt und anschließend mit Natronlauge neutralisiert. Die entsprechenden Gefahrenhinweise und Sicherheitsratschläge sind zu beachten! Diese neutralisierten Abfälle müssen gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung zugeführt werden.
Magnesiumperchlorat	Das verbrauchte Trockenmittel der C- und S-Bestimmung wird durch Eintragen in eine Natriumthiosulfatlösung – ggf. unter Ansäuern – in weniger gefährliche Reduktionsprodukte überführt. Diese gegebenenfalls neutralisierten Abfälle müssen gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung zugeführt werden.
Elektrolytlösung	Die Elektrolytlösung wird vorsichtig neutralisiert und als Silbersalzrückstände in Gefäßen gesammelt. Diese sollten gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung bzw. Wiederverwendung zugeführt werden.
Adsorptionsmittel	Die zur Adsorption von Essigsäuredämpfen eingesetzte Aktivkohle sollte entsprechend der öffentlichen Vorschriften entsorgt werden.
Halogenidfalle	Die Halogenidfalle enthält Kupfer. Nehmen Sie mit der zuständigen Stelle (Behörde oder Abfallunternehmen) Kontakt auf. Dort erhalten Sie Informationen über Verwertung oder Beseitigung.
Analysator	Der multi EA 4000 mit seinen elektronischen Komponenten ist nach Ablauf der Lebensdauer nach den geltenden gesetzlichen Bestimmungen als Elektronikschrott zu entsorgen.



	Maximale Leistungsaufnahme	Ofenmodul HTS1500	2400 VA
		C/S-Modul	60 VA
		Cl-Modul	60 VA
		Probengeber FPG 48	30 VA
		Auto. TIC-Feststoffmodul	20 VA
		Man. TIC-Feststoffmodul	415 VA
		Gesamtsystem	ca. 3000 VA
	Schnittstelle zum PC	USB	
	<b>Umgebungsbedingungen</b>		
	Temperatur bei Lagerung	5 – 55 °C	
	Temperatur im Betrieb	10 – 35 °C	
	Luftfeuchte im Betrieb	max. 90 % bei +30 °C	
	Luftfeuchte bei Lagerung	10 – 30 % (Trockenmittel verwenden)	
	Luftdruck	70 – 106 kPa	
Mindestausstattung Steuer- und Auswerteeinheit	Betriebssystem:	Windows 7 Professional oder höher	
	Prozessor:	Intel Core I3 oder höher	
	Arbeitsspeicher:	4 GB	
	Freier Speicher auf Festplatte:	40 GB	
	Laufwerk:	CD-ROM Laufwerk (für Installation)	
	Bildschirmauflösung:	1024 x 768	
	Schnittstellen	USB 2.0	
Technische Daten Cl-Modul	Messbereich (* mit Messgassplitting)	1 – 100 µg / 10 µg – 20 mg* absolut Gesamtchlor	
	Ofentemperatur	bis 1000 °C	
	Aufheizzeit	bis 30 min	
	Analysenzeit	bis 10 min – abhängig von Verbrennungszeit und Konzentration	
	Probeneinwaage (abhängig von Konsistenz und Matrix)	bis 3000 mg	

## 11.2 Normen und Richtlinien

Schutzklasse und Schutzart	<p>Der Analysator hat die Schutzklasse I.</p> <p>Das Gehäuse hat die Schutzart IP 20.</p>
Gerätesicherheit	<p>Der Analysator erfüllt die Sicherheitsnormen</p> <ul style="list-style-type: none"><li>▪ EN 61010-1</li><li>▪ EN 61010-2-081</li><li>▪ EN 61010-2-010</li><li>▪ EN 61010-2-051 (für Betrieb mit Manuellem TIC-Feststoffmodul)</li></ul>
EMV-Verträglichkeit	<p>Der Analysator ist auf Störaussendung und Störfestigkeit geprüft.</p> <p>Er erfüllt die Anforderung an Störaussendung nach</p> <ul style="list-style-type: none"><li>▪ EN 61326-1 (EN 55011 Gruppe 1, Klasse B)</li></ul> <p>Er erfüllt die Anforderungen an Störfestigkeit nach</p> <ul style="list-style-type: none"><li>▪ EN 61326-1 (Anforderungen für Gebrauch in grundlegender EMV-Umgebung)</li></ul>
Umweltverträglichkeit	<p>Der Analysator ist auf Umweltverträglichkeit geprüft und erfüllt die Anforderungen nach</p> <ul style="list-style-type: none"><li>▪ ISO 9022-3</li><li>▪ ISO 9022-2</li></ul>
EU-Richtlinien	<p>Der Analysator erfüllt die Anforderungen nach Richtlinie 2011/65/EU (RoHS II).</p> <p>Der Analysator wird nach Normen gebaut und geprüft, die die Anforderungen der EU-Richtlinien 2014/35/EU sowie 2014/30/EU einhalten. Das Gerät verlässt das Werk in sicherheitstechnisch einwandfreiem Zustand. Um diesen Zustand zu erhalten und einen gefahrlosen Betrieb sicherzustellen, muss der Anwender die Sicherheitshinweise und Arbeitshinweise beachten, die in dieser Betriebsanleitung enthalten sind. Für mitgeliefertes Zubehör und Systemkomponenten anderer Hersteller sind deren Bedienungsanleitungen maßgebend.</p>
Richtlinien für China	<p>Das Gerät enthält reglementierte Substanzen (nach Richtlinie "Management Methods for the Restriction of the Use of Hazardous Substances in Electrical and Electronic Products"). Die Analytik Jena garantiert, dass diese Stoffe bei bestimmungsgemäßer Verwendung in den nächsten 25 Jahren nicht austreten und damit innerhalb dieser Periode keine Gefahr für Umwelt und Gesundheit darstellen.</p>