

Notice d'utilisation

multi EA 4000

Analyseur élémentaire

Analyse de solides C, S et Cl



Producteur Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Str.1
07745 Jena · Allemagne
Téléphone + 49 3641 77 70
Fax + 49 3641 77 9279
Email info@analytik-jena.com

Service Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Str. 1
07745 Jena · Allemagne
Téléphone + 49 3641 77 7407
Email service@analytik-jena.com



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

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

Edition C (07/2023)

Conception de la
documentation technique Analytik Jena GmbH+Co. KG

Table des matières

1	Informations de base.....	7
1.1	Remarques sur les instructions d'utilisation.....	7
1.2	Utilisation conforme à l'usage prévu	8
1.3	Garantie et responsabilité.....	9
2	Consignes de sécurité	10
2.1	Marquage de sécurité sur l'analyseur	10
2.2	État technique.....	11
2.3	Exigences posées au personnel d'exploitation.....	11
2.4	Consignes de sécurité pour le transport et la mise en service	12
2.5	Consignes de sécurité pour l'exploitation.....	13
2.5.1	Généralités	13
2.5.2	Consignes de sécurité relatives à la protection antidéflagrante et anti-feu	13
2.5.3	Consignes de sécurité relatives à l'électricité	14
2.5.4	Consignes de sécurité relatives aux installations de gaz sous pression	14
2.5.5	Manipulation des matières auxiliaires et consommables.....	15
2.5.6	Consignes de sécurité relatives à la maintenance et aux réparations.....	16
2.6	Marche à suivre en cas d'urgence	17
3	Fonctionnement et structure	18
3.1	Vue d'ensemble générale	18
3.2	Appareil de base	18
3.2.1	Système de combustion	19
3.2.2	Tuyauterie	19
3.2.3	Composants pour le séchage et le nettoyage du gaz de mesure	20
3.2.4	Éléments d'affichage et de commande, raccords.....	22
3.3	Module C/S	25
3.4	Module CI	26
3.4.1	Module du coulomètre et cellule de mesure.....	27
3.4.2	Tube de combustion et séchage du gaz de mesure	29
3.4.3	Nettoyage du gaz de mesure	30
3.4.4	Raccords	30
3.5	Module pour solides TIC automatique	32
3.5.1	Caractéristiques techniques	33
3.5.2	Structure.....	33
3.6	Module pour solides TIC manuel	37
3.6.1	Caractéristiques techniques	37
3.6.2	Structure du module pour solides TIC manuel	38
3.7	Autres accessoires optionnels.....	41
3.7.1	Passeur d'échantillons	41
3.7.2	Détecteur de flamme.....	41
3.7.3	Balance.....	41
4	Procédés de mesure	42
4.1	Analyse TC/TS.....	42
4.2	Analyse TIC.....	42
4.3	Analyse TOC.....	43
4.3.1	Méthode différentielle pour l'analyse TOC.....	43
4.3.2	Méthode directe pour l'analyse TOC.....	44
4.4	Détermination du carbone après pyrolyse : TC-EC (en option)	44
4.5	Évaluation des données en mode C/S	45
4.5.1	Procédé d'étalonnage	45
4.5.2	Facteur journalier	45
4.5.3	Caractéristiques du procédé.....	46
4.5.4	Autres calculs	46
4.6	Détermination CI.....	47
4.7	Analyse des données en mode CI	47

4.7.1	Routine du point final.....	47
4.7.2	Mesure avec dissociation / facteur de dissociation	47
4.7.3	Exploitation.....	48
5	Mise en service	49
5.1	Exigences adressées à l'emplacement	49
5.1.1	Conditions d'installation	49
5.1.2	Encombrement.....	49
5.1.3	Alimentation en énergie.....	49
5.1.4	Alimentation en gaz	50
5.2	Déballage et mise en place de l'analyseur	50
5.3	Mise en place de l'analyseur avec différents modules de détection	51
5.3.1	Mise en place du multi EA 4000 C/S	51
5.3.2	Installation du multi EA 4000 CI.....	53
5.3.3	Installation du multi EA 4000 C/S CI	55
5.3.4	Installation du module pour solides TIC automatique.....	58
5.3.5	Mise en place du module pour solides TIC manuel	61
5.4	Raccordement et utilisation du passeur d'échantillons	64
5.4.1	Mise en place et ajustage du passeur d'échantillons FPG 48.....	64
5.4.2	Installation du capteur de nacelle.....	68
5.4.3	Équipement ultérieur du passeur d'échantillons FPG 48 avec le plateau de nacelles	68
5.4.4	Interruption de la mesure pendant l'utilisation du passeur d'échantillons FPG 48	70
5.4.5	Utilisation de l'avance manuelle d'échantillons	70
5.5	Raccordement et utilisation d'une balance externe.....	71
6	Utilisation	72
6.1	Mise en marche/phase de démarrage/configuration	72
6.2	Mesure C/S.....	73
6.2.1	Préparation du multi EA 4000 et du module C/S.....	73
6.2.2	Exécution d'une mesure C/S.....	77
6.3	Détermination du carbone après pyrolyse	79
6.3.1	Préparation du multi EA 4000 et du module C/S.....	79
6.3.2	Exécution de la détermination du carbone après pyrolyse	80
6.4	Détermination CI.....	82
6.4.1	Préparatifs du multi EA 4000 pour les mesures CI	82
6.4.2	Réalisation de la solution électrolytique	88
6.4.3	Mise à disposition de la cellule de mesure.....	89
6.4.4	Routine du point final.....	90
6.4.5	Exécution de la mesure CI	91
6.4.6	Contrôle du rapport de dissociation.....	94
6.4.7	Flambage des nacelles en quartz.....	95
6.5	Détermination TIC/TOC avec le module pour solides TIC automatique	95
6.5.1	Préparatifs du module pour solides TIC automatique pour l'analyse	95
6.5.2	Réactifs nécessaires.....	99
6.5.3	Détermination TIC	99
6.5.4	Détermination TOC selon la méthode différentielle.....	101
6.5.5	Mesure TOC avec détermination directe	104
6.6	Détermination TIC avec le module pour solides TIC manuel.....	106
6.6.1	Préparation du module pour solides TIC manuel et de l'analyseur.....	106
6.6.2	Exécution de la mesure TIC.....	107
7	Maintenance et entretien	110
7.1	Appareil de base multi EA 4000	110
7.1.1	Nettoyage et entretien de l'appareil.....	110
7.1.2	Contrôle des raccords de tuyaux	110
7.2	Fonctionnement avec le module C/S.....	111
7.2.1	Contrôle et remplacement du tube en céramique	111
7.2.2	Nettoyage du piège à poussière.....	113
7.2.3	Remplacement de l'agent desséchant dans le tube de séchage	115
7.2.4	Remplacement du piège à haloïdes.....	116

7.3	Fonctionnement avec le module CI	117
7.3.1	Remplacement de l'acide sulfurique/nettoyage du réservoir d'acide sulfurique	118
7.3.2	Entretien/remplacement du tube de combustion en verre de quartz.....	118
7.3.3	Entretien de l'électrode bifonctionnelle	120
7.3.4	Entretien des cellules de mesure	122
7.3.5	Remplacement de l'adsorbant	122
7.4	Fonctionnement avec le module pour solides TIC automatique.....	123
7.4.1	Nettoyage du réacteur TIC du module pour solides TIC automatique.....	124
7.4.2	Nettoyage du serpentin de condensation	125
7.4.3	Démontage et remplacement du tuyau de pompe.....	126
7.4.4	Nettoyage du réservoir de condensat.....	129
7.5	Module pour solides TIC manuel	129
7.5.1	Nettoyage du réacteur TIC du module pour solides TIC manuel	130
7.6	Remplacer les pièges à eau	130
8	Élimination de pannes.....	131
8.1	Remarques générales	131
8.2	Messages d'erreur dans multiWin	131
8.3	Affichage dans la fenêtre ÉTAT DE L'APPAREIL	137
8.4	Erreurs de l'appareil.....	139
8.4.1	Appareil de base	139
8.4.2	Module C/S	140
8.4.3	Module CI	141
8.5	Erreurs dans la communication d'appareils	142
8.6	Problèmes analytiques	143
8.6.1	Détermination C/S.....	143
8.6.2	Détermination CI.....	144
8.6.3	Détermination TIC (module pour solides TIC automatique)	145
8.6.4	Détermination TIC (module pour solides TIC manuel)	145
8.6.5	Mesures en mode pyrolyse (EC)	146
9	Transport et stockage.....	147
9.1	Transport.....	147
9.1.1	Préparation de l'analyseur pour le stockage	147
9.1.2	Démontage des éléments de chauffage et de la cartouche du four	149
9.1.3	Consignes de transport.....	151
9.1.4	Déplacement de l'analyseur dans le laboratoire	151
9.2	Stockage	152
10	Mise au rebut.....	153
11	Spécification	154
11.1	Caractéristiques techniques	154
11.2	Normes et directives.....	156

Figures

Figure 1	Écluse à gaz et four horizontal de l'appareil de base multi EA 4000	19
Figure 2	Régulateur de débit sur l'appareil de base multi EA 4000	20
Figure 3	Piège à poussière sur le four de combustion	21
Figure 4	Filtre à poussière	21
Figure 5	Tube de séchage et piège à haloïdes.....	22
Figure 6	Lampe d'état sur l'appareil de base multi EA 4000.....	22
Figure 7	Éléments de commande derrière les portes avant du multi EA 4000	23
Figure 8	Raccords sur le côté droit du multi EA 4000	23
Figure 9	Raccords sur le côté gauche du multi EA 4000	24
Figure 10	Raccords à l'arrière du multi EA 4000	24
Figure 11	Voyants et raccords sur le module C/S.....	26
Figure 12	Module CI	27
Figure 13	Structure de la cellule de mesure.....	28
Figure 14	Électrode bifonctionnelle pour cellule de mesure	28
Figure 15	Tube de combustion en quartz avec écluse à gaz.....	29
Figure 16	Réservoirs d'acide sulfurique pour le séchage du gaz de mesure	29
Figure 17	Piège à haloïdes et tube d'adsorption dans le module CI.....	30
Figure 18	Raccords du module CI en combinaison avec un module C/S.....	31
Figure 19	Raccords pour la cellule de mesure coulométrique dans le module CI ..	31
Figure 20	Module pour solides TIC automatique	32
Figure 21	Réacteur TIC.....	33
Figure 22	Pompes tubulaires sur le module pour solides TIC automatique	34
Figure 23	Séchage et nettoyage du gaz de mesure.....	35
Figure 24	Filtre à poussière en amont de la vanne de commutation	35
Figure 25	Raccords sur le module pour solides TIC automatique	36
Figure 26	Module pour solides TIC manuel	37
Figure 27	Réacteur TIC du module pour solides TIC manuel	38
Figure 28	Régulateur de débit pour le courant d'oxygène.....	38
Figure 29	Pompe de dosage pour acide sur le module pour solides TIC manuel...	39
Figure 30	Séchage et nettoyage du gaz de mesure.....	40
Figure 31	Raccords sur le module pour solides TIC manuel	40
Figure 32	multi EA 4000 C/S.....	52
Figure 33	multi EA 4000 C/S.....	54
Figure 34	multi EA C/S CI pour mesures C/S	56
Figure 35	multi EA 4000 C/S CI pour mesures CI.....	57
Figure 36	Module pour solides TIC automatique	59
Figure 37	multi EA 4000 C/S avec module pour solides TIC automatique.....	60
Figure 38	multi EA 4000 C/S avec module pour solides TIC man.....	62
Figure 39	multi EA 4000 C/S CI avec module pour solides TIC man.....	63
Figure 40	Kit de transformation du FPG 48	69
Figure 41	Écluse à gaz pour mesures C/S	74
Figure 42	Tube en céramique avec piège à poussière et écluse à gaz.....	74
Figure 43	Vérification du piège à haloïdes et du tube de séchage.....	77
Figure 44	Tube de combustion en quartz avec écluse à gaz.....	83
Figure 45	Raccord pour les mesures CI	83
Figure 46	Composants pour connecter le réacteur TIC et le tube en céramique....	96
Figure 47	Raccord de tuyau sur le piège à haloïdes	110
Figure 48	Filtre à poussière	114
Figure 49	Montage des tuyaux de pompe	127
Figure 50	Fenêtre STATUS ANALYZER.....	137

1 Informations de base

1.1 Remarques sur les instructions d'utilisation

L'analyseur multi EA 4000 est conçu pour être utilisé par un personnel qualifié dans le respect des présentes instructions d'utilisation.

Ce mode d'emploi contient des informations relatives à la construction et au fonctionnement de l'analyseur et donne au personnel d'exploitation familiarisé avec l'analyse élémentaire les connaissances indispensables à une manipulation sûre de l'appareil et de ses composants. Il indique également des consignes de maintenance et d'entretien de l'appareil ainsi que sur les causes possibles d'éventuels dysfonctionnements et la manière d'y remédier.

Conventions

Les **instructions** prévoyant un déroulement chronologique sont numérotées et regroupées en unités d'opérations.

Les **avertissements** sont marqués d'un triangle de signalisation et d'un mot-clé. Le type et la source ainsi que les conséquences du danger sont mentionnés et des instructions visant à éviter le danger sont données.

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

- Les termes de programme sont signalés par des lettres majuscules (p. ex. menu FILE).
- Les boutons sont représentés par des crochets (p. ex. [OK]).
- Les options de menu sont séparées par des flèches (p. ex. FILE ► OPEN).

Symboles et mots-clés

Les symboles et mots-clés suivants sont utilisés dans les instructions d'utilisation pour indiquer des dangers ou des consignes. Les avertissements précèdent respectivement une opération.



AVERTISSEMENT

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



ATTENTION

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



NOTE

Donne des informations sur de potentiels dommages matériels ou causés à l'environnement.

1.2 Utilisation conforme à l'usage prévu

L'analyseur élémentaire multi EA 4000 permet de déterminer la teneur totale en carbone et/ou en soufre ou la teneur totale en chlore dans des échantillons solides ou pâteux. Il peut aussi être utilisé pour la détermination AOX en fonction de la préparation correspondante des échantillons.

Le système est configuré et étendu en fonction des exigences analytiques spécifiques.

L'analyseur multi EA 4000 permet des utilisations très variées grâce à sa structure modulaire robuste, sa manipulation simple et son extensibilité.

Industrie du déchet

Le multi EA 4000 peut être utilisé en particulier pour la détermination TIC/TOC dans les déchets mais également pour la détermination du chlore total dans les combustibles de remplacement.

Surveillance environnementale

Le multi EA 4000 permet la détermination simultanée du carbone et du soufre dans les analyses des sols et des sédiments.

Centrale électrique

Un domaine d'application important pour le multi EA 4000 est aussi bien la détermination du soufre dans les charbons ou les résidus de cendres que la détection du carbone résiduel dans les cendres des installations de combustion. La détermination du chlore dans les combustibles de remplacement est ici également importante.

Contrôle des matériaux

Le multi EA 4000 permet de déterminer rapidement le soufre et/ou le carbone dans les matériaux de construction tels que le ciment ou le plâtre, les matériaux céramiques ou les échantillons de verre.

Recherche et formation

Grâce à ses nombreuses possibilités de configuration spécifiques, le multi EA 4000 est adapté à une utilisation dans la formation et la recherche.

L'analyseur multi EA 4000 peut uniquement être utilisé pour les procédés décrits dans les présentes instructions d'utilisation et servant à déterminer la teneur totale en carbone et/ou en soufre ou la teneur totale en chlore dans les échantillons solides, pâteux ou liquides. Toute autre utilisation est considérée comme étant non conforme ! L'exploitant est seul responsable des dommages qui pourraient en résulter.

En particulier, ne pas utiliser l'analyseur pour analyser des liquides ou substances inflammables susceptibles de former des mélanges inflammables. Ne pas analyser des acides concentrés avec l'analyseur.

L'appareil doit uniquement être utilisé avec de l'oxygène 2.5 et de l'argon 4.6 ou plus.

La sécurité d'exploitation de l'analyseur multi EA 4000 est garantie uniquement s'il est utilisé de manière conforme à l'usage prévu selon les instructions mentionnées dans le présent mode d'emploi. L'utilisation conforme signifie également le respect des conditions d'installation fixées par la société Analytik Jena et disponibles auprès du service clientèle à l'adresse indiquée sur la page de couverture.

1.3 Garantie et responsabilité

La durée de la garantie et la responsabilité sont conformes aux dispositions légales ainsi qu'aux dispositions des conditions générales de vente de la société Analytik Jena.

En cas de sinistre, une utilisation s'écartant de l'usage prévu décrit dans le présent mode d'emploi a pour conséquences des restrictions en termes de garantie et de responsabilité. Les dommages affectant des pièces d'usure ainsi que le bris de verre ne sont pas couverts par la garantie.

Tout droit à la garantie ou recours en responsabilité est exclu en cas de dommages corporels et matériels si ceux-ci sont imputables à une ou plusieurs des causes suivantes :

- Utilisation non conforme à l'usage prévu de l'analyseur multi EA 4000
- Mise en service, utilisation et maintenance non conformes de l'analyseur
- Modifications sur l'appareil sans accord préalable de la société Analytik Jena
- Utilisation de l'appareil avec des dispositifs de sécurité défectueux ou des dispositifs de sécurité et de protection installés d'une manière non conforme
- Surveillance insuffisante des pièces de l'appareil soumises à l'usure
- Utilisation de pièces de rechange ou d'usure ou de consommables non d'origine
- Réparations incorrectes
- Erreurs dues au non-respect des présentes instructions d'utilisation

2 Consignes de sécurité

Pour votre propre sécurité, veuillez lire le présent chapitre avant la mise en service afin d'assurer le fonctionnement sûr et optimal de l'analyseur multi EA 4000.

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

2.1 Marquage de sécurité sur l'analyseur

Sur l'analyseur et ses accessoires Figure nt des symboles d'avertissements et d'alerte dont la signification doit absolument être observée.

Si ces symboles sont endommagés ou manquants, il y a risque d'erreurs entraînant des blessures ou des dommages matériels ! Ne pas retirer les symboles de sécurité ! Remplacer immédiatement les symboles de sécurité endommagés !

Sur l'analyseur et ses accessoires Figure nt les symboles de sécurité suivants :

Symboles	Signification
	Avertissement, surface chaude
	Avertissement, tension électrique dangereuse
	Avertissement, risque de blessure des mains par écrasement
	Avertissement, substances nocives
	Avertissement, matières irritantes
	Débrancher la fiche secteur avant d'ouvrir l'appareil.
	Observer les instructions d'utilisation.
	L'appareil contient des substances réglementées. En cas d'utilisation conforme à l'usage prévu, la société Analytik Jena garantit que ces matières ne vont pas s'échapper dans les 25 prochaines années et que pendant cette période, elles ne constituent pas un risque pour l'environnement et la santé.

2.2 État technique

La structure et la construction de l'analyseur sont conformes aux réglementations techniques en vigueur. Toute transformation ou modification est fondamentalement interdite, en particulier si elle a une incidence sur la sécurité du personnel ou l'environnement.

- Toute manipulation des dispositifs de sécurité est interdite ! Toute manipulation des dispositifs de sécurité est considérée en cas d'accident comme relevant d'une intention délictueuse !
- L'exploitant est tenu de n'utiliser l'analyseur que s'il est dans un état parfait et sûr. L'état technique de l'analyseur doit à tout moment satisfaire aux exigences et consignes en vigueur.
- L'analyseur doit avant chaque utilisation être examiné à la recherche de dommages ou d'état incorrect.
- Toute modification constatée sur l'analyseur risquant d'avoir une incidence sur la sécurité doit être immédiatement communiquée à l'exploitant par le personnel d'exploitation.
- Les composants de l'appareil doivent exclusivement être connectés aux conduites d'alimentation prévues et conçues à cet effet.
- Tous les dispositifs de sécurité et de verrouillage doivent être aisément accessibles et leur bon fonctionnement contrôlé régulièrement.

2.3 Exigences posées au personnel d'exploitation

L'analyseur multi EA 4000 doit être utilisé uniquement par un personnel qualifié et formé à sa manipulation. Cette formation doit également comprendre la transmission des contenus de ces instructions d'utilisation et des instructions d'utilisation des autres composants du système ou appareils complémentaires.

L'analyseur peut être source de danger s'il est utilisé par un personnel non formé, de manière incorrecte ou de manière non conforme.

C'est pourquoi toute personne en charge de l'utilisation de l'analyseur doit avoir lu et compris les présentes instructions d'utilisation et, le cas échéant, celles des appareils complémentaires avant d'effectuer les travaux correspondants. Cela vaut également si la personne concernée a déjà travaillé ou a déjà été formée avec un analyseur de ce type.

Il est recommandé à l'exploitant de faire attester le personnel d'exploitation par écrit de la prise de connaissance du contenu du mode d'emploi. L'exploitant de l'analyseur ou le personnel spécialisé qu'il a autorisé sont responsables en dernière instance du fonctionnement sûr de l'analyseur.

Outre les consignes relatives à la sécurité du travail dans ces instructions d'utilisation, respecter les consignes générales de sécurité et de prévention des accidents du pays d'utilisation. L'exploitant doit s'informer de l'état actuel de la réglementation.

Les instructions d'utilisation doivent être à tout instant accessibles au personnel d'utilisation et de maintenance !

Observer les points suivants :

- L'analyseur doit être mis en service, utilisé et maintenu uniquement par un personnel formé, y compris relativement à la sécurité.
- L'utilisation ou la maintenance de l'analyseur par des mineurs ou des personnes sous l'influence de l'alcool, de drogue ou de médicaments n'est pas autorisée.
- S'assurer que seul le personnel autorisé utilise l'analyseur.
- Le personnel d'exploitation doit connaître les risques liés aux liquides de mesure. Des protections corporelles adéquates doivent être utilisées.
- Prendre les mesures appropriées de nettoyage et de protection de la peau avant les pauses et à la fin du travail.
- Il est interdit de manger, boire, fumer ou de manipuler des flammes nues sur le lieu d'installation de l'analyseur !

2.4 Consignes de sécurité pour le transport et la mise en service

La mise en place de l'analyseur doit fondamentalement être effectuée par le service clientèle de la société Analytik Jena ou par un personnel qualifié autorisé et formé par elle. Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation de son propre chef. Une installation incorrecte peut entraîner des dangers considérables.

Observer les points suivants :

- Risque de blessure si des pièces ne sont pas fixées correctement ! Attacher les composants de l'appareil conformément aux instructions d'utilisation lors du transport.
- Transporter l'analyseur uniquement dans son emballage d'origine ! Veiller à ce que toutes les fixations de transport soient en place et que l'analyseur soit complètement vidé.
- Afin d'éviter toute blessure, observer les points suivants lors du déplacement (levage et port) de l'analyseur dans le laboratoire :
 - Pour des raisons de sécurité, 2 personnes sont nécessaires de part et d'autre de l'appareil pour le transport de l'analyseur.
 - Comme l'analyseur n'a pas de poignée, le saisir fermement des deux mains par le dessous et s'assurer avant de le soulever que les pièces sensibles à l'avant sont bien protégées par les portes fermées.
 - Respecter les valeurs indicatives et les valeurs légales relatives au levage et au port de charges sans moyen auxiliaire.
- Pour tout transport allant au-delà d'un déplacement à l'intérieur du bâtiment, les éléments de chauffage et la cartouche du four doivent être démontés de l'appareil de base. Le remontage de ces pièces et la remise en service de l'appareil doivent être effectués par le service clientèle de la société Analytik Jena ou par un personnel qualifié autorisé et formé par elle.
- Risque pour la santé en cas de mauvaise décontamination ! Avant de retourner l'appareil à Analytik Jena, effectuer une décontamination et la documenter. Le protocole de décontamination est disponible auprès du service clientèle lors de la déclaration du retour. La société Analytik Jena est tenue de refuser les appareils contaminés. L'expéditeur peut être tenu responsable des dommages causés par une décontamination insuffisante de l'appareil.

2.5 Consignes de sécurité pour l'exploitation

2.5.1 Généralités

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

Observer les points suivants :

- L'analyseur ne doit être utilisé que si tous les dispositifs de sécurité (par ex. capots, bacs collecteurs de produits chimiques et portes) sont présents, correctement installés et parfaitement fonctionnels.
- Contrôler régulièrement le bon état des dispositifs de protection et de sécurité. Remédier immédiatement à tout défaut.
- Les dispositifs de protection et de sécurité ne doivent jamais être retirés, modifiés ni mis hors service pendant l'exploitation.
- Pendant l'exploitation, toujours assurer une bonne accessibilité à l'interrupteur principal sur la paroi arrière du boîtier.
- Les dispositifs d'aération présents sur le multi EA 4000 et ses modules d'extension doivent être en état de marche. Les grilles et les fentes de ventilation recouvertes, etc. peuvent entraver le bon fonctionnement de l'appareil ou l'endommager.
- L'analyseur ne doit pas être chauffé sans le tube de combustion.
- Le four fonctionne à des températures allant jusqu'à 1500 °C. Ne pas toucher les pièces chaudes (four, écluse à gaz, piège à poussière, nacelles) pendant ou immédiatement après l'utilisation de l'analyseur.
En cas de fonctionnement manuel, les nacelles chaudes doivent être déposées sur le plateau de l'avance manuelle ou sur un autre support résistant à la chaleur.
- Ne pas interrompre l'alimentation en courant pendant le processus de refroidissement automatique. En cas de panne de courant prolongée pendant le fonctionnement, débrancher la fiche secteur et ouvrir la paroi latérale droite de l'appareil de base afin d'éviter tout dommage lié à une surchauffe. Risque de blessure par des pièces à arêtes vives lors du retrait de la paroi latérale. Ne pas toucher les éléments de chauffage ou le four chaud !
- Maintenir les substances inflammables à distance de l'analyseur.
- Risque d'écrasement avec le passeur d'échantillons ! Le bras du passeur d'échantillons, le grappin et le carrousel de nacelles se déplacent pendant la mise en marche, l'initialisation, l'ajustage et en mode de mesure. Respecter une distance suffisante pour éviter tout écrasement des mains.

2.5.2 Consignes de sécurité relatives à la protection antidéflagrante et anti-feu

Il est interdit d'utiliser l'analyseur dans un environnement à fort risque d'explosion. Il est interdit de manger, boire, fumer ou de manipuler des flammes nues sur le lieu d'installation de l'analyseur !

Le personnel d'exploitation doit connaître l'emplacement des équipements d'extinction dans le local d'exploitation de l'appareil.

2.5.3 Consignes de sécurité relatives à l'électricité

Les travaux sur les composants électriques de l'analyseur doivent être effectués uniquement par un électricien conformément aux règlements électrotechniques en vigueur. L'intérieur de l'analyseur est soumis à des tensions électriques et des intensités élevées mortelles !

Observer les points suivants :

- Toujours connecter ou déconnecter les modules d'extension ou composants du système à l'analyseur quand celui-ci est hors tension.
- Avant d'ouvrir l'analyseur, le couper sur l'interrupteur principal et débrancher la fiche secteur de la prise de courant !
- Les travaux à l'intérieur de l'analyseur doivent être effectués uniquement par le service clientèle de la société Analytik Jena ou par un personnel qualifié spécialement autorisé. À l'exception du démontage des éléments de chauffage et la cartouche du four pour le transport. Le remontage et la remise en service de l'appareil sont toutefois réservés au service clientèle et au personnel qualifié autorisé.
- Les composants électriques doivent être régulièrement contrôlés par un électricien. Remédier immédiatement à tout défaut, comme des connexions desserrées, des câbles défectueux ou endommagés.
- En cas de défaut des composants électriques, arrêter immédiatement l'analyseur et les autres modules sur les interrupteurs principaux et débrancher les fiches secteur des prises.

2.5.4 Consignes de sécurité relatives aux installations de gaz sous pression

Les gaz porteurs (argon et/ou oxygène) proviennent de bonbonnes ou d'installations locales de gaz sous pression. Respecter la pureté exigée du gaz (→ voir section « Caractéristiques techniques », p. 154) !

Les travaux sur les bonbonnes et installations de gaz sous pression doivent être effectués uniquement par des personnes disposant des connaissances et d'une expérience spécifiques sur les installations de gaz sous pression.

Observer les points suivants :

- Les consignes de sécurité et les directives en vigueur sur le lieu d'exploitation de l'appareil pour l'utilisation de bonbonnes et d'installations de gaz sous pression doivent être respectées dans leur intégralité.
- Les bonbonnes de gaz sous pression doivent être utilisées et conservées uniquement en position verticale et sécurisées sur une structure fixe ou un support adapté aux bonbonnes de gaz sous pression. Déplacer les bonbonnes de gaz sous pression uniquement après les avoir sécurisées sur un chariot approprié.
- Les conduites sous pression et les détendeurs doivent être utilisés uniquement pour les gaz auxquels ils sont affectés.
- Les conduites de distribution, les tuyaux, les raccords à vis et les détendeurs pour oxygène ne doivent contenir aucune trace de graisse.

- L'oxygène est un puissant oxydant qui accélère considérablement la combustion. Manipuler les bonbonnes de gaz sous pression avec prudence car tout contact entre des matières inflammables et de l'oxygène à haute pression peut entraîner de graves explosions.
- Contrôler régulièrement toutes les conduites, tuyaux et raccords à vis à la recherche de fuites et de dommages visibles. Remédier immédiatement aux fuites et aux dommages.
- Toute fuite de gaz (sauf oxygène/air) peut entraîner une atmosphère pauvre en oxygène et donc un risque d'asphyxie. L'espace de stockage des bonbonnes de gaz sous pression et l'espace autour de l'appareil doivent être suffisamment ventilés afin d'empêcher toute formation d'une atmosphère pauvre en oxygène.
- Avant les travaux d'inspection, de maintenance et de réparations, fermer les valves et purger l'air de l'analyseur !
- Une fois la réparation et la maintenance effectuées sur les composants des bonbonnes ou installations de gaz sous pression, contrôler le bon fonctionnement de l'analyseur avant de le remettre en service !
- Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation soi-même !

2.5.5 Manipulation des matières auxiliaires et consommables

L'exploitant porte la responsabilité de sélectionner les substances utilisées lors du processus et de les manipuler avec précaution. Ceci concerne plus particulièrement les matériaux radioactifs, infectieux, toxiques, corrosifs, combustibles, explosibles ou qui sont dangereux pour une raison ou une autre.

Lors de la manipulation des substances dangereuses, respecter les consignes de sécurité et les réglementations locales en vigueur.

Les consignes générales suivantes ne remplacent pas les dispositions locales spécifiques ni les consignes données dans les fiches de données de sécurité du fabricant des matières auxiliaires et consommables.

Observer les points suivants :

- Pour toutes les matières auxiliaires ou consommables utilisées dans le cadre de l'exploitation ou de la maintenance de l'analyseur, respecter les dispositions et consignes correspondantes données dans les fiches de données de sécurité du fabricant relatives au stockage, à la manipulation, à l'utilisation et à la mise au rebut.
- Une attention particulière doit être accordée à la manipulation des acides concentrés (acide sulfurique et l'acide acétique, utilisés pour les analyses) et de l'agent desséchant (perchlorate de magnésium). Risque de forte irritation des voies respiratoires en cas de formation de vapeurs d'acide acétique lors de l'analyse du chlore. Lors de la fabrication de la solution électrolytique, des substances organiques nocives telles que le méthanol ou le thymol sont utilisées.
- D'une manière générale, les matières d'exploitation et auxiliaires ne doivent jamais être conservées dans des réservoirs ou récipients destinés à des produits alimentaires. Toujours utiliser des réservoirs agréés pour le matériau concerné. Les identifier en conséquence. Respecter les indications figurant sur les étiquettes !
- Éviter toute formation de poussière lors de travaux effectués avec de la laine de quartz ! Risque d'irritation des voies respiratoires dû à l'inhalation de poussière.

- Lors de la manipulation de réactifs, toujours porter des lunettes et des gants de protection. Toujours respecter les indications figurant sur les étiquettes.
- Les échantillons biologiques doivent être traités conformément aux dispositions locales sur la manipulation du matériel infectieux.
- Prudence lors de la manipulation de morceaux de verre en quartz et de verre. Risque de bris de verre et de blessure !
- Ne pas jeter les matières auxiliaires et d'exploitation ni leurs récipients avec les ordures domestiques ; ils ne doivent pas parvenir dans les égouts ni sous terre. Pour la mise au rebut de ces matières, observer précisément les consignes correspondantes.
- Toujours veiller à une bonne aération de la pièce.

2.5.6 Consignes de sécurité relatives à la maintenance et aux réparations

La maintenance de l'analyseur doit fondamentalement être effectuée par le service clientèle de la société Analytik Jena ou par un personnel qualifié autorisé et formé par elle.

Une maintenance effectuée de votre propre chef peut dérégler ou endommager l'analyseur. L'utilisateur peut donc en principe uniquement effectuer les actions mentionnées dans la section « Maintenance et entretien », p. 110.

- Effectuer fondamentalement tous les travaux de maintenance et de réparation sur l'analyseur quand celui-ci est désactivé.
- Avant les travaux de maintenance et de réparation, couper l'alimentation en énergie et en gaz et purger l'air de l'analyseur !
- Utiliser exclusivement des accessoires et pièces de rechange d'origine de la société Analytik Jena. Observer les consignes mentionnées dans la section « Maintenance et entretien ».
- Immédiatement après la fin des travaux de maintenance et de réparation, remonter correctement tous les dispositifs de sécurité et vérifier leur bon fonctionnement !
- Le nettoyage extérieur de l'analyseur doit être effectué uniquement à l'arrêt et avec un chiffon légèrement humide ne s'égouttant pas.
- Effectuer les travaux de maintenance et le remplacement des composants du système (démontage du tube de combustion, maintenance du piège à poussière) uniquement après une phase de refroidissement de l'analyseur suffisamment longue.

2.6 Marche à suivre en cas d'urgence

En cas de danger ou d'accident, arrêter immédiatement l'analyseur en actionnant l'interrupteur principal (multi EA et modules sur la paroi arrière du boîtier) et débrancher la fiche secteur de la prise !

Dans la mesure où la rapidité de réaction peut sauver des vies en cas de danger, les conditions suivantes doivent être garanties :

- Le personnel d'exploitation doit savoir où se trouvent les dispositifs de sécurité, les détecteurs de danger ainsi que les dispositifs de premiers secours et de sauvetage et être familiarisé avec leur utilisation.
- L'exploitant est responsable de la formation adéquate du personnel d'exploitation.
- Tous les dispositifs de premiers secours (pansements, flacons d'eau pour le rinçage des yeux) ainsi que les dispositifs anti-incendie (extincteurs) doivent être accessibles et à proximité. Tous les dispositifs doivent être en parfait état de fonctionnement et contrôlés régulièrement.

3 Fonctionnement et structure

3.1 Vue d'ensemble générale

L'analyseur multi EA 4000 est modulaire. L'appareil de base (unité de combustion avec module de four HTS1500) est combiné selon l'application concernée à un ou plusieurs modules de détection :

- appareil de base
- module de carbone et/ou de soufre (module C/S)
- module de chlore (module Cl)
- module pour solides TIC (automatique ou manuel)

Le passage de la détermination C/S à la détermination Cl est possible sans devoir modifier les raccords électriques. Le tube en céramique est remplacé par un tube de combustion en verre de quartz.

Le transfert d'échantillon dans le four de combustion s'effectue :

- automatiquement avec le passeur d'échantillons FPG 48
- manuellement avec une avance manuelle

Le système d'appareil peut être combiné à une balance avec interface avec l'ordinateur de commande, qui transmet automatiquement la quantité d'échantillons pour calculer les résultats de l'analyse.

L'électronique de commande se trouve, selon la configuration de base, dans un module de détection :

- dans le module C/S lorsqu'un module C/S est raccordé
- dans le module Cl lorsque l'analyseur n'est pas combiné à un module C/S

La commande de l'analyseur et l'évaluation des données mesurées sont assurées au moyen du logiciel d'évaluation et de commande multiWin installé sur un ordinateur externe.

3.2 Appareil de base

L'appareil de base du multi EA 4000 est constitué des composants principaux suivants :

- système de combustion
- tuyauterie
- composants de séchage et de nettoyage du gaz de mesure
- éléments d'affichage et de commande, raccords

3.2.1 Système de combustion

Le four de combustion est un four horizontal chauffé par résistance pour des températures d'attaque jusqu'à 1500 °C. Un tube de combustion sert de réacteur. L'alimentation en gaz porteur et en gaz de combustion s'effectue via une écluse à gaz ouverte à l'intérieur du tube de combustion. Le flux du gaz porteur et du gaz de combustion étant plus élevé que le débit d'aspiration du gaz de mesure, la surpression qui s'installe à l'entrée du tube de combustion empêche que du gaz de mesure ne puisse s'échapper ou que l'air ambiant ne puisse pénétrer dans le tube de combustion.

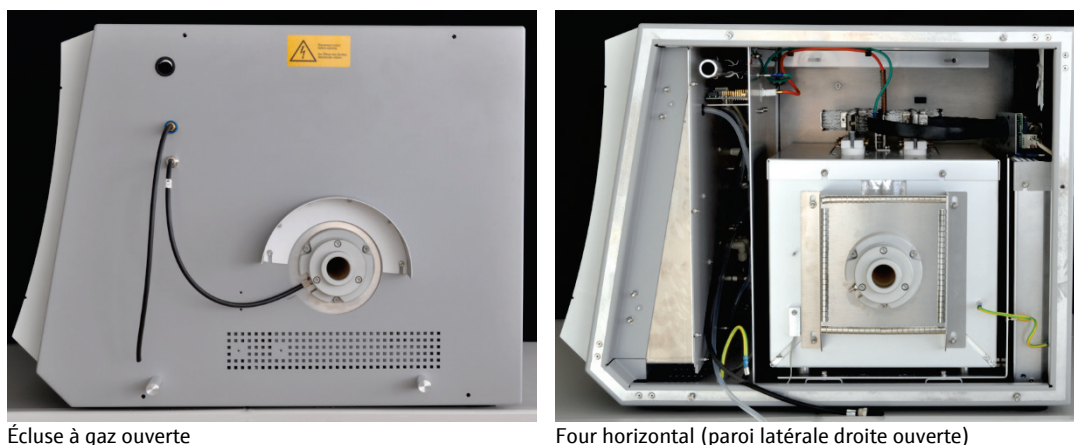


Figure 1 Écluse à gaz et four horizontal de l'appareil de base multi EA 4000

Le tube de combustion pour la détermination C/S consiste en une céramique à haute température particulière (HTC-High Temperature Ceramic). Celle-ci est particulièrement robuste, résistante à la corrosion et s'use peu. Grâce à la technologie HTC, les échantillons peuvent être attaqués sans catalyseur à des températures jusqu'à 1500 °C. Pour des matrices particulièrement difficiles, la température de combustion peut être augmentée jusqu'à 1800 °C avec des suppléments spéciaux (utilisation de l'effet exothermique).

Un tube de combustion en quartz est utilisé pour la détermination Cl. Il est particulièrement inerte vis-à-vis du HCl sur le plan chimique et empêche d'obtenir des résultats trop bas et des effets mémoires lors de l'analyse. La température maximale du four est de 1000 °C en cas d'utilisation du tube en quartz.

Le système de combustion est équipé d'un contrôleur de température qui surveille le chauffage du four, maintient la température à la valeur de consigne et empêche la surchauffe.

3.2.2 Tuyauterie

Tuyauterie

La liaison entre les différents composants de l'appareil de base et avec les modules d'analyse est réalisée par un système de tuyauterie. Les plans de la tuyauterie disponibles dans la section « Mise en place de l'analyseur avec différents modules de détection », p. 51 et suivantes présentent la structure de la tuyauterie dans les configurations correspondantes du module.

Régulation des débits de gaz

La régulation des débits de gaz porteur et de gaz de combustion s'effectue au moyen de régulateurs de débit réglables manuellement et placés à l'avant de l'appareil de base.

Une pompe d'aspiration intégrée garantit un débit stable du gaz de mesure à travers le détecteur. Le débit d'aspiration nécessaire est réglé avec la valve sur le régulateur de débit « pump ».

La pompe et les débits de gaz sont automatiquement activés lorsque le programme multiWin est démarré et que la température réelle du four de combustion diffère de moins de 50 K de la température de consigne. Lorsque la température réelle diffère de plus de 50 K de la température de consigne, la pompe et les débits de gaz sont coupés automatiquement.

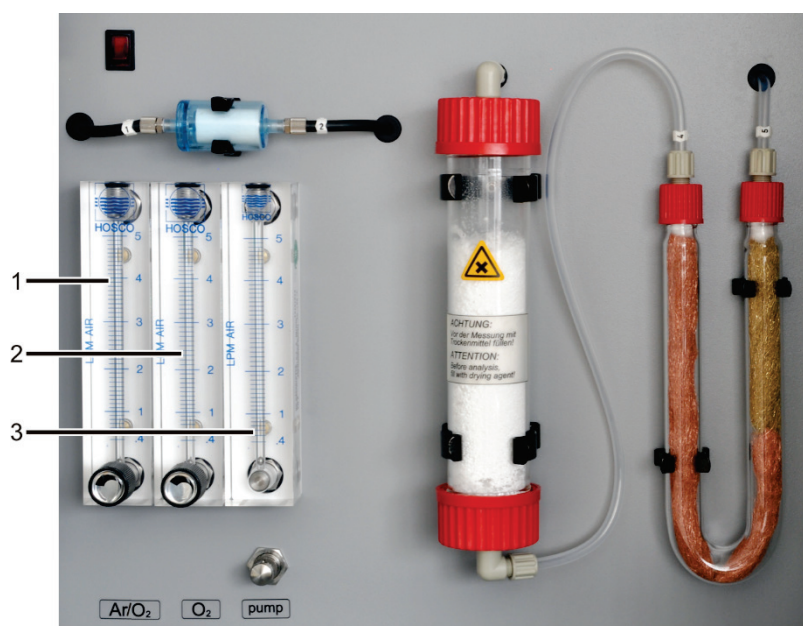


Figure 2 Régulateur de débit sur l'appareil de base multi EA 4000

- | | |
|--|---|
| 1 Régulateur de débit pour argon/oxygène « Ar/O ₂ » | 3 Régulateur de débit pour le débit d'aspiration « pump » |
| 2 Régulateur de débit pour oxygène « O ₂ » | |

3.2.3 Composants pour le séchage et le nettoyage du gaz de mesure

Piège à poussière pour les déterminations C/S

Le piège à poussière est monté directement sur le tube de combustion en céramique. Les poussières de combustion s'y sédimentent. Des particules plus importantes dans le flux de gaz heurtent par contre une plaque perpendiculaire au débit de gaz et tombent.

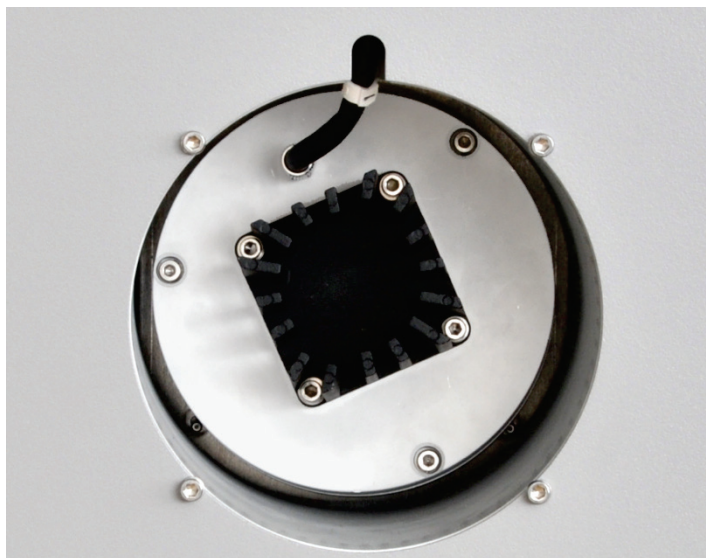


Figure 3 Piège à poussière sur le four de combustion

Le piège à poussière est facilement accessible sur le côté gauche de l'appareil, derrière la protection contre les contacts.

Filtre à poussière

Un filtre à poussière est monté dans la conduite de gaz directement après le piège à poussière. Il retient les particules de poussière que le piège à poussière n'a pas réussi à éliminer du gaz de mesure.

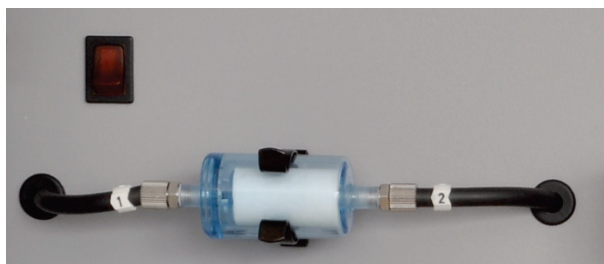


Figure 4 Filtre à poussière

Tube de séchage et
piège à haloïdes pour
les déterminations C/S

Le tube de séchage, rempli de perchlorate de magnésium utilisé comme agent desséchant, est monté dans la conduite de gaz pour sécher le gaz de mesure lors des déterminations C/S.

Un piège à haloïdes (tube en U) est monté dans l'appareil de base pour éliminer en grande partie les composants parasites du gaz de mesure et pour protéger les détecteurs et le régulateur de débit. Le tube en U est rempli d'une laine de cuivre spéciale et de laine de laiton. La garniture du piège à haloïdes doit être renouvelée au plus tard quand la moitié de la laine de cuivre ou que la laine de laiton est décolorée.

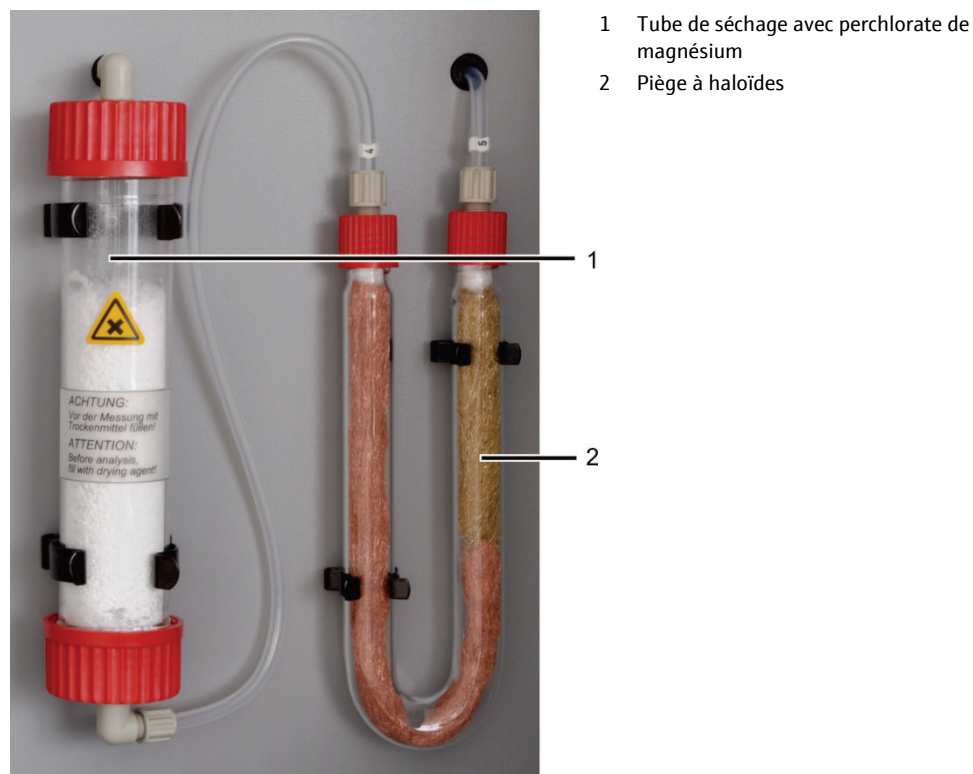


Figure 5 Tube de séchage et piège à haloïdes

3.2.4 Éléments d'affichage et de commande, raccords

La DEL verte située sur la porte gauche de l'analyseur s'allume quand l'analyseur est en marche.



Figure 6 Lampe d'état sur l'appareil de base multi EA 4000

L'interrupteur marche/arrêt et les régulateurs de débit pour la régulation manuelle des flux de gaz se trouvent derrière les portes avant.



Figure 7 Éléments de commande derrière les portes avant du multi EA 4000

- | | |
|--|--|
| 1 Interrupteur marche/arrêt | 3 Régulateur de débit pour la régulation du courant d'oxygène « O ₂ » |
| 2 Régulateur de débit pour la régulation du courant d'oxygène ou d'argon « Ar/O ₂ » | 4 Régulateur de débit pour la régulation du débit d'aspiration « pump » |

Raccords sur le côté droit

L'ouverture du four de combustion avec écluse à gaz et les tuyaux de gaz pour oxygène et argon se trouvent sur le côté droit du multi EA 4000. Les tuyaux de gaz de mesure et de dérivation peuvent être guidés vers le module CI à travers le canal (4 sur la Figure 8).



Figure 8 Raccords sur le côté droit du multi EA 4000

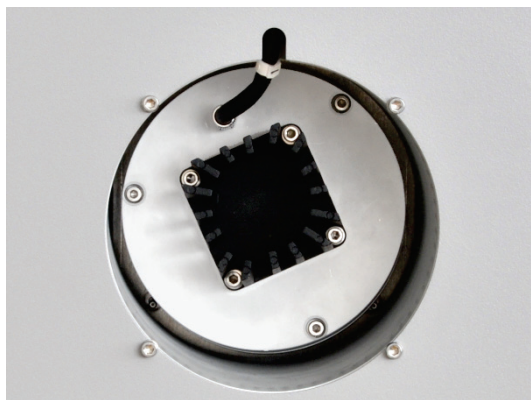
- | | |
|--|--|
| 1 Ouverture du four de combustion avec écluse à gaz et écran thermique | 3 Raccord « Ar » pour le raccordement sur le tube de combustion/l'écluse à gaz |
| 2 Raccord « O ₂ » pour le raccordement sur le tube de combustion/l'écluse à gaz/le réacteur TIC | 4 Canal pour les tuyaux de gaz de mesure et de dérivation lors des mesures CI |

Raccords sur le
côté gauche

L'ouverture du piège à poussière avec le raccord pour le gaz de mesure se trouve sur le côté gauche derrière la protection contre les contacts.



Côté gauche avec piège à poussière



Piège à poussière avec raccord pour gaz de mesure

Figure 9 Raccords sur le côté gauche du multi EA 4000

Raccords à
l'arrière

L'interrupteur secteur, les entrées de gaz pour l'alimentation en oxygène et en argon, les raccords pour la connexion avec le module C/S ou CI ainsi que le câble de raccordement au réseau se trouvent à l'arrière du multi EA 4000.

Pour effectuer les travaux de maintenance et les réparations, il est important d'isoler complètement le multi EA 4000 du réseau électrique à l'aide de l'interrupteur secteur.

Lorsque l'interrupteur secteur est activé, l'analyseur est en mode veille. Pour une utilisation quotidienne, l'interrupteur marche/arrêt situé à l'avant du multi EA 4000 (1 sur la Figure 7) permet de le mettre en marche et de l'arrêter. Lors de l'arrêt de l'appareil, l'analyseur est encore p. ex. ventilé. Isoler complètement le multi EA 4000 du réseau électrique à l'aide de l'interrupteur secteur uniquement en cas de pauses prolongées de plusieurs jours.

Note ! En fonctionnement, les deux interrupteurs doivent être activés.

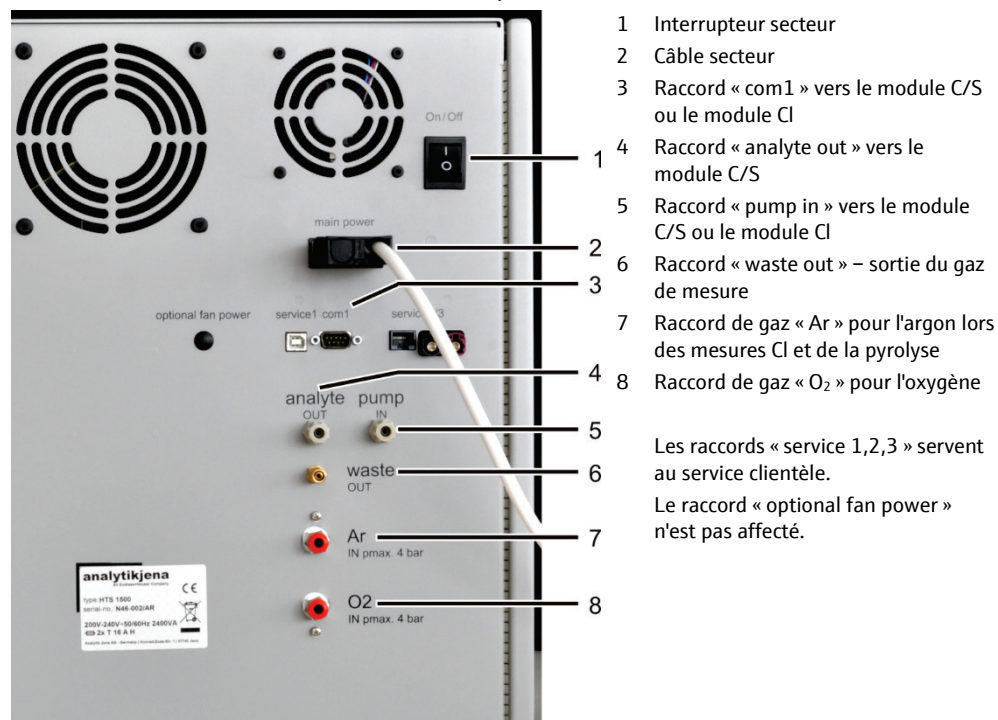


Figure 10 Raccords à l'arrière du multi EA 4000

3.3 Module C/S

Variantes du module C/S	Il existe trois variantes du module de détection C/S : ■ le module C/S avec détecteurs CO₂ et SO₂ pour une détermination simultanée du carbone et du soufre ■ le module C avec détecteur CO₂ pour la détermination du carbone ■ le module S avec détecteur SO₂ pour la détermination du soufre L'électronique de commande se trouve toujours dans le module C/S.
Détecteurs	Les détecteurs NDIR (détecteur non dispersif à absorption dans l'infrarouge) se trouvent derrière la paroi latérale droite de l'analyseur. Les gaz dont les molécules sont composées d'atomes différents possèdent des bandes d'absorption spécifiques dans l'infrarouge. Si un faisceau lumineux est envoyé à travers un dispositif de cuvettes contenant des gaz actifs dans l'IR, ces gaz absorbent alors une part du rayonnement total sur les longueurs d'ondes qui leur sont propres. La part est proportionnelle à leur concentration dans le mélange gazeux. Les détecteurs utilisés dans le module C/S sont sélectifs pour le CO₂ et le SO₂.
Traitement des valeurs mesurées par le procédé VITA	Les molécules de CO₂/SO₂ sont détectées par la technique de mesure aussi longtemps qu'elles restent dans la cuvette du détecteur NDIR. Les variations du débit de gaz de mesure se produisant pendant la mesure du CO₂/SO₂ font que les molécules de CO₂/SO₂ ont une spectrométrie plus longue (débit de gaz bas) ou plus courte (débit de gaz élevé) pendant un certain temps. Le procédé VITA (intégration couplée au temps de séjour pour analyses TOC) permet de détecter le débit de gaz de mesure parallèlement au signal NDIR. Les variations du débit qui apparaissent, sont compensées par une normalisation du signal NDIR pilotée par ordinateur pour obtenir un débit de gaz constant, qui sera ensuite intégré au système. Pour détecter le débit de gaz de mesure, un régulateur de débit est placé, pour des raisons liées au débit, à proximité immédiate du détecteur NDIR.
Contrôle du débit de gaz	Un régulateur de débit surveille le débit d'aspiration nécessaire, les valeurs sont saisies dans le logiciel. Les écarts par rapport à la valeur de consigne admissible sont affichés et le débit d'aspiration peut être corrigé avec la valve du régulateur de débit « pump » de l'appareil de base multi EA 4000 (3 sur la Figure 7). Pendant une mesure, les valeurs sont utilisées via le procédé VITA pour une correction intégrale.
Raccords	La DEL verte située à l'avant du module C/S s'allume quand le module est en marche. L'interrupteur secteur avec entrée secteur et porte-fusible, les raccords de connexion avec l'appareil de base et les autres modules supplémentaires ainsi que les entrées et sorties pour débits de gaz de mesure se trouvent à l'arrière.

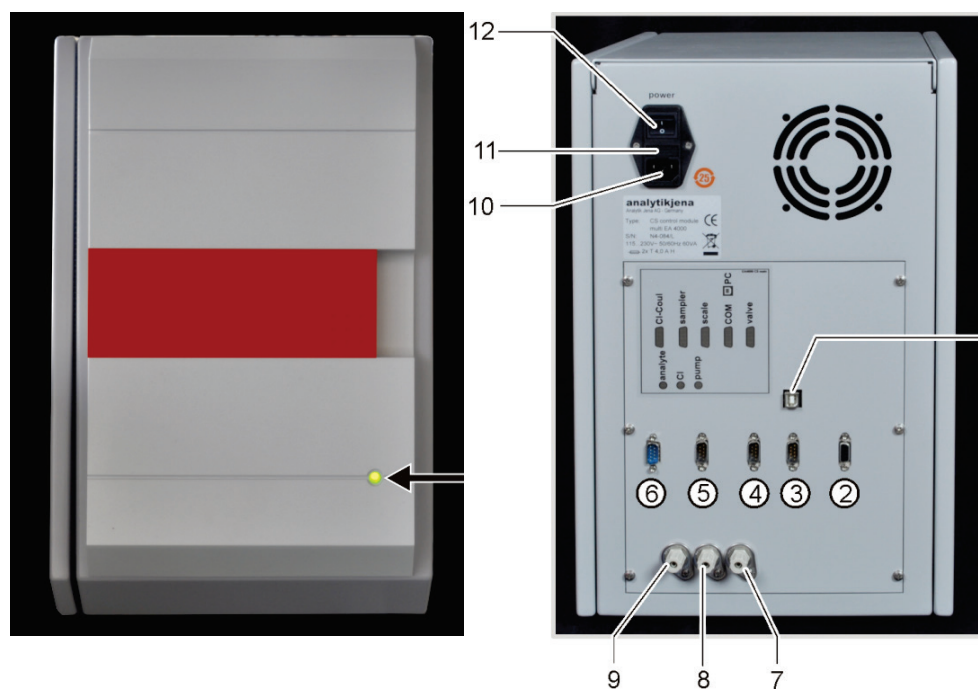


Figure 11 Voyants et raccords sur le module C/S

- | | | | |
|---|--|----|---|
| 1 | Port USB « PC » pour le raccordement à l'ordinateur | 6 | CI-Coul – connexion au module CI |
| 2 | Raccord « valve » – connexion au détecteur de flamme ou au module pour solides TIC automatique (en option) | 7 | Sortie de gaz « pump » – raccord au multi EA 4000 |
| 3 | Raccord « COM » – connexion au module de combustion HTS1500 du multi EA 4000 ou au module pour solides TIC automatique (en option) | 8 | Raccord de gaz « CI » – raccord au module CI |
| 4 | Raccord « scale » – raccord de la balance | 9 | Entrée de gaz « analyte » – entrée du gaz de mesure |
| 5 | Raccord « sampler » – raccord du passeur d'échantillons FPG 48 | 10 | Raccord de la fiche secteur |
| | | 11 | Porte-fusible |
| | | 12 | Interrupteur secteur |

3.4 Module CI

Le module CI est constitué des composants principaux suivants :

- coulomètre à gamme étendue pour ampérométrie
- bloc de mélange/refroidissement pour les cellules de mesure
- cellules de mesure avec électrodes
- réservoir d'acide sulfurique avec, le cas échéant, sortie de dérivation et réservoir de sécurité
- valve de dérivation
- réservoir tampon, servant de compensation de pression afin de compenser les impulsions de commutation de la valve de dérivation
- tube d'adsorption
- piège à haloïdes

Pour le multi EA 4000 CI, l'électronique de commande se trouve en outre dans le module CI.

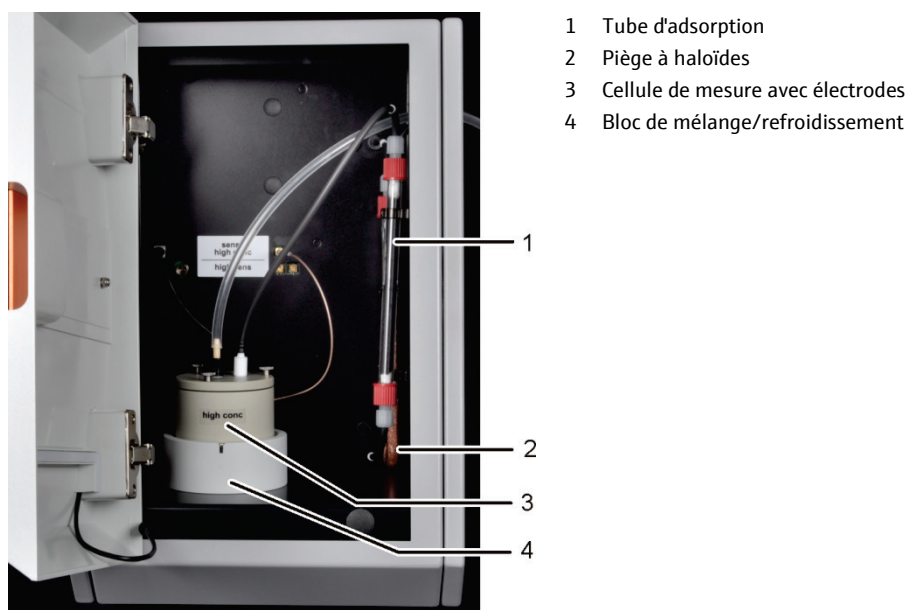


Figure 12 Module CI

3.4.1 Module du coulomètre et cellule de mesure

Il existe 2 versions de la cellule de mesure :

Cellules de mesure	« sensitive » 40 ml	« high concentration » 150 ml
Volume de l'électrolyte	Env. 20 ml	Env. 120 ml
Plage de mesure – Cl absolu (sans dissociation du gaz de mesure)	1 – 100 µg	10 – 1000 µg
Plage de mesure (avec dissociation du gaz de mesure)	1 – 2 mg de chlore total abs.	10 µg – 20 mg de chlore total abs.
Principe de mélange	Agitation magnétique	Agitation magnétique
Principe d'indication	Biampérométrie à courant alternatif	Biampérométrie à courant alternatif
Principe de génération	Dissolution d'argent anodique	Dissolution d'argent anodique
Courant du générateur	Dynamique jusqu'à 1 mA	Dynamique jusqu'à 10 mA
Régulation de la température sur la température de travail	18 – 20 °C	18 – 20 °C

Structure de la cellule de mesure

La cellule de mesure se compose de la cuvette des électrodes qui recueille la solution électrolytique et du bloc de mélange disposé dans le module. L'anode du générateur, sous forme d'une tôle en argent stable, se trouve sur le fond de la cuvette des électrodes. Le mélangeur magnétique fonctionne au-dessus de l'anode.

La cellule est fermée par un couvercle avec trois vis moletées et est étanche à l'air. Les deux passages du couvercle (orifices) servent à maintenir l'électrode bifonctionnelle et

une olive d'aspiration. L'ouverture identifiée est prévue pour l'électrode bifonctionnelle ampérométrique. L'ouverture non identifiée est utilisée pour l'injection directe dans la cellule de mesure ou pour le raccord de l'olive d'aspiration.

Lorsque le module de chlore est actif, le barreau d'agitation magnétique se met en mouvement dans le bécher de la cellule de mesure. La température prérégulée de la cellule est de 20 °C et peut être modifiée dans le programme multiWin en tant que paramètre de méthode.

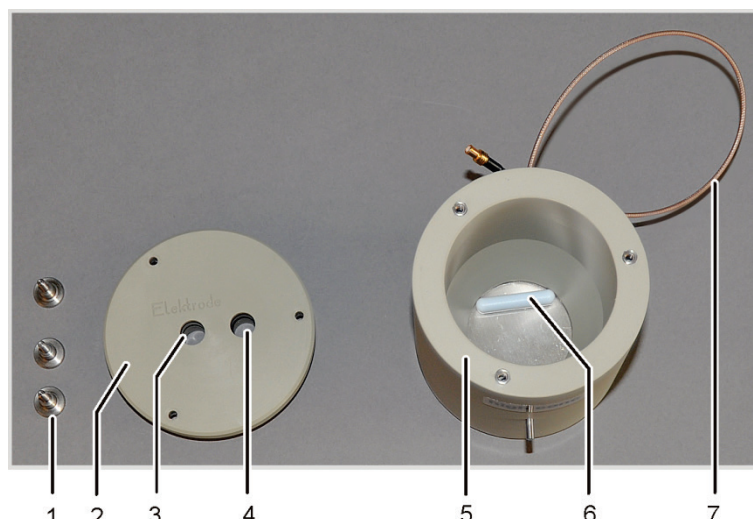


Figure 13 Structure de la cellule de mesure

- | | |
|--|---|
| 1 Vis moletées | 5 Cuvette des électrodes avec anode en argent |
| 2 Couvercle | 6 Barreau d'agitation magnétique |
| 3 Ouverture pour électrode (étiquetée) | 7 Raccord électrique de la cellule de mesure |
| 4 Ouverture pour olive pour raccordement au tuyau d'aspiration ou pour injection directe | |

Électrode bifonctionnelle

L'électrode bifonctionnelle combine des électrodes indicatrices (Ag), une cathode de générateur (Pt) et une arrivée de gaz. L'anode du générateur est présente sous forme de tôle ronde en argent dans les deux corps de base des cellules de mesure (voir ci-dessus).

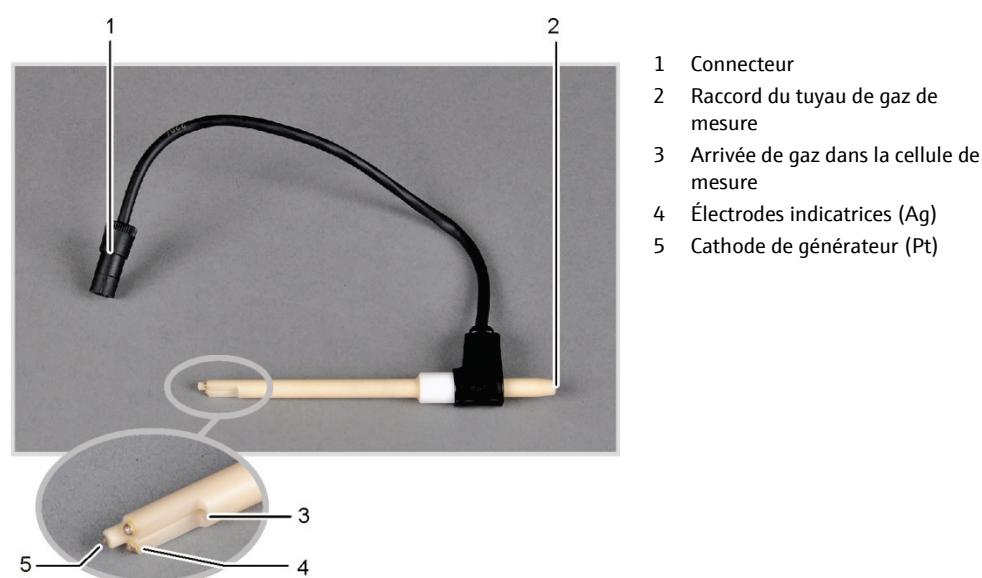


Figure 14 Électrode bifonctionnelle pour cellule de mesure

3.4.2 Tube de combustion et séchage du gaz de mesure

Un tube de combustion en quartz est utilisé pour la détermination Cl. L'alimentation en oxygène pour la combustion s'effectue via une dérivation dans le tube en quartz. Le gaz de mesure est aspiré sur le manchon latéral du tube en quartz et guidé vers le module Cl en passant par le séchage. L'écluse à gaz alimentée en argon empêche que le gaz de mesure ne sorte de l'entrée du tube de combustion. L'extrémité du tube de combustion est fermée avec de la laine de quartz pour empêcher la poussière d'entrer dans la tuyauterie du multi EA 4000.

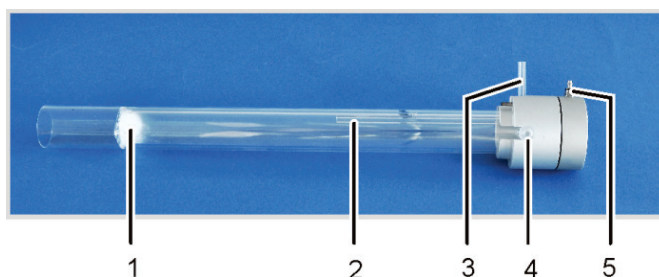
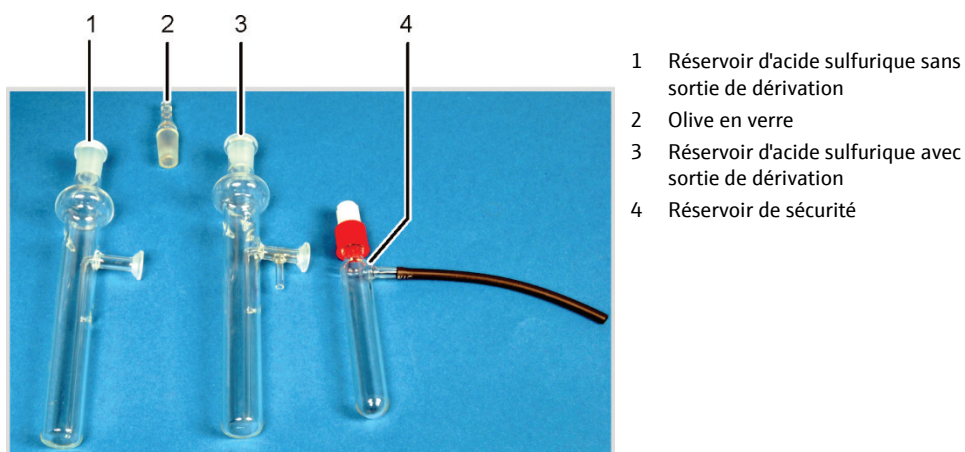


Figure 15 Tube de combustion en quartz avec écluse à gaz

- | | |
|---|--|
| 1 Bouchon en laine de quartz | 4 Sortie du gaz de mesure avec joint rodé |
| 2 Dérivation pour l'alimentation en oxygène | 5 Alimentation en argon sur l'écluse à gaz |
| 3 Manchon de raccord pour l'oxygène | |

Le chlorure d'hydrogène (HCl) présente une affinité élevée avec l'eau et se dissout donc dans l'eau condensée. Ce comportement entraîne lors de l'analyse des résultats trop bas ou des effets mémoires. Afin d'empêcher une condensation, le gaz de mesure doit être séché aussitôt sa sortie du tube de combustion. De l'acide sulfurique concentré est utilisé comme agent desséchant. Deux réservoirs d'acide sulfurique spéciaux, avec ou sans dissociation du gaz de mesure en fonction de la méthode, sont utilisés.

En utilisant le réservoir d'acide sulfurique avec sortie de dérivation, un réservoir de sécurité supplémentaire est monté dans la conduite de gaz. Celui-ci collecte l'acide sulfurique qui est éventuellement aspiré dans le réservoir d'acide sulfurique.



- | |
|--|
| 1 Réservoir d'acide sulfurique sans sortie de dérivation |
| 2 Olive en verre |
| 3 Réservoir d'acide sulfurique avec sortie de dérivation |
| 4 Réservoir de sécurité |

Figure 16 Réservoirs d'acide sulfurique pour le séchage du gaz de mesure

3.4.3 Nettoyage du gaz de mesure

Piège à haloïdes

En mode de fonctionnement avec dissociation, l'ensemble du gaz de mesure sortant de la chambre de combustion est partagé selon un rapport défini. Seule une partie du gaz de mesure parvient à la cellule de mesure de sorte qu'il est aussi possible de déterminer des concentrations de chlore élevées. La partie rejetée du gaz de mesure est envoyée via le piège à haloïdes dans le module CI afin d'éliminer le HCl du flux de gaz et de protéger la valve de dérivation et la pompe d'aspiration contre la corrosion.

Tube d'adsorption

Le gaz aspiré dans la cellule de mesure est acheminé via le tube d'adsorption. Les vapeurs d'acide acétique s'échappant de l'électrolyte sont alors éliminées. Du charbon actif est utilisé comme adsorbant.

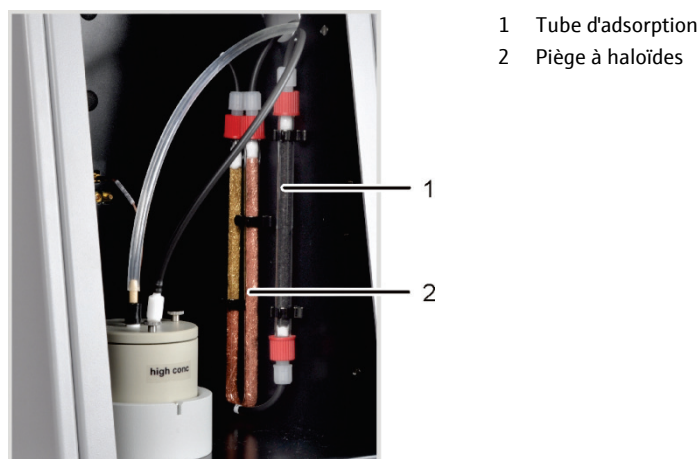


Figure 17 Piège à haloïdes et tube d'adsorption dans le module CI

3.4.4 Raccords

La DEL verte située à l'avant du module CI s'allume quand le module est en marche.

En fonction de l'équipement du multi EA 4000 avec ou sans module C/S, il comporte à l'arrière les raccords de connexion au module C/S ou à l'appareil de base et au passeur d'échantillons.

Les tuyaux pour l'alimentation en gaz de mesure et la dérivation sont amenés au module de chlore en passant à travers le canal dans l'appareil de base puis l'ouverture dans la paroi droite de l'appareil.



Figure 18 Raccords du module CI en combinaison avec un module C/S

- | | |
|-------------------------------|---|
| 1 Interrupteur secteur | 4 Raccord « CI-Coul » – connexion au module C/S |
| 2 Porte-fusible | 5 Raccord de gaz « CI » – raccord au module C/S |
| 3 Raccord de la fiche secteur | |

Si aucun module C/S n'est installé, le module CI dispose à l'arrière d'autres interfaces de communication avec le multi EA 4000 et le passeur d'échantillons. L'affectation des interfaces est décrite dans la section « Installation du multi EA 4000 CI », p. 53.

Les raccords électriques pour la cellule de mesure et l'électrode bifonctionnelle se trouvent sur la paroi intérieure arrière de l'appareil.

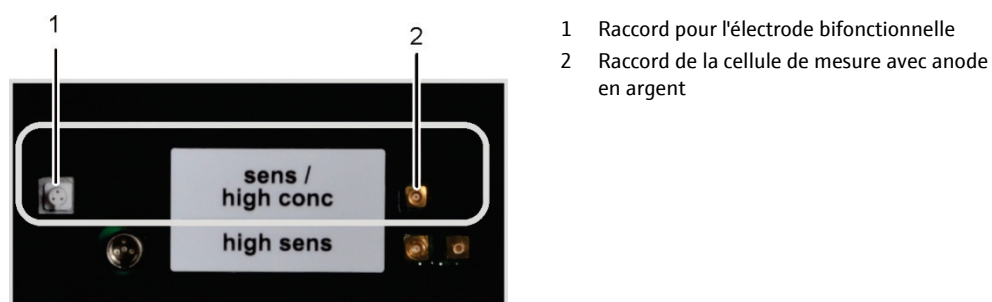


Figure 19 Raccords pour la cellule de mesure coulométrique dans le module CI

3.5 Module pour solides TIC automatique

Le module pour solides TIC automatique complète le multi EA 4000 pour la détermination du TIC (TC, TOC) dans les solides. Le dioxyde de carbone formé par acidification et soufflage est envoyé dans le détecteur NDIR du multi EA 4000. Les modes d'analyse suivants sont possibles :

- détermination TIC
- détermination TOC selon un procédé différentiel
- détermination TOC selon un procédé direct

Le module pour solides TIC automatique est conçu exclusivement pour le mode automatique en combinaison avec le multi EA 4000 C ou multi EA 4000 C/S et le passeur d'échantillons FPG 48.

Le module pour solides TIC automatique est constitué des composants suivants :

- réacteur TIC
- pompe d'acide phosphorique
- composants pour le nettoyage du gaz de mesure et le séchage
- raccordements

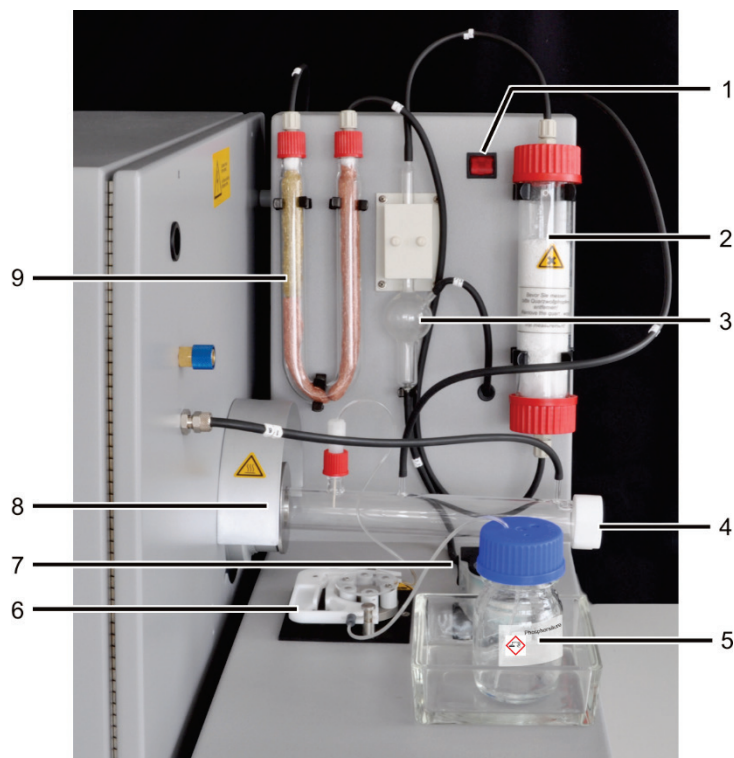


Figure 20 Module pour solides TIC automatique

- | | | | |
|---|-----------------------------|---|--|
| 1 | Interrupteur secteur | 6 | Pompe à acide pour l'acide phosphorique ou l'acide chlorhydrique |
| 2 | Tube de séchage | 7 | Pompe à condensat |
| 3 | Réservoir de condensat | 8 | Raccord du réacteur TIC sur le multi EA 4000 |
| 4 | Réacteur TIC | 9 | Piège à haloïdes |
| 5 | Flacon d'acide phosphorique | | |

3.5.1 Caractéristiques techniques

Caractéristiques générales	
Désignation / Type	Module pour solides TIC automatique
Dimensions	300 x 470 x 550 mm Passeur d'échantillons : 520 x 500 x 700 mm
Masse	Env. 5 kg
Données de procédé	
Procédé de mesure	TIC
Détection	NDIR (associé au procédé VITA)
Quantité d'échantillons	Jusqu'à 3000 mg (TC) ou 50 mg (TIC)
Caractéristiques électriques	
Raccord	100 - 240 V AC (± 10 %), 50 - 60 Hz
Protection	T 2 AH (utiliser uniquement des fusibles d'origine de la société Analytik Jena !)
Puissance absorbée maximale	20 VA
Interface avec le module C/S	RS 232

3.5.2 Structure

Réacteur TIC

Le tube en quartz est monté avec un raccord sur le tube de combustion en céramique. Un anneau moleté avec filetage coince le réacteur TIC et rend étanche la liaison en exerçant une pression sur les bagues d'étanchéité intérieures. Les raccords pour l'alimentation en acide, la sortie du gaz de mesure et l'afflux de l'oxygène se trouvent sur le réacteur. L'alimentation en oxygène à l'entrée du réacteur entraîne la réalisation d'une écluse à gaz qui empêche que le gaz de mesure ne s'échappe par l'entrée ouverte. Les nacelles en céramique chargées d'échantillons sont transférées dans le réacteur à l'aide du passeur d'échantillons spécialement équipé FPG 48.

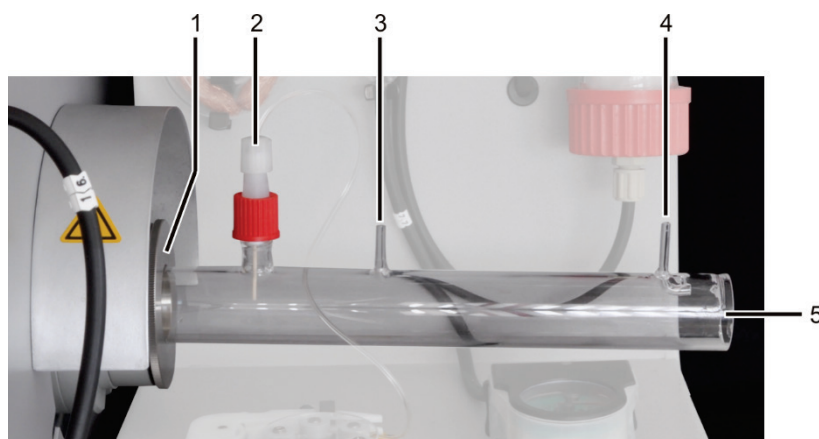


Figure 21 Réacteur TIC

- | | | | |
|---|--|---|--|
| 1 | Fixation sur le multi EA 4000 | 4 | Entrée pour l'alimentation en oxygène |
| 2 | Alimentation en acide via la canule en céramique | 5 | Module enfichable pour les nacelles en céramique |
| 3 | Sortie du gaz de mesure | | |

Tuyauterie

La liaison entre chaque composant se fait via les tuyaux identifiés. Le plan de la tuyauterie se trouve dans la section « Installation du module pour solides TIC automatique », p. 59.

Des pompes tubulaires sont utilisées pour l'alimentation en acide phosphorique et l'élimination du condensat. La pompe d'acide phosphorique refoule l'acide phosphorique à 40 % vers le réacteur TIC. La pompe à condensat permet d'extraire automatiquement après chaque mesure le condensat formé lors du séchage du gaz de mesure.

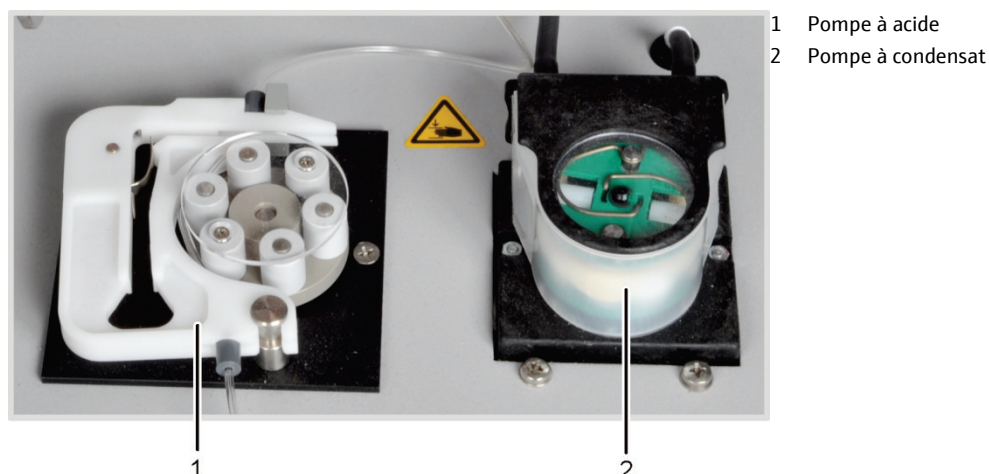


Figure 22 Pompes tubulaires sur le module pour solides TIC automatique

Tandis que la nacelle d'échantillon est poussée en continu par le passeur d'échantillons FPG 48 en direction du multi EA 4000, l'échantillon est mélangé de manière homogène avec l'acide phosphorique.

Composants pour le séchage et le nettoyage du gaz de mesure

Le gaz de mesure libéré du réacteur est dirigé vers le serpentin de condensation fixé à l'arrière du module pour solides TIC automatique. Le gaz de mesure est rapidement refroidi dans le serpentin et la vapeur d'eau se condense. Le mélange eau-gaz de mesure est conduit par un tuyau jusqu'au séparateur gaz-liquide, composé d'un réservoir de condensat et d'un bloc de refroidissement Peltier.

Le gaz de mesure est envoyé dans le réservoir de condensat via l'entrée latérale. Le séchage du gaz de mesure se fait par séparation par congélation dans le bloc de refroidissement. Le gaz de mesure sec est amené depuis le réservoir de condensat par le raccord supérieur. La pompe à condensat extrait automatiquement après chaque mesure le condensat s'écoulant par la sortie inférieure et l'envoi dans le collecteur de déchets.

Le gaz de mesure est ensuite envoyé à travers le tube de séchage rempli de perchlorate de magnésium. Le séchage est alors terminé.

À l'issue du séchage du gaz de mesure, un piège à haloïdes (tube en U) est monté dans la conduite de gaz pour éliminer en grande partie les composants parasites du gaz de mesure et pour protéger les détecteurs et le régulateur de débit dans le module C/S. Le tube en U est rempli d'une laine de cuivre spéciale et de laine de laiton. La garniture du piège à haloïdes doit être renouvelée au plus tard quand la moitié de la laine de cuivre ou que la laine de laiton est décolorée.

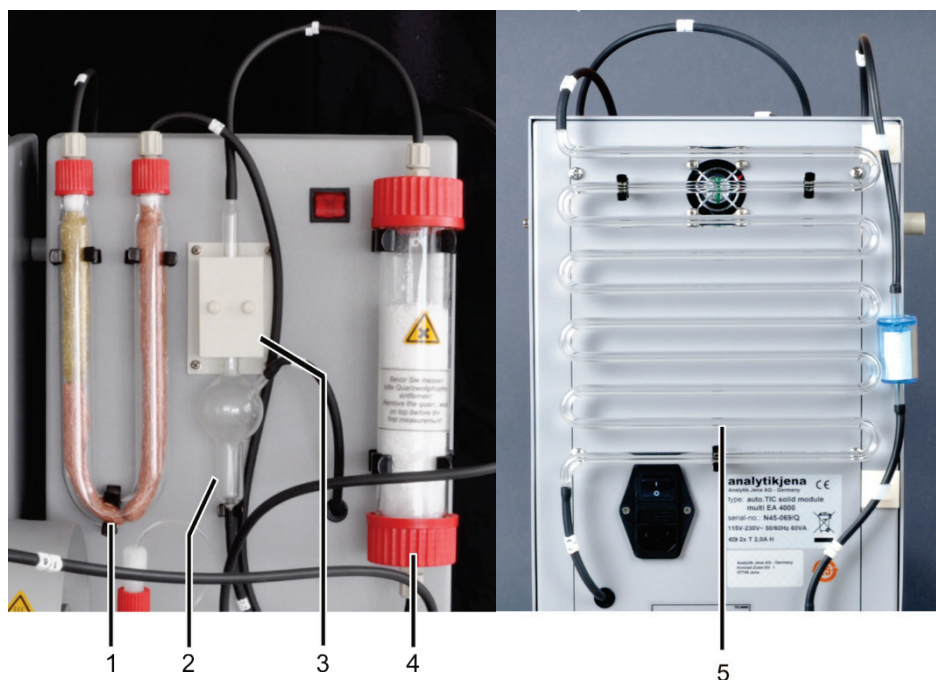


Figure 23 Séchage et nettoyage du gaz de mesure

- | | |
|-----------------------------------|-----------------------------|
| 1 Piège à haloïdes | 4 Tube de séchage |
| 2 Réservoir de condensat | 5 Serpentin de condensation |
| 3 Bloc de refroidissement Peltier | |

Un filtre à poussière est placé entre le piège à haloïdes (1 sur la Figure 23) et la vanne de commutation à l'arrière du module pour solides TIC automatique.



Figure 24 Filtre à poussière en amont de la vanne de commutation

Raccords

Les raccords se trouvent à l'arrière du module pour solides TIC automatique.

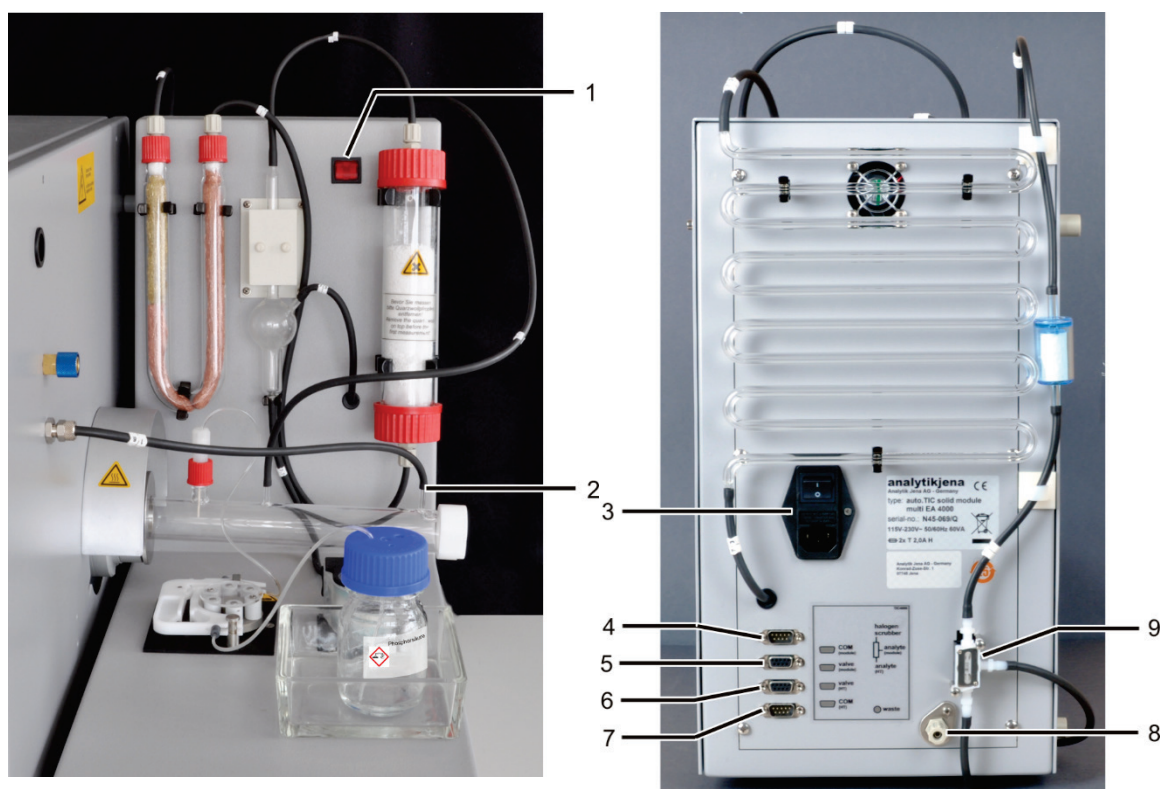


Figure 25 Raccords sur le module pour solides TIC automatique

- | | |
|--|---|
| 1 Interrupteur secteur | 6 Raccord « valve HT » reste libre |
| 2 Raccord de gaz pour oxygène sur le réacteur TIC | 7 Raccord « COM HT » pour raccordement au module de combustion HTS1500 du multi EA 4000 |
| 3 Module d'entrée secteur avec interrupteur secteur et porte-fusible | 8 Raccord « waste » pour le tuyau de déchets pour l'évacuation du condensat |
| 4 Raccord « COM module » pour raccordement au module C/S | 9 Vanne de commutation |
| 5 Raccord « valve module » pour raccordement au module C/S | |

Le module pour solides TIC automatique est équipé de deux interrupteurs secteur. Puisque l'interrupteur sur le module d'entrée secteur sous le serpentín de condensation est difficilement accessible, il en existe un deuxième à l'avant. Les deux interrupteurs secteur doivent être activés lors du fonctionnement. Pour arrêter l'appareil, il suffit d'actionner l'interrupteur situé à l'avant.

3.6 Module pour solides TIC manuel

Le module pour solides TIC manuel permet de déterminer le TIC dans les solides en liaison avec le multi EA 4000 C ou le multi EA 4000 C/S. L'acidification des échantillons et l'éjection du TIC s'effectuent à des températures élevées. Le gaz de mesure est poussé avec le gaz porteur vers le détecteur du module C/S. Le module pour solides TIC manuel est conçu uniquement pour l'alimentation manuelle des échantillons. Une automatisation avec un passeur d'échantillons est impossible.

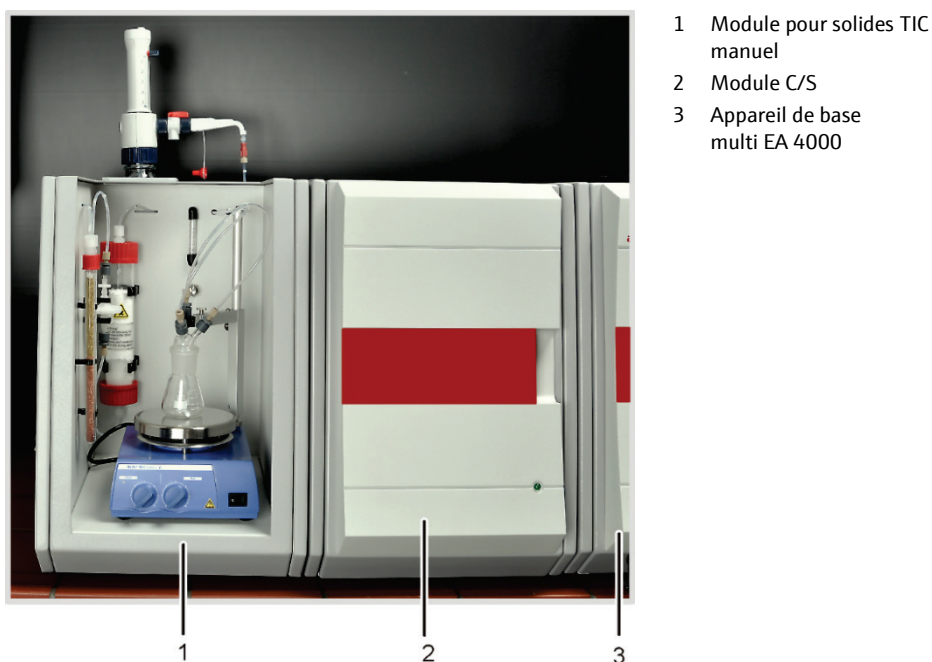


Figure 26 Module pour solides TIC manuel

3.6.1 Caractéristiques techniques

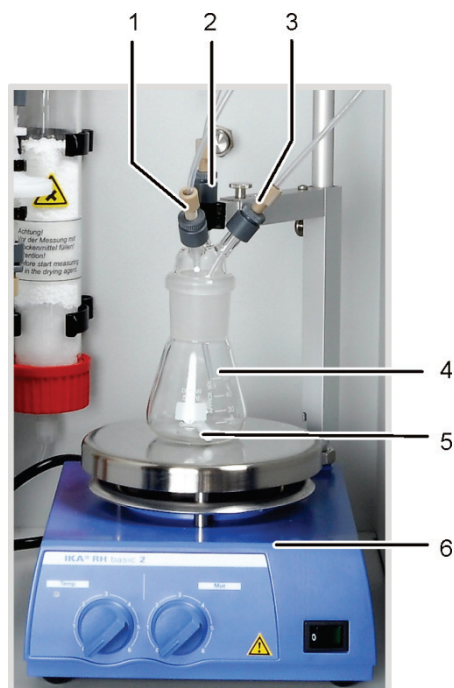
Caractéristiques générales	
Désignation / Type	Module pour solides TIC manuel
Dimensions	300 x 750 x 550 mm
Masse	Env. 10 kg
Données de procédé	
Procédé de mesure	TIC
Détection	NDIR (associé au procédé VITA)
Quantité d'échantillons	Jusqu'à 3000 mg
Alimentation en gaz	Oxygène min. 2.5 200 – 400 kPa (29 – 58 psi)
Caractéristiques électriques	
Raccord	220 - -240 V AC ($\pm 10\%$), 50/60 Hz (100 V AC / 115 V AC sur demande)
Protection	T 10 A H (utiliser uniquement des fusibles d'origine de la société Analytik Jena !)
Puissance absorbée maximale	415 VA

3.6.2 Structure du module pour solides TIC manuel

Chambre de réaction TIC

Une fiole Erlenmeyer de 50 ml sert de réacteur. Une tête TIC est montée dessus avec trois raccords pour l'alimentation en acide phosphorique, en oxygène comme gaz porteur et la sortie du gaz de mesure.

Un mélangeur magnétique avec plaque de travail chauffée garantit le mélange correct de l'échantillon avec l'acide amené et le réchauffe un peu afin d'accélérer la réaction.



- 1 Alimentation en acide phosphorique (tuyau n° 6)
- 2 Sortie du gaz de mesure
- 3 Alimentation en gaz porteur (oxygène)
- 4 Fiole Erlenmeyer
- 5 Barreau d'agitation magnétique
- 6 Agitateur magnétique avec plaque de travail chauffée

Figure 27 Réacteur TIC du module pour solides TIC manuel

Réglage du débit de gaz porteur

Le réglage du débit de gaz porteur s'effectue via la soupape à pointeau « O₂ » avec un verre de mesure sur la paroi de séparation du module pour solides TIC manuel.



- 1 Verre de mesure
- 2 Soupape à pointeau

Figure 28 Régulateur de débit pour le courant d'oxygène

Alimentation en acide

L'acide est dosé manuellement avec la pompe de dosage. Le tuyau d'alimentation en acide vers le réacteur est raccordé à une valve sur la pompe de dosage. La valve dans le robinet de la pompe de dosage doit être fermée après l'alimentation en acide vers le réacteur. Cela permet ainsi d'éviter que l'acide soit aspiré par erreur dans l'analyseur.

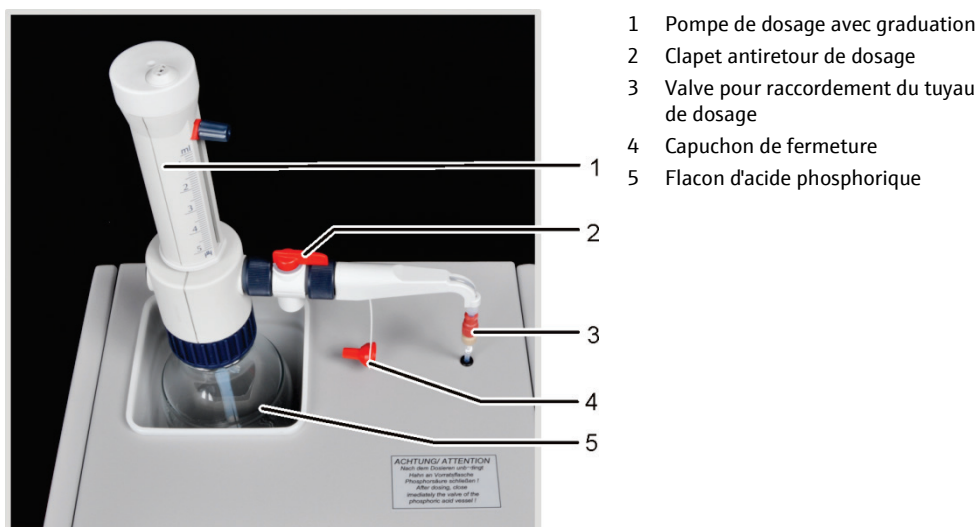


Figure 29 Pompe de dosage pour acide sur le module pour solides TIC manuel

Séchage et nettoyage du gaz de mesure

Le tube de séchage, rempli de perchlorate de magnésium comme agent desséchant, est monté dans la conduite de gaz aussitôt après le réacteur.

Deux pièges à eau sont ensuite montés dans la cartouche de séchage. Le plus grand des pièges à eau (préfiltre TC) retient les aérosols pendant le fonctionnement et le plus petit (filtre de retenue à une voie) retient l'eau qui monte.

Un piège à haloïdes est utilisé pour éliminer en grande partie les composants parasites du gaz de mesure et pour protéger les détecteurs et le régulateur de débit dans le module C/S. Le tube en U du piège à haloïdes est rempli d'une laine de cuivre spéciale et de laine de laiton. La garniture du piège à haloïdes doit être renouvelée au plus tard quand la moitié de la laine de cuivre ou que la laine de laiton est décolorée.

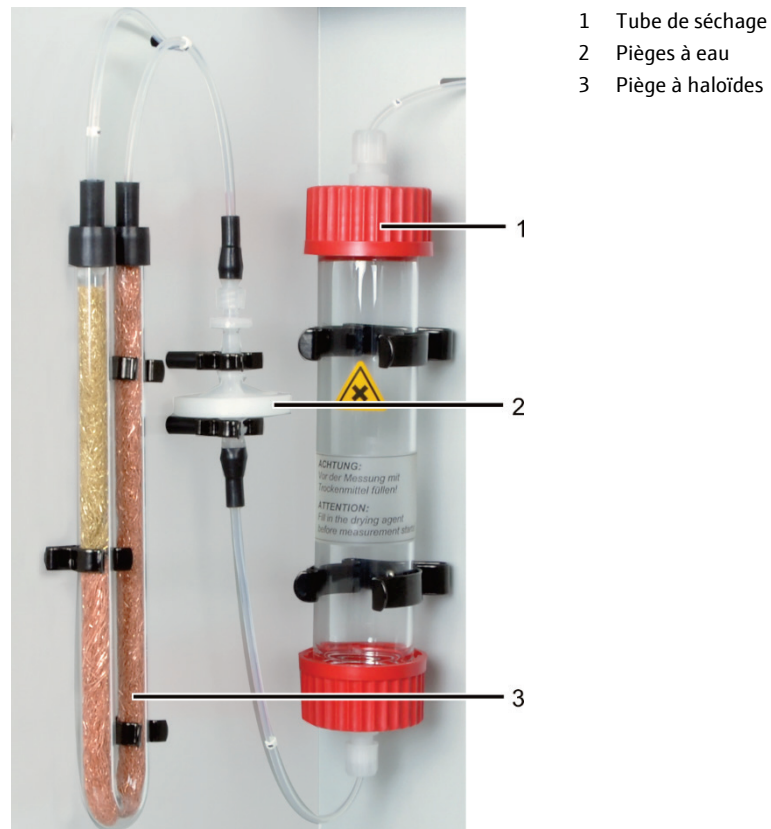


Figure 30 Séchage et nettoyage du gaz de mesure

Raccords

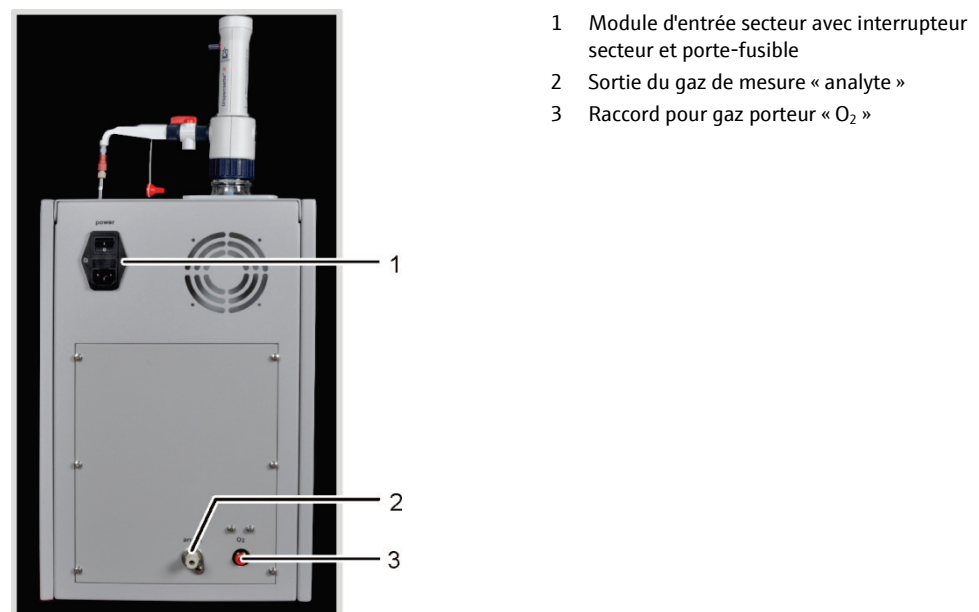


Figure 31 Raccords sur le module pour solides TIC manuel

3.7 Autres accessoires optionnels

3.7.1 Passeur d'échantillons

Le multi EA 4000 dispose de deux variantes pour l'alimentation des échantillons :

- le passeur d'échantillons solides FPG 48
- l'avance manuelle

Passeur d'échantillons
FPG 48

Le passeur d'échantillons FPG 48 peut recevoir 48 nacelles d'échantillon. Les nacelles sont réceptionnées automatiquement par les tablettes et sont amenées dans le four de combustion. L'avance pour le transfert est pilotée par l'ordinateur. Selon l'équipement, les nacelles sont déposées à nouveau sur le passeur d'échantillons après la mesure ou sont rejetées dans un conteneur de déchets après refroidissement.

Lors des analyses dans le tube de combustion en quartz (mesures CI), le FPG 48 peut être combiné à un détecteur de flamme.

Avance manuelle

L'avance manuelle est un dispositif robuste qui permet de pousser le crochet en céramique en le maintenant dans une position droite avec les nacelles d'échantillon dans le four de combustion. Avec une alimentation manuelle des échantillons, veiller à avoir un transfert lent et contrôlé dans le tube de combustion en cas d'échantillons très réactifs.

3.7.2 Détecteur de flamme

Un détecteur de flamme peut être combiné en option au passeur d'échantillons FPG 48 pour les déterminations CI. Le détecteur de flamme permet de saisir de manière optique la combustion en cas d'échantillons très réactifs dans le tube en quartz et de commander l'avance de la nacelle en fonction de la luminosité de la flamme. Les caractéristiques de combustion ainsi optimisées fournissent des résultats de mesure précis.

3.7.3 Balance

Une balance peut être raccordée pour reprendre automatiquement la quantité pour le calcul des résultats d'analyse. Les échantillons doivent être pesés en fonction des instructions du programme. Les masses déterminées sont reprises automatiquement dans le tableau des échantillons.

4 Procédés de mesure

L'analyseur multi EA 4000 permet de déterminer les paramètres suivants comme paramètres globaux.

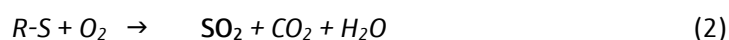
- TS – soufre total (Total Sulfur)
- TC – carbone total (Total Carbon)
- TCl – chlore total (Total Chlorine)
- TOC – carbone organique total (Total Organic Carbon)
- TIC – carbone inorganique total (Total Inorganic Carbon)
- EC – carbone élémentaire (Elemental Carbon)
- TC-EC – détermination du carbone après pyrolyse
- AOC – carbone organique assimilable

Le logiciel de commande et d'analyse multiWin permet de combiner la détermination de plusieurs paramètres.

4.1 Analyse TC/TS

Le multi EA 4000 avec le module C/S est un système spécial de détermination simultanée ou individuelle du carbone total et du soufre total dans des échantillons solides et pâteux à travers une oxydation à température élevée dans un courant d'oxygène.

Une partie aliquote de l'échantillon est pesée précisément dans une nacelle de combustion et introduite entièrement dans la zone chaude du four. La décomposition et l'oxydation de l'échantillon s'effectuent alors dans le courant d'oxygène à haute température.



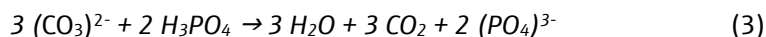
R Substance carbonée

Le gaz de mesure obtenu est séché et les haloïdes contenus sont retirés. La teneur en CO₂/SO₂ dans le gaz porteur est analysée avec des détecteurs NDIR sélectifs pour le CO₂ et le SO₂.

4.2 Analyse TIC

Lors de l'analyse TIC, le carbone inorganique total présent dans les carbonates et les hydrogénocarbonates est détecté dans les échantillons solides ou poudreux. Les cyanures, cyanates, isocyanates et particules de carbone ne sont pas détectés.

De l'acide est ajouté à une partie aliquote de l'échantillon pour déterminer le carbone inorganique (TIC). Cela entraîne la décomposition des carbonates/hydrogénocarbonates qu'il contient. Le CO₂ est éjecté et détecté. Aucune oxydation thermique n'a lieu.



L'attaque de l'échantillon a lieu dans un module pour solides TIC. Le gaz de mesure est détecté dans un module C/S.

4.3 Analyse TOC

Lors de l'analyse TOC, le carbone organique total contenu dans l'échantillon est saisi. Dans le multi EA 4000, la teneur en TOC peut être déterminée de deux manières :

- Méthode différentielle
- Méthode directe

La méthode différentielle doit être utilisée quand l'échantillon contient des substances organiques faciles à éjecter comme le benzène, le cyclohexane, le chloroforme, etc. Si la teneur en TIC de l'échantillon est nettement supérieure à sa teneur en TOC, ne pas utiliser la méthode différentielle.



NOTE

Pour l'analyse TOC avec le module pour solides TIC automatique, la méthode différentielle doit être privilégiée. Le tube de combustion et les détecteurs ne sont pas chargés en acide.

4.3.1 Méthode différentielle pour l'analyse TOC

La méthode différentielle peut être réalisée avec le module pour solides TIC automatique. L'échantillon est pesé sur deux nacelles. Le TIC et le TC sont déterminés l'un après l'autre en deux mesures distinctes. La différence arithmétique correspond au TOC. Le procédé différentiel permet de saisir aussi bien les composés organiques du carbone volatils que non volatils.

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

TOC	Carbone organique total
TC	Carbone total
TIC	Carbone inorganique total

4.3.2 Méthode directe pour l'analyse TOC

La détermination du TIC et du TOC peut être effectuée également directement avec le module pour solides TIC automatique. Après l'éjection du TIC dans le réacteur TIC avec de l'**acide chlorhydrique** et la détermination de la teneur en TIC, la nacelle d'échantillon est transférée dans le tube de combustion. La décomposition et l'oxydation de l'échantillon s'effectuent alors dans le courant d'oxygène à haute température comme pour l'analyse TS/TC.

Pour la détermination du TOC avec le module pour solides TIC automatique, l'échantillon doit être mélangé à de l'acide chlorhydrique. C'est pourquoi la méthode différentielle est privilégiée pour l'analyse TOC.

Pour la détermination du TOC sans module pour solides TIC automatique, l'échantillon solide est mélangé à de l'acide chlorhydrique sur la nacelle de combustion afin d'éliminer l'oxygène lié inorganique. Le CO₂ formé par réaction à partir des carbonates se volatilise. L'échantillon humide, mélangé à de l'acide, est séché dans l'armoire de séchage à une température < 40 °C pendant au moins 3 heures, durant lesquelles l'excédent d'acide chlorhydrique se volatilise. L'échantillon ainsi préparée peut ensuite être analysé dans le multi EA 4000, comme pour l'analyse TC/TS pour détecter le carbone lié organique.

Étant donné que l'acide libère uniquement du CO₂ à partir des carbonates et des hydrogénocarbonates, le carbone élémentaire ou le carbone provenant des carbures, cyanures, cyanates, isocyanates et thiocyanates est également détecté comme TOC.

4.4 Détermination du carbone après pyrolyse : TC-EC (en option)

La détermination de la teneur en carbone d'un échantillon s'effectue en mode pyrolyse optionnel en quatre étapes.

L'échantillon d'origine est pesé dans deux nacelles – **nacelle 1** et **nacelle 2**.

1. L'échantillon dans la **nacelle 1** est d'abord pyrolysé dans le courant d'argon. Les parties volatiles avec la température présélectionnée des composés carbonés contenus s'échappent alors. Dans le cas idéal et / ou après un pré-traitement correspondant, le carbone élémentaire (EC) reste sur la nacelle.
2. La part du carbone résiduel (EC) dans l'échantillon déjà pyrolysé est déterminée par combustion dans le courant d'oxygène.
3. L'échantillon dans la **nacelle 2** est converti en courant d'oxygène pour déterminer la teneur totale en carbone (TC).
4. À partir de la différence des deux valeurs de mesure obtenues (TC et EC), il est possible d'en déduire la quantité de carbone biodégradable ou actif.

4.5 Évaluation des données en mode C/S

4.5.1 Procédé d'étalonnage

Chaque paramètre (procédé) d'une méthode peut être étalonné. Les paramètres à étalonner d'une méthode peuvent être définis très simplement. Il n'est pas absolument nécessaire d'étalonner tous les paramètres.

Pour chaque paramètre, il est possible d'étalonner dans une méthode jusqu'à trois fonctions d'étalonnage. L'attribution se fait automatiquement.

La détermination de la fonction d'étalonnage se fait en fonction de la masse. Des fonctions d'étalonnage linéaires ou carré sont déterminées selon les équations (5) et (6) par calcul de régression.

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

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

c	Teneur nominale de la solution étalon
m	Masse de l'échantillon
I_{Net}	Intégrale nette
k_0, k_1, k_2	Coefficients d'étalonnage

L'utilisateur peut définir le type de régression (linéaire ou au carré). Il est possible de sélectionner des points ou valeurs de mesure isolés pour le calcul de l'étalonnage actuel (sélection manuelle des défauts). De plus, il est possible de redéterminer si nécessaire des solutions étalons isolées ou d'ajouter des points de mesure supplémentaires à l'étalonnage.

Le logiciel multiWin permet de procéder selon différentes stratégies d'étalonnage, adaptées à la problématique analytique, en fonction de la plage de mesure et de la matrice d'échantillon. Les étalonnages à plusieurs points avec une quantité variable d'échantillon et des concentrations constantes sont effectués avec le multi EA 4000.

4.5.2 Facteur journalier

Grâce au facteur journalier, il est possible de contrôler et de corriger l'étalonnage avec une solution étalon. Tous les résultats de mesure suivants sont multipliés par ce facteur. Le facteur journalier est calculé selon l'équation (7) :

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

4.5.3 Caractéristiques du procédé

Écart-type résiduel	L'écart-type résiduel (variance résiduelle) exprime la dispersion des valeurs intégrales autour de la fonction de régression (précision de la régression).
Écart-type de procédé	L'écart-type de procédé décrit de manière claire et générale la qualité de l'étalonnage. Pour évaluer la qualité d'un étalonnage de manière fiable, utiliser l'écart-type de procédé.
Coefficient de variation de procédé	Le coefficient de variation du procédé (écart-type de procédé relatif) doit être utilisé pour comparer différents étalonnages avec différentes plages d'étalonnage.
Coefficient de corrélation	Le coefficient de corrélation compare la dispersion des points de mesure d'étalonnage de la fonction de régression avec la dispersion totale de l'étalonnage. Si tous les points de mesure d'étalonnage sont sur la fonction de régression calculée, alors le coefficient de corrélation est +1 ou -1. Avec des coefficients de corrélation positifs, la fonction de régression croît et avec des coefficients de corrélation négatifs, elle décroît.
Coefficient de détermination	Le carré du coefficient de corrélation est défini comme coefficient de détermination.

4.5.4 Autres calculs

Pour toutes les mesures pour lesquelles sont effectuées des déterminations multiples, la valeur moyenne (MW), l'écart par défaut (SD) et le coefficient de variation (VK) sont calculés et affichés. On ne peut pas effectuer plus d'une détermination triple par échantillon.

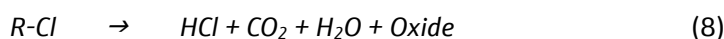
Une seule détermination a lieu pour les mesures du TOC avec le module pour solides TIC automatique avec la méthode différentielle ou pour la détermination du carbone après pyrolyse (TC-EC).

Moyenne	La valeur moyenne du résultat final est calculée à partir des concentrations déterminées pour les déterminations individuelles.
Valeur à blanc de la nacelle	La valeur à blanc de la nacelle est déterminée en amenant dans le four de combustion et en analysant une nacelle vide ou avec des additifs pour l'échantillon. La valeur à blanc de la nacelle peut être déterminée de manière séparée et entrée dans le logiciel de commande et d'analyse multiWin. Avec le temps, cette valeur peut changer et elle doit de nouveau être déterminée avant de commencer une série de mesures. Sinon, on utilise la dernière valeur saisie.

4.6 Détermination Cl

Les échantillons à étudier sont amenés dans une nacelle en verre de quartz dans la chambre de combustion via une écluse à gaz ouverte. L'échantillon est d'abord pyrolysé dans le courant de gaz inerte (argon). Les produits obtenus lors de la pyrolyse sont brûlés entièrement un peu en différé dans le courant d'oxygène.

La réaction a lieu suivant l'équation suivante :



La part de HCl est déterminée par coulométrie après le séchage du gaz de mesure. Les ions de chlorure réagissent alors complètement avec les ions d'argent générés électrolytiquement et forment du chlorure d'argent.



La quantité de chlorure peut être déterminée selon la loi de Faraday à partir de la quantité de la charge consommée pour la génération des ions d'argent.

4.7 Analyse des données en mode Cl

4.7.1 Routine du point final

Après le remplissage de la cellule de mesure ou après chaque remplacement de la solution électrolytique, une routine du point final doit être effectuée afin de déterminer le point de travail du système. La valeur indicatrice déterminée représente aussi bien le point de départ que le point final de la titration. La routine du point final est démarrée par le logiciel multiWin.

4.7.2 Mesure avec dissociation / facteur de dissociation

En mode de fonctionnement avec dissociation, le gaz de mesure sortant de la chambre de combustion est partagé selon un rapport défini. Seule une partie du gaz de réaction parvient à la cellule de mesure pour l'analyse de sorte qu'il est aussi possible de déterminer des concentrations élevées.

Aucune dissociation de gaz n'est faite pour les teneurs en Cl dans la plage de concentration inférieure. Le gaz de mesure passe entièrement à travers l'unité de séchage et la cellule de mesure.

Pour les travaux avec dissociation de gaz, des parts de 10 % et 20 % du gaz de mesure peuvent être sélectionnées. Le facteur de dissociation actuel d'une méthode peut être saisi/visualisé dans la fenêtre de la méthode dans l'onglet CALIBRATION en tant que DAILY FACTOR (option de menu METHOD ► METHOD – EDIT).

Lors de la création d'une nouvelle méthode de dissociation, le facteur de dissociation d'une méthode existante avec le même rapport de dissociation doit d'abord être repris en l'entrant manuellement.

Le contrôle et éventuellement la correction du facteur de dissociation actuel s'effectue avec des solutions étalons.

4.7.3 Exploitation

La détermination CI coulométrique est une méthode d'analyse absolue. Aucun étalonnage n'est effectué. Le résultat est indiqué dans le rapport d'analyse comme masse absolue [μg] et aussi comme concentration [$\mu\text{g/g}$] ou [mg/g].

5 Mise en service

5.1 Exigences adressées à l'emplacement

5.1.1 Conditions d'installation

Les conditions climatiques dans la pièce de l'analyseur doivent satisfaire aux exigences suivantes :

- Plage de température : +10 °C à +35 °C
- Humidité max. de l'air : 90 % à 30 °C
- Pression atmosphérique : 70 kPa à 106 kPa

L'atmosphère du laboratoire doit autant que possible être pauvre en TOC et poussière, mais aussi être exempte de courants d'air, de vapeurs corrosives et organiques, de vibrations et de secousses. Interdiction de fumer dans la pièce de l'analyseur !

Le lieu où est installé l'analyseur doit satisfaire aux exigences suivantes :

- Ne pas placer l'analyseur à proximité immédiate d'une porte ou d'une fenêtre.
- Placer l'analyseur sur une surface résistante à la chaleur et à l'acide.
- Ne pas placer l'analyseur à proximité de sources de parasites électromagnétique.
- Éviter d'exposer l'analyseur au rayonnement direct du soleil et à la chaleur des radiateurs. Prévoir le cas échéant la climatisation du local.
- Ne pas déplacer les portes avant, les parois latérales et les fentes d'aération de l'analyseur par d'autres appareils ou dispositifs !
- Maintenir à l'arrière et sur le côté droit de l'appareil une distance de sécurité d'au moins 5 cm avec les autres appareils ou les murs !

5.1.2 Encombrement

L'encombrement résulte de tous les composants du poste de mesure. Prévoir suffisamment de place pour l'ordinateur, le moniteur, l'imprimante et d'éventuels appareils complémentaires.

5.1.3 Alimentation en énergie



AVERTISSEMENT

L'analyseur multi EA 4000 doit être raccordé uniquement à une prise de courant correctement mise à la terre, conformément à l'indication de tension inscrite sur la plaque signalétique.

Le multi EA 4000 fonctionne avec un courant alternatif monophasé.

Un raccord à 2 phases est possible avec des accessoires en option pour utiliser l'appareil de base avec le module de four (HTS1500) dans des secteurs avec des tensions de 100 V/115 V/120 V/127 V. En cas de besoin, s'adresser à Analytik Jena. Cette installation doit être effectuée uniquement par le service clientèle de la société Analytik Jena ou par un personnel qualifié autorisé et formé par elle.

L'installation du dispositif électrique du laboratoire doit être conforme à la norme DIN VDE 0100. Le point de raccordement doit fournir un courant électrique conforme à la norme CEI 38.

5.1.4 Alimentation en gaz

L'exploitant est responsable de l'alimentation en gaz avec les raccords et les manodétendeurs correspondants.

Les tuyaux de raccordement, d'un diamètre extérieur de 6 mm et intérieur de 4 mm, sont fournis.

Avant la mise en opération, fermer les régulateurs de débit pour argon/oxygène « Ar/O₂ » et oxygène « O₂ » en les tournant dans le sens des aiguilles d'une montre (1, 2 sur Figure 2 p. 20). Ajuster les débits de gaz plus tard selon la méthode utilisée.

5.2 Déballage et mise en place de l'analyseur



AVERTISSEMENT

L'analyseur multi EA 4000 doit être mis en place, monté et installé uniquement par le service clientèle de la société Analytik Jena ou par un personnel qualifié autorisé et formé par elle !

Toute intervention non autorisée sur l'analyseur est susceptible de mettre en danger l'utilisateur et de compromettre la sécurité d'utilisation de l'appareil et restreint ou annule totalement les droits à la garantie.



NOTE

Conserver l'emballage de transport ! En cas d'entretien, le transport de retour doit s'effectuer dans l'emballage d'origine. C'est seulement ainsi que peuvent être évités les dommages dus au transport.

Le déballage et le montage de l'analyseur multi EA 4000 doivent être effectués par le service clientèle de la société Analytik Jena ou par un personnel qualifié autorisé et formé par elle.

Vérifier lors du déballage de l'appareil l'intégralité et l'intégrité de la livraison conformément à la liste de colisage fournie.

Le service clientèle teste l'analyseur après le montage et documente le test.

5.3 Mise en place de l'analyseur avec différents modules de détection



NOTE

Toujours arrêter le multi EA 4000 avant la mise en place !

Le branchement ou le débranchement de contacts électriques peut endommager l'électronique sensible du multi EA 4000 et des modules de détection.

5.3.1 Mise en place du multi EA 4000 C/S

Raccords

Pour la combinaison multi EA 4000 – module C/S, les raccords et connexions suivants doivent être établis :

Raccords multi EA 4000		Objet
« analyte out »	⇒	Module C/S « analyte »
« O ₂ »	⇒	Raccord de gaz oxygène
Câble secteur	⇒	Raccordement au réseau
« com1 »	⇒	Module C/S « COM »
« pump in »	⇒	Module C/S « pump »
« Ar »	⇒	Raccord de gaz pour l'argon (est nécessaire uniquement pour la mesure CI et la détermination du carbone après pyrolyse)
« waste out »	⇒	Sortie ouverte pour l'air sortant de l'analyseur
Autres raccords du module C/S		Objet
« PC »	⇒	Port USB pour le raccordement à l'ordinateur
« scale »	⇒	Balance externe (en option)
« sampler »	⇒	Raccord du passeur d'échantillons FPG 48
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau

Le plan de la tuyauterie suivant (Figure 32) s'applique également à la détermination du carbone après pyrolyse, disponible en option. Fixer en plus un tube d'aspiration à proximité immédiate de l'entrée du four pour les mesures de pyrolyse.

Plan de la tuyauterie

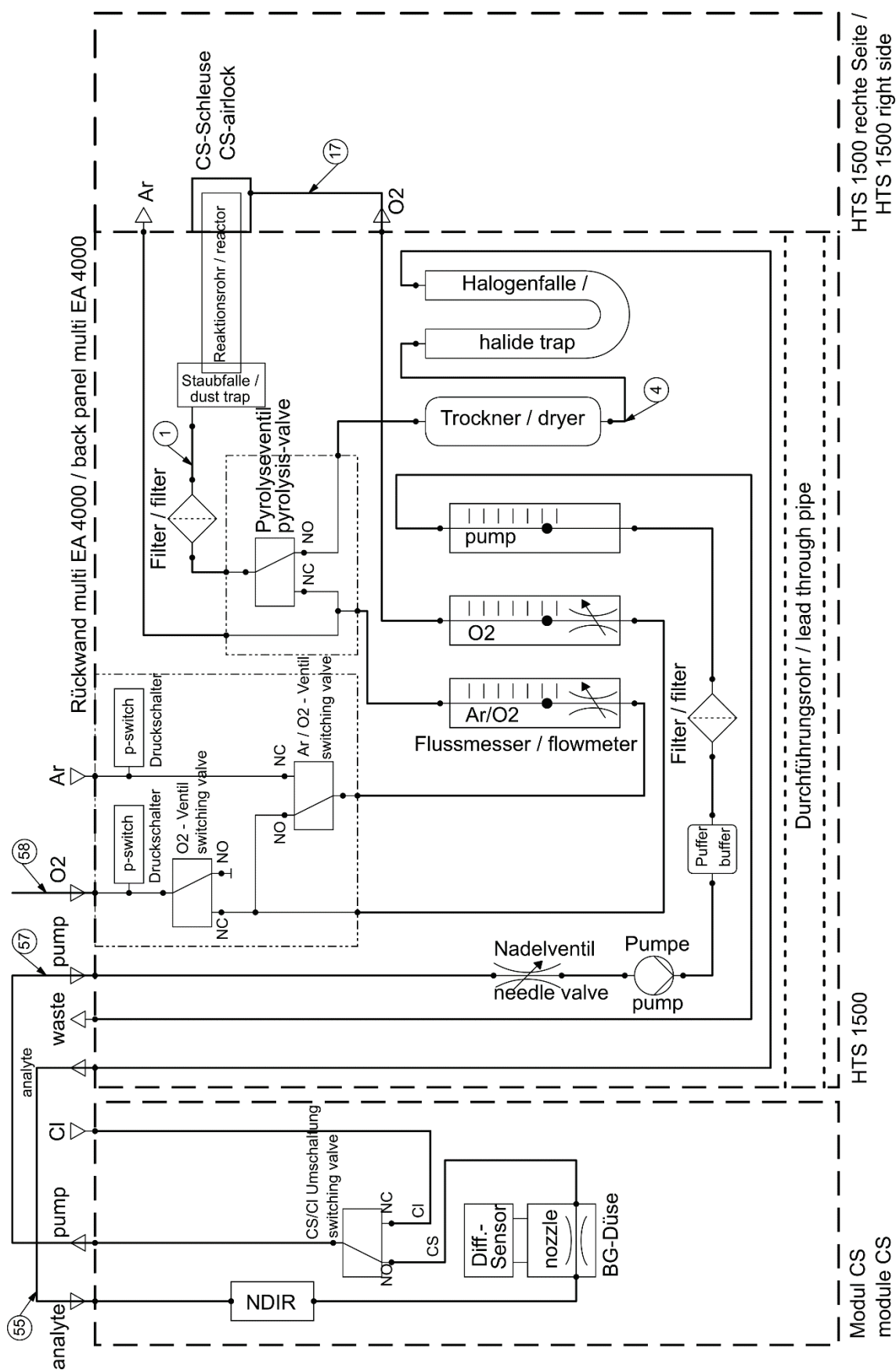


Figure 32 multi EA 4000 C/S

5.3.2 Installation du multi EA 4000 CI

Raccords

Raccords multi EA 4000		Objet
« analyte out »	⇒	Sortie ouverte
« O ₂ »	⇒	Raccord de gaz pour l'oxygène
« Ar »	⇒	Raccord de gaz pour l'argon
Câble secteur	⇒	Raccordement au réseau
« com1 »	⇒	Module CI « COM »
« pump in »	⇒	Module CI « pump »
« waste out »	⇒	Sortie ouverte pour l'air sortant de l'analyseur
Autres raccords du module CI		Objet
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau
« sampler »	⇒	Raccord du passeur d'échantillons FPG 48
« PC »	⇒	Port USB pour le raccordement à l'ordinateur
« scale »	⇒	Balance externe (en option)

Plan de la tuyauterie

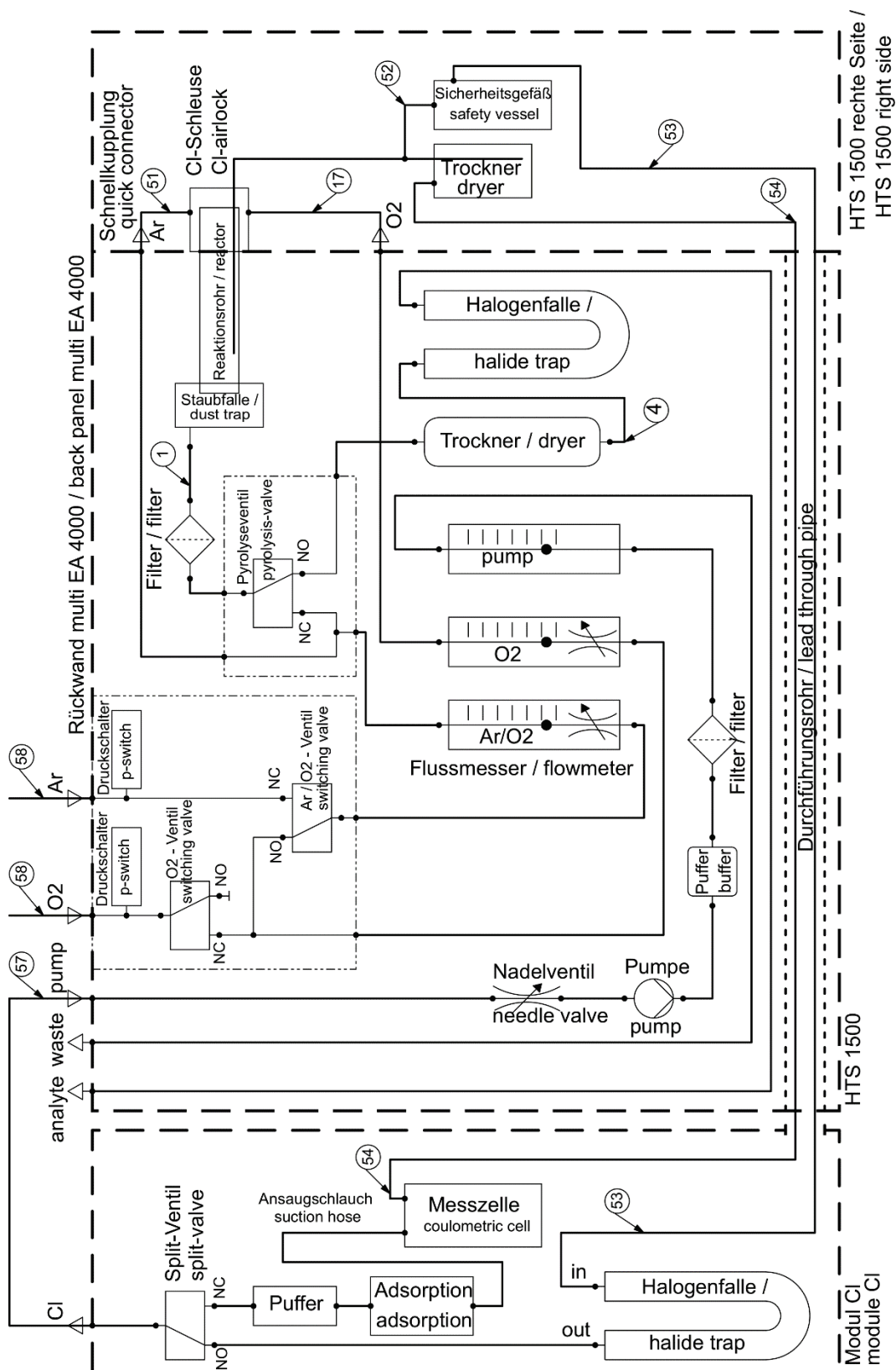


Figure 33 multi EA 4000 C/S

5.3.3 Installation du multi EA 4000 C/S CI

Raccords

Pour la combinaison multi EA 4000 – module C/S – module CI, les raccords et liaisons suivants doivent être établis :

Raccords multi EA 4000		Objet
« analyte out »	⇒	Module C/S « analyte »
« O ₂ »	⇒	Raccord de gaz oxygène
Câble secteur	⇒	Raccordement au réseau
« com1 »	⇒	Module C/S « COM »
« pump in »	⇒	Module C/S « pump »
« Ar »	⇒	Raccord de gaz pour l'argon (est nécessaire uniquement pour la mesure CI et la pyrolyse)
« waste out »	⇒	Sortie ouverte pour l'air sortant de l'analyseur
Autres raccords du module C/S		Objet
« PC »	⇒	Port USB pour le raccordement à l'ordinateur
« CI-Coul »	⇒	Module CI « CI-Coul »
« scale »	⇒	Balance externe (en option)
« sampler »	⇒	Raccord du passeur d'échantillons FPG 48
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau
Autres raccords du module CI		Objet
« CI »	⇒	Module C/S « CI »
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau

Le plan de la tuyauterie suivant (Figure 34) s'applique également à la détermination du carbone après pyrolyse, disponible en option. Fixer en plus un tube d'aspiration à proximité immédiate de l'entrée du four pour les mesures de pyrolyse.

Plans de la tuyauterie

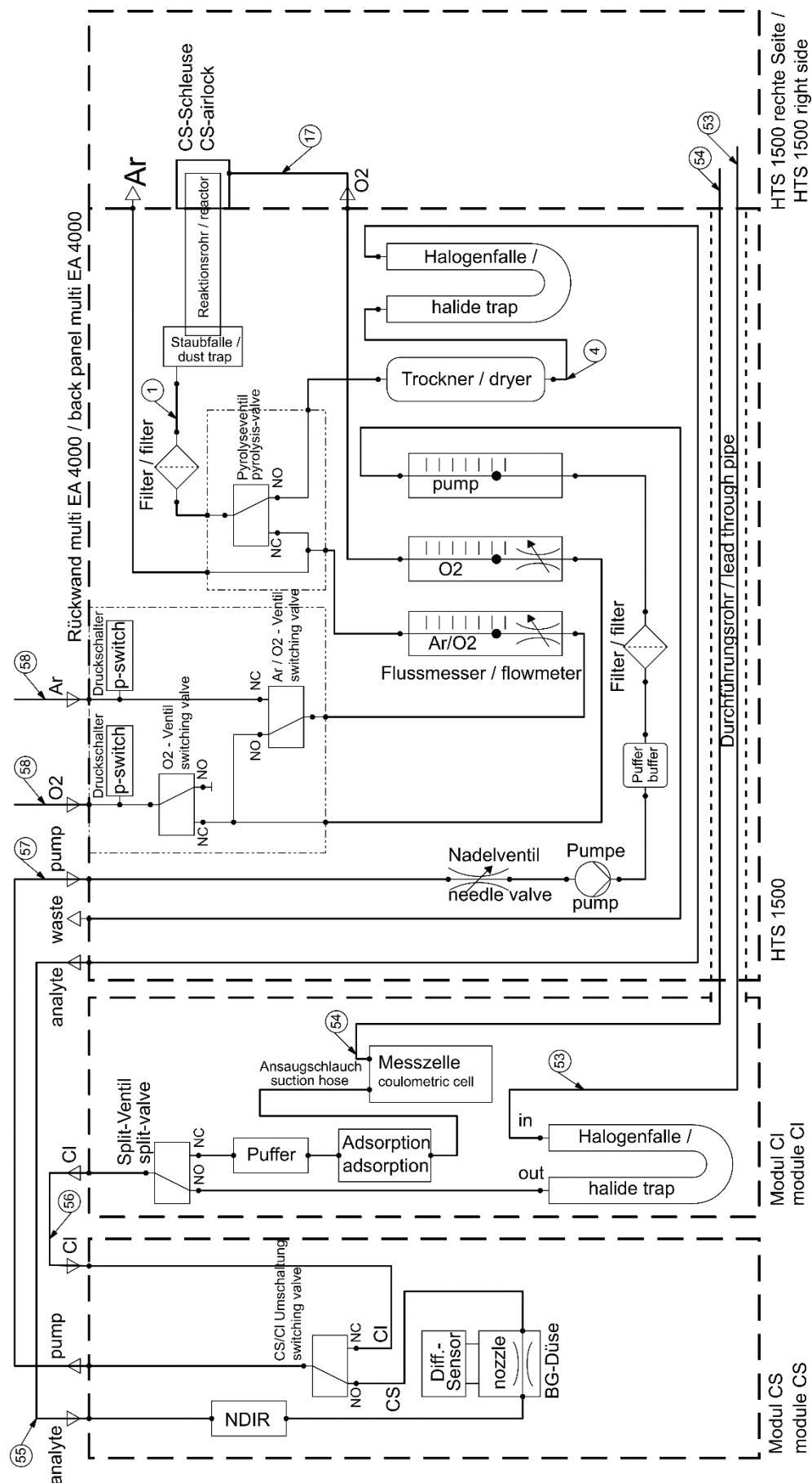


Figure 34 multi EA C/S CI pour mesures C/S

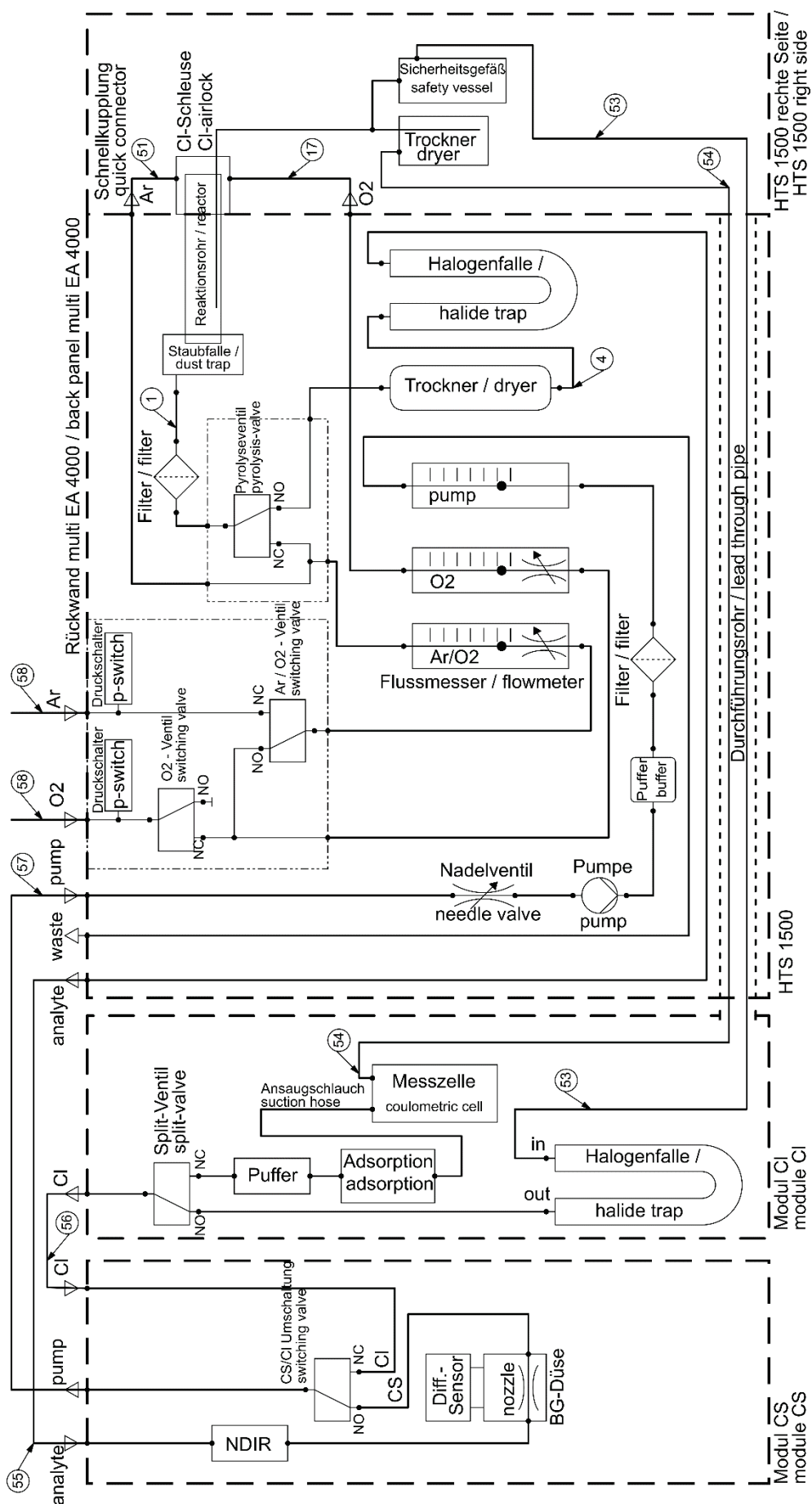


Figure 35 multi EA 4000 C/S Cl pour mesures Cl

5.3.4 Installation du module pour solides TIC automatique

Raccords

Pour la combinaison multi EA 4000 – module C/S - module CI, les raccords et liaisons suivants doivent être établis :

Raccords multi EA 4000		Objet
« analyte out »	⇒	Module TIC « analyte (HT) »
« O ₂ »	⇒	Raccord de gaz oxygène
Câble secteur	⇒	Raccordement au réseau
« com1 »	⇒	Module TIC « COM (HT) »
« pump in »	⇒	Module C/S « pump »
« Ar »	⇒	Raccord de gaz pour l'argon (est nécessaire uniquement pour la mesure CI et la pyrolyse)
« waste out »	⇒	Sortie ouverte pour l'air sortant de l'analyseur
Autres raccords du module C/S		Objet
« PC »	⇒	Port USB pour le raccordement à l'ordinateur
« valve »	⇒	Module TIC « valve (module) »
« scale »	⇒	Balance externe (en option)
« COM »	⇒	Module TIC « COM (module) »
« sampler »	⇒	Raccord du passeur d'échantillons FPG 48
« analyte »	⇒	Module TIC « analyte (module) »
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau
Autres raccords du module TIC		Objet
« waste »	⇒	Raccord pour le tuyau de déchets pour évacuer le condensat
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau

Plans de la tuyauterie

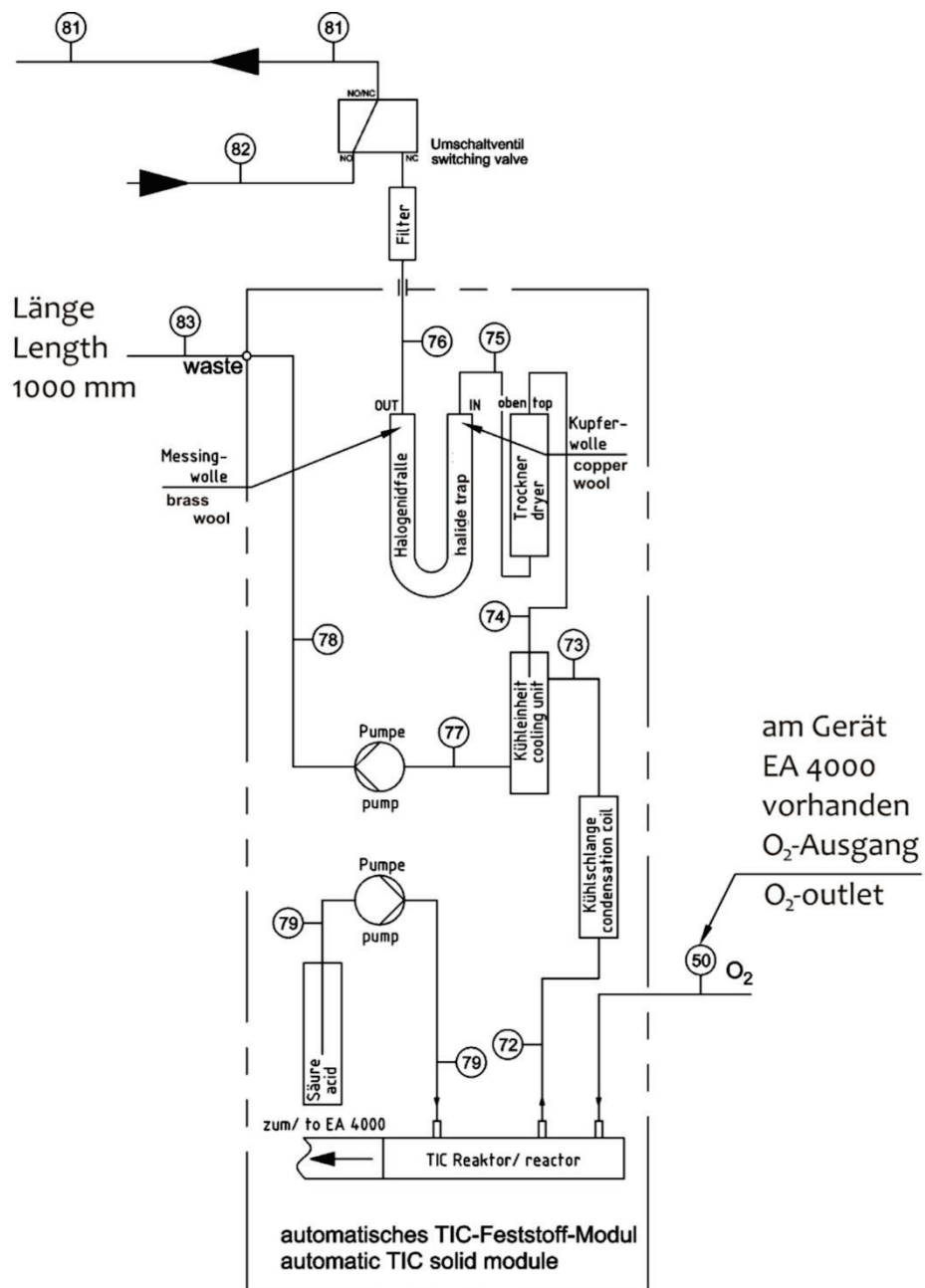


Figure 36 Module pour solides TIC automatique

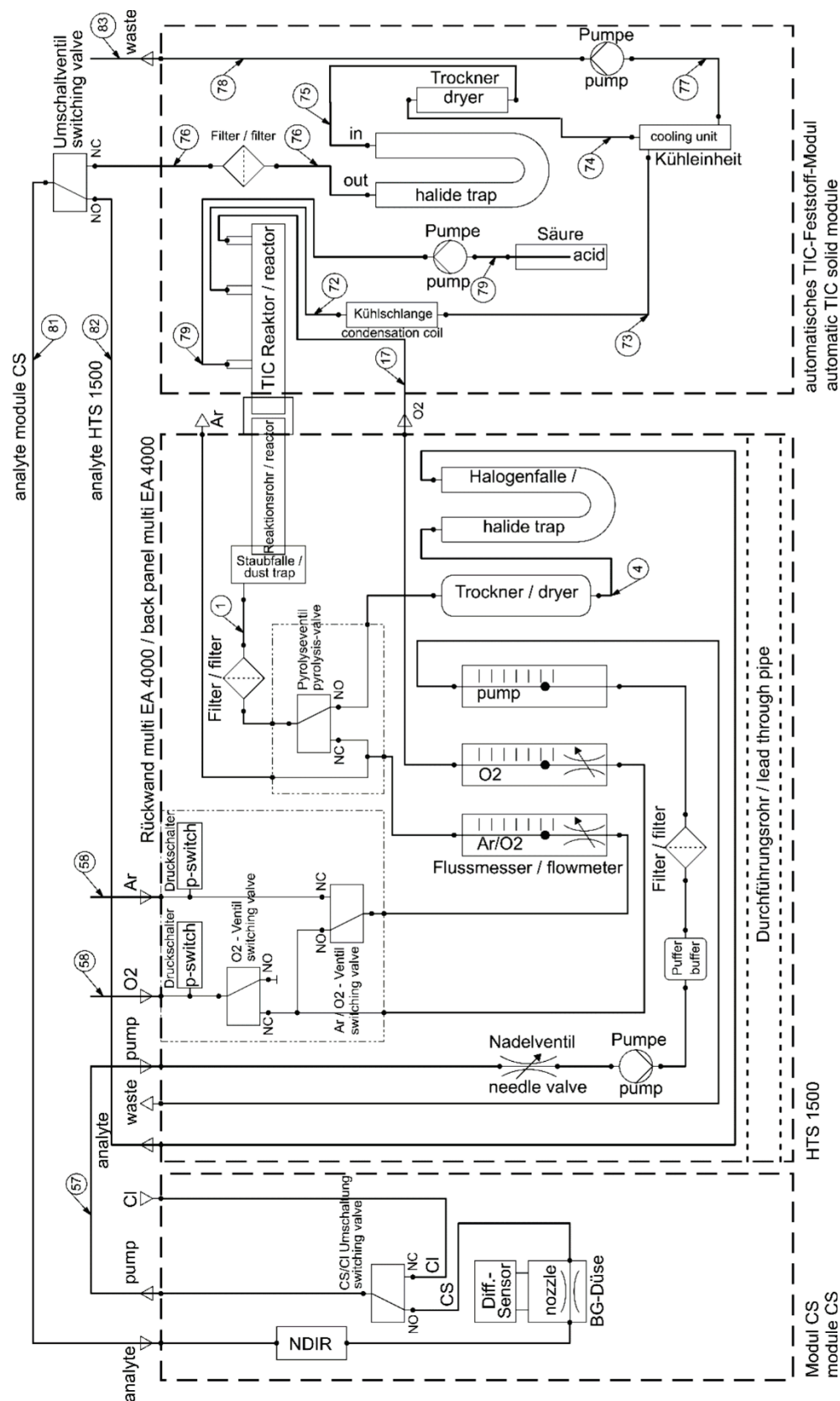


Figure 37 multi EA 4000 C/S avec module pour solides TIC automatique

5.3.5 Mise en place du module pour solides TIC manuel

Raccords et
connexions

Pour la combinaison multi EA 4000 – module C/S - module pour solides TIC, les raccords et liaisons suivants doivent être établis :

Raccords multi EA 4000		Objet
« analyte out »	⇒	ouvert
« O ₂ »	⇒	Raccord de gaz oxygène
Câble secteur	⇒	Raccordement au réseau
« com1 »	⇒	Module C/S « COM »
« pump in »	⇒	ouvert
« Ar »	⇒	Raccord de gaz pour l'argon
« waste out »	⇒	Sortie ouverte pour l'air sortant de l'analyseur
Raccords du module C/S		Objet
« PC »	⇒	Port USB pour le raccordement à l'ordinateur
« scale »	⇒	Balance externe (en option)
« pump »	⇒	ouvert
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau
Raccord « analyte »	⇒	Module TIC « analyte »
Autres raccords du module TIC		
« O ₂ »	⇒	Raccord de gaz oxygène avec raccord rapide Régler la pression d'admission de l'oxygène sur 200 à 400 kPa (29 - 58 psi)
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau

Plans de la tuyauterie

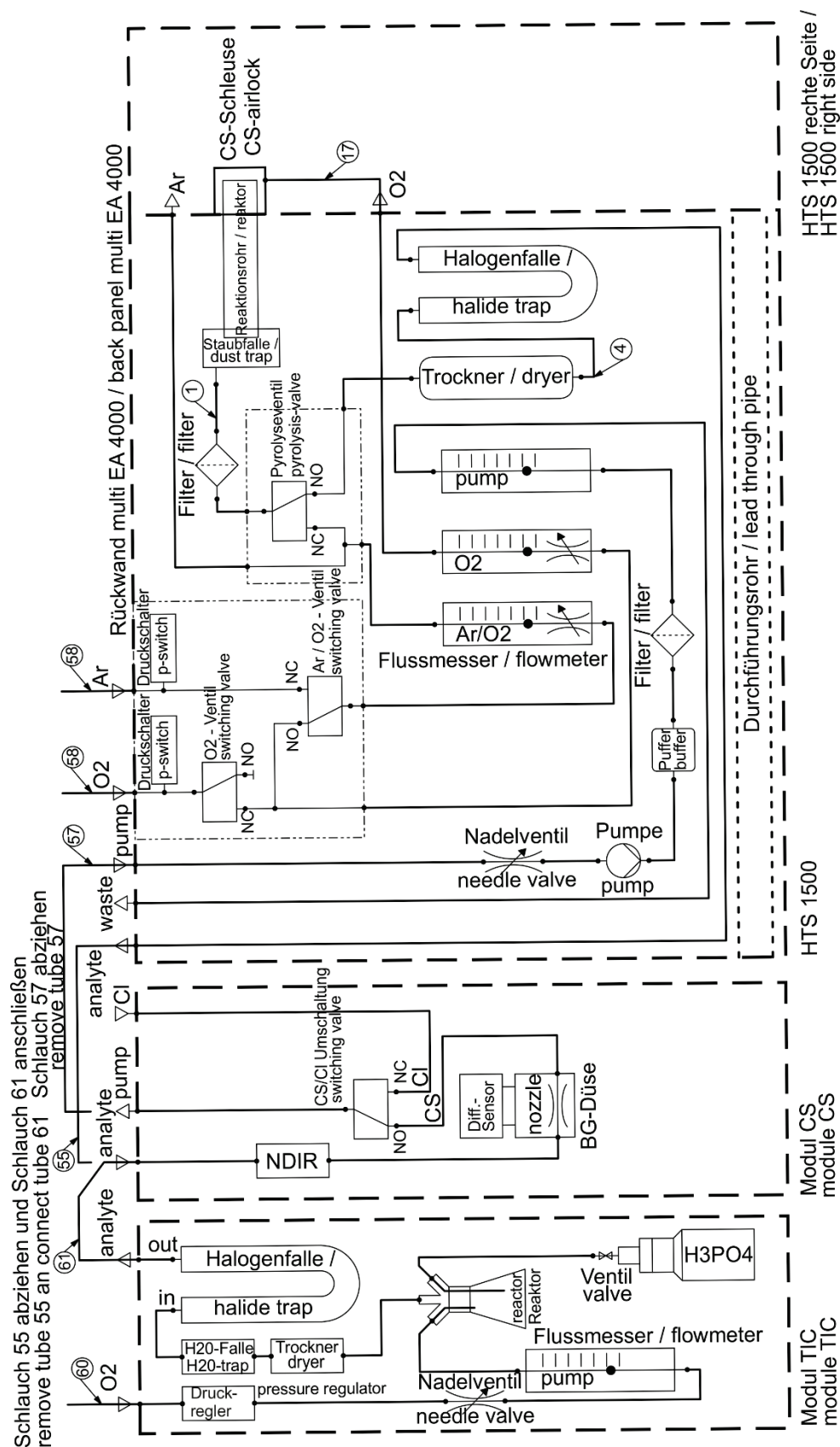


Figure 38 multi EA 4000 C/S avec module pour solides TIC man

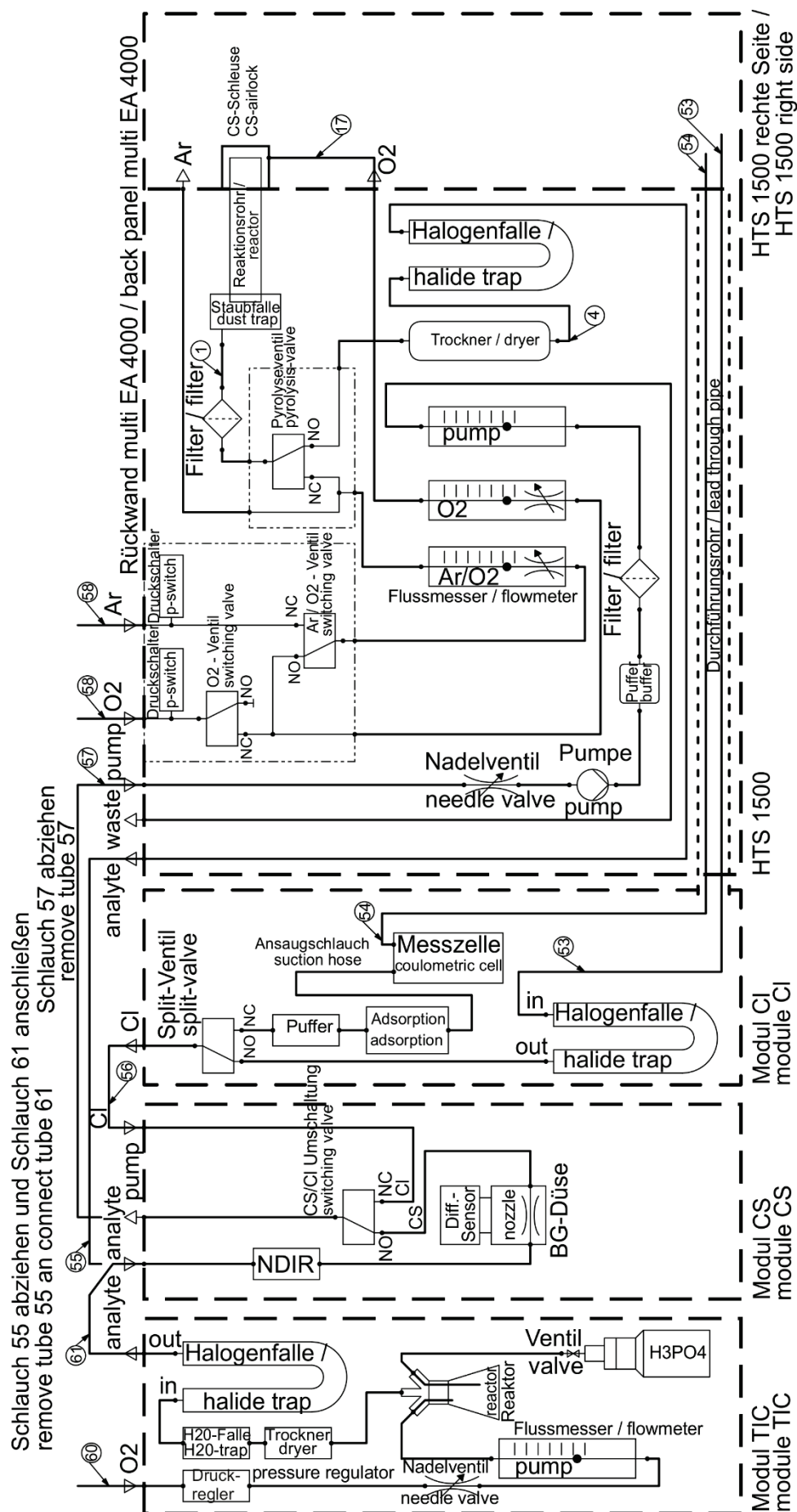


Figure 39 multi EA 4000 C/S Cl avec module pour solides TIC man.

5.4 Raccordement et utilisation du passeur d'échantillons



ATTENTION

Risque de brûlure avec le four de combustion chaud ! Laisser l'appareil de base refroidir suffisamment longtemps avant de mettre en place et d'aligner le passeur d'échantillons !

Risque de brûlure avec la nacelle et le crochet en céramique chauds pendant le fonctionnement du passeur d'échantillons ! La nacelle et le crochet restent chauds encore longtemps après leur retrait du four.



ATTENTION

Risque d'écrasement ! Le bras de prélèvement, le grappin et le carrousel de nacelles se déplacent pendant la mise en marche, l'initialisation, l'ajustage et en mode de mesure. Respecter une distance suffisante pour éviter tout écrasement des mains.



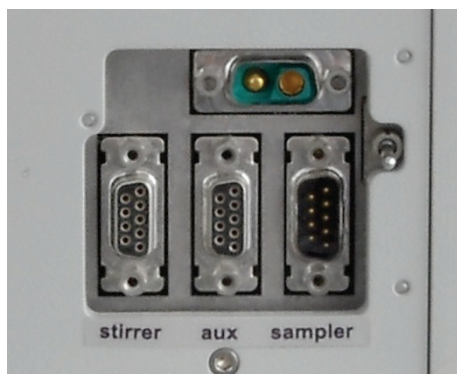
NOTE

Raccorder les appareils uniquement lorsqu'ils sont arrêtés. Risque de dommage de l'électronique sensible.

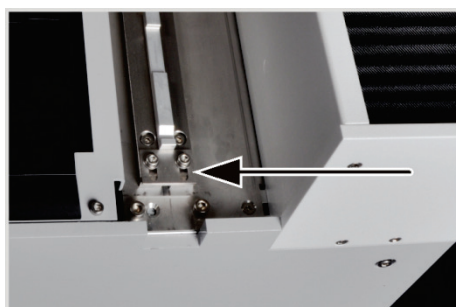
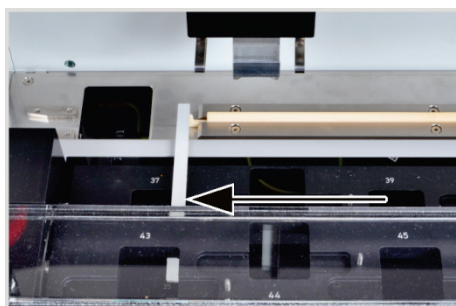
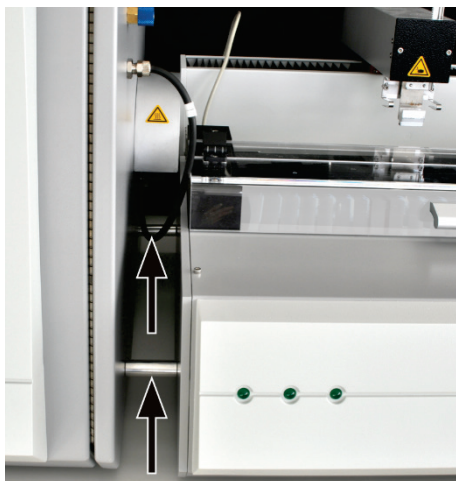
Veiller à ce que le passeur d'échantillons soit parallèle à l'appareil de base et se trouve au même niveau que le tube de travail ! Si la nacelle d'échantillon est introduite dans le four en biais ou à la mauvaise hauteur par rapport au tube de travail, le crochet en céramique peut se rompre ou le tube de travail peut être endommagé.

5.4.1 Mise en place et ajustage du passeur d'échantillons FPG 48

Raccorder le passeur d'échantillons à l'analyseur en procédant comme suit :



1. Placer le passeur d'échantillons à droite de l'analyseur.
2. Brancher le câble côté basse tension du bloc d'alimentation de table sur le raccord situé à l'arrière du passeur d'échantillons. Raccorder le bloc d'alimentation au secteur.
3. Brancher le câble de données série fourni sur l'interface « sampler » située à l'arrière du passeur d'échantillons. Raccorder l'autre extrémité du câble à l'interface « sampler » située à l'arrière du module avec l'unité de commande (module C/S ou module CI).
4. Raccorder le capteur de nacelle au raccord « aux » situé à l'arrière du passeur d'échantillons.
5. Brancher le conducteur de protection sur le raccord situé à l'arrière de l'appareil de base.



6. Installer le passeur d'échantillons parallèlement à l'appareil de base. Le prolongement du crochet doit se situer au milieu de l'écluse à gaz.

Approcher le passeur d'échantillons de l'appareil de base jusqu'à ce que le FPG 48 touche les entretoises sur l'appareil de base. Il reste une fente d'env. 2 mm entre le FPG 48 et l'écluse à gaz, qui peut compenser la dilatation thermique du tube de combustion.

7. En cas de besoin, adapter la hauteur du passeur d'échantillons à l'aide des pieds réglables. Le bord inférieur de l'ouverture de l'écluse à gaz doit se situer au niveau du bord supérieur de la surface de dépose du passeur d'échantillons.

8. Placer le crochet en céramique dans le rail de guidage du passeur d'échantillons.

9. Mettre la tige coulissante sur le crochet de manière à ce que le tenon soit dans la fente.

10. Insérer une nacelle dans l'avance (accrocher l'œillet de la nacelle dans le crochet) et pousser la nacelle à la main avec précaution dans le four. Veiller à ce que le crochet ne se plie pas ou n'avance pas en biais. Modifier sinon la position du passeur d'échantillons.

11. Contrôler la position initiale du crochet en céramique. Le crochet doit être aligné avec le bord droit de la position gauche de la nacelle (ici position 37).

Pour ce faire, placer une bande de papier ou de plastique droite (p. ex. une règle) sur le bord et positionner la pointe du crochet en céramique.

12. Lorsque le réglage effectué en usine ne correspond pas, desserrer les vis sur la tôle de butée du rail de guidage. Pousser la tôle jusqu'à ce qu'elle touche l'extrémité de la tige coulissante. Fixer la tôle de butée avec les vis.

Note ! Ne pas déplacer le bras du passeur d'échantillons à la main lorsque le passeur d'échantillons est en marche. Les entraînements du FPG 48 risquent d'être endommagés.

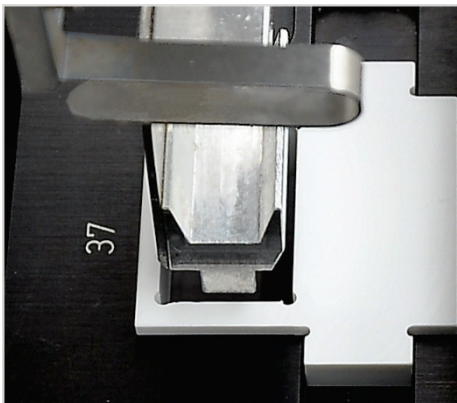
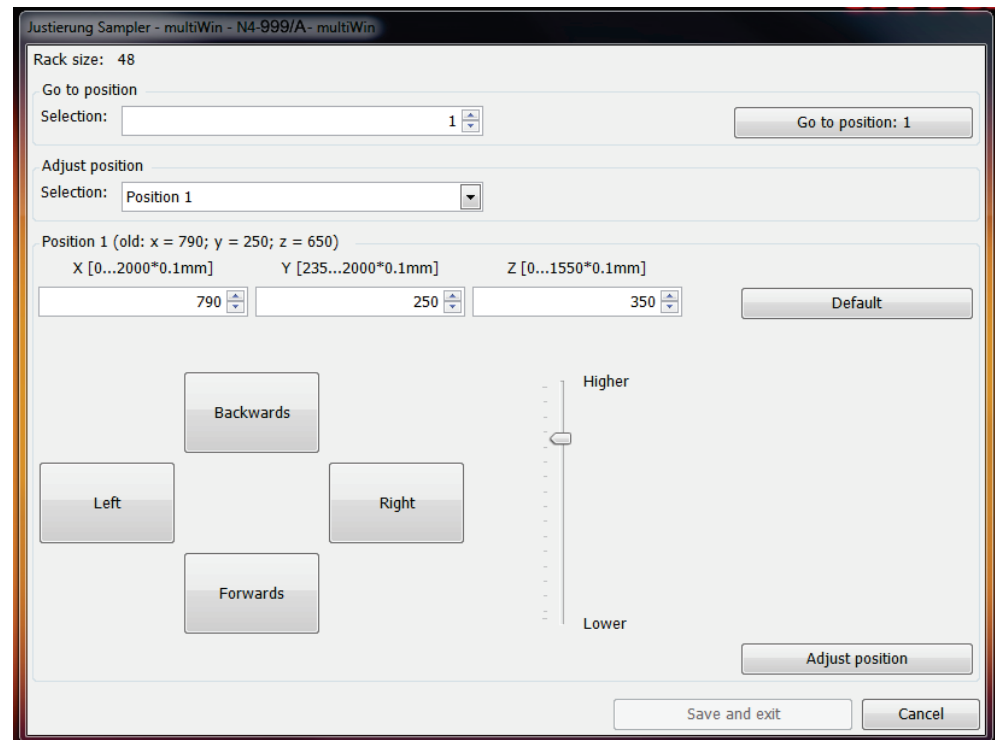
Ajustage du grappin

Positionner le grappin à l'aide du logiciel multiWin dans les positions suivantes :

- Position 1
- Position coulissante
- Rail d'éjection (p. ex. après l'installation du module pour solides TIC automatique)

Position 1

1. Mettre en marche l'appareil de base et le détecteur avec unité de commande, et le cas échéant, activer le module pour solides TIC automatique et le FPG 48. Démarrer le logiciel multiWin et initialiser l'analyseur.
2. Sélectionner la commande de menu SYSTEM ► SAMPLER ALIGNMENT. La fenêtre du même nom s'ouvre.



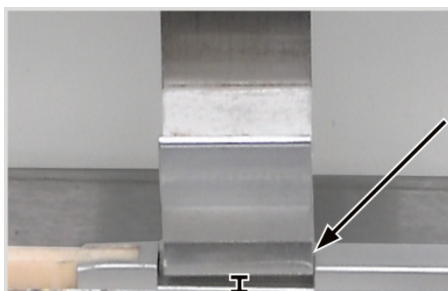
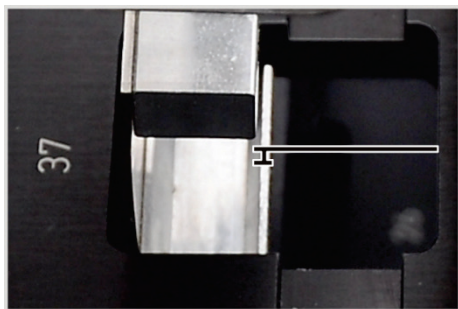
3. Placer l'outil d'ajustage dans la position de la nacelle à ajuster sur le rack (ici position 37).
4. Dans la liste, sélectionner l'option POSITION 1 et cliquer sur [ADJUST POSITION]. Le bras du passeur d'échantillons se déplace au-dessus de la position gauche de la nacelle.
5. Vérifier que le grappin se trouve au milieu au-dessus de l'ouverture de l'outil d'ajustage et qu'il peut pénétrer dans l'ouverture sans obstacle. Corriger l'alignement sur les axes x et y, le cas échéant, avec les touches de direction.

Pour l'ajustage grossier, sélectionner une valeur z de 350, et pour l'ajustage fin, des valeurs de 450-550. Cela permet d'empêcher le grappin de se heurter violemment au passeur d'échantillons. Contrôler les modifications en cliquant sur [ADJUST POSITION].

6. Ajuster le niveau d'abaissement du grappin.

Recliquer sur [ADJUST POSITION]. Lorsque le bras du passeur d'échantillons revient dans la position de base, retirer l'outil d'ajustage.

7. Modifier le niveau d'abaissement du grappin à l'aide du régulateur HIGHER / LOWER et régler la nouvelle position en cliquant sur [ADJUST POSITION].



8. Répéter le processus jusqu'à ce que le grappin se trouve à seulement quelques millimètres sous le plateau de nacelles. Cela permet d'empêcher la nacelle de glisser lorsqu'elle est prise par le grappin.
9. Cliquer sur [SAVE AND EXIT].

Position coulissante

La position coulissante est l'encoche dans la tige coulissante du crochet en céramique. Le bras du passeur d'échantillons pénètre dans l'encoche et pousse le crochet dans le four.

1. Mettre le crochet en céramique avec la tige coulissante sur la tôle de butée du FPG 48.
2. Dans la fenêtre SAMPLER ALIGNMENT, sélectionner dans la liste SLIDING POSITION et cliquer sur [ADJUST POSITION].

Le bras du passeur d'échantillons se déplace au-dessus de la position coulissante.

3. Modifier le niveau d'abaissement du grappin à l'aide du régulateur HIGHER / LOWER. À l'aide des boutons [LEFT]/[RIGHT] et [FORWARDS]/[BACKWARDS], ajuster la position dans l'encoche.

Le grappin doit être ajusté à droite et au centre dans l'encoche. Le grappin doit flotter à env. 1 mm au-dessus de l'encoche. Le bras du passeur d'échantillons ne doit exercer aucune pression vers le bas sur la tige coulissante.

4. Régler la nouvelle position en cliquant sur [ADJUST POSITION].
5. Répéter le processus jusqu'à ce que l'ajustage soit suffisant. Pour terminer, cliquer sur [SAVE AND EXIT].

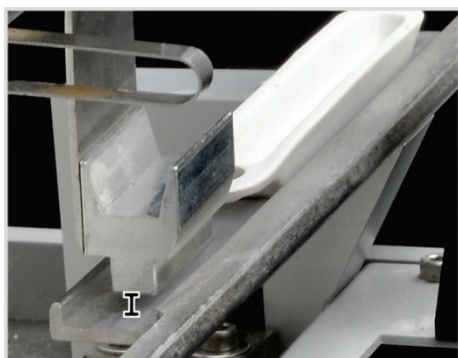
Rail d'éjection

Uniquement lorsque le plateau de nacelles est monté (p. ex. en cas d'utilisation du module pour solides TIC automatique)

1. Dans la fenêtre SAMPLER ALIGNMENT, sélectionner dans la liste EJECTION RAIL et cliquer sur [ADJUST POSITION].
2. Régler le niveau d'abaissement du grappin à l'aide du régulateur HIGHER / LOWER.

Le grappin doit flotter à env. 1 mm au-dessus du rail et ne doit pas être posé.

3. Placer une nacelle à côté du grappin et vérifier que la nacelle ne peut pas glisser sous le grappin.
4. Régler la nouvelle position en cliquant sur [ADJUST POSITION].
5. Lorsque la position est ajustée, cliquer sur [SAVE AND EXIT].



5.4.2 Installation du capteur de nacelle

Le capteur de nacelle surveille le passage de la nacelle du passeur d'échantillons FPG 48 dans le four. Il détecte les états d'erreur suivants :

- nacelle en céramique cassée
- absence de nacelle en céramique sur le crochet

Si l'un des états d'erreur se produit, la mesure est immédiatement interrompue. Un message d'erreur apparaît dans le logiciel multiWin.

Si le capteur de nacelle n'est pas déjà installé sur le passeur d'échantillons, le monter comme suit :



1. Mettre le capteur de nacelle par la gauche sur le rail de guidage court du FPG 48.
2. Visser à fond le capteur de nacelle à l'aide des deux vis à six pans creux.
3. Raccorder le capteur de nacelle au raccord « aux » situé à l'arrière du FPG 48.

Pour reprendre une mesure après une interruption :

1. Confirmer le message d'erreur dans le logiciel.
2. En cas de besoin, retirer les morceaux de nacelle cassés du four et du crochet.
3. Pousser le crochet en céramique à la main jusqu'en butée de fin de course.
4. Réinitialiser l'appareil.

5.4.3 Équipement ultérieur du passeur d'échantillons FPG 48 avec le plateau de nacelles

Pour les mesures avec le module pour solides TIC automatique, le passeur d'échantillons doit être transformé. Les composants suivants doivent être montés ultérieurement :

- plateau de nacelles (bloc avec rail d'éjection pour les nacelles usagées)
- crochet en céramique avec longue tige coulissante
- élément de recouvrement pour crochet en céramique et tige coulissante

Avec le plateau de nacelles, le passeur d'échantillons peut éjecter les nacelles usagées et mouillées avec de l'acide dans un réservoir à déchets. L'utilisation du plateau de nacelles est recommandée pour ne pas endommager inutilement le carrousel de nacelles par des éclaboussures d'acide lorsque les nacelles usagées sont éjectées.

La longue tige coulissante pour le crochet en céramique est nécessaire pour pouvoir pousser les nacelles pour les déterminations TOC via le réacteur TIC jusque dans le four de l'appareil de base. L'élément de recouvrement dépasse le passeur d'échantillons sur le côté droit. Il empêche que la tige coulissante ou le crochet en céramique ne soit endommagés lorsqu'ils se rétractent.

Les trois composants peuvent également être commandés séparément.

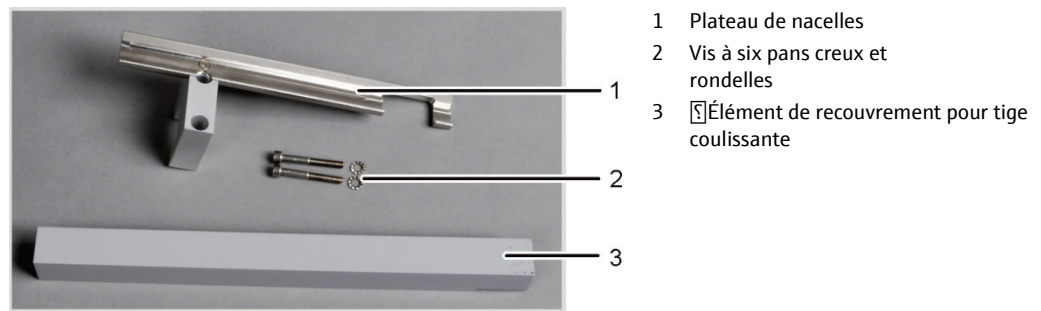
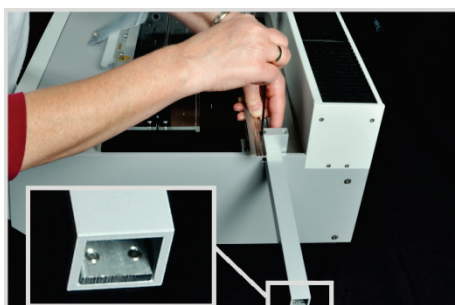
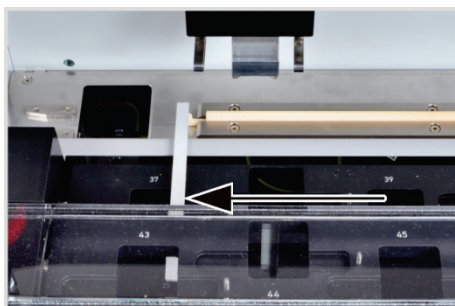
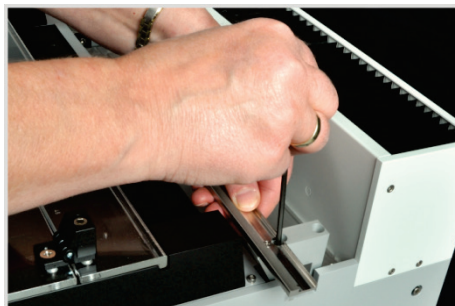
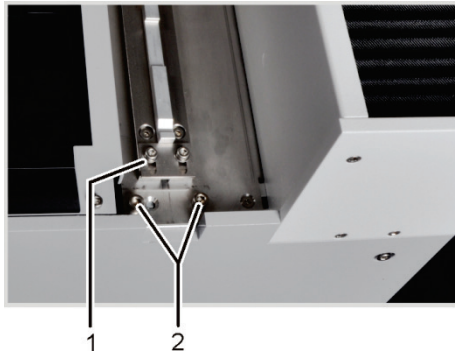


Figure 40 Kit de transformation du FPG 48



1. Dévisser la tôle de butée du rail de guidage (1).

2. Retirer les deux vis à six pans creux (2).

3. Visser sans serrer le plateau de nacelles sur le FPG 48 avec les vis fournies.

4. Mettre l'élément de recouvrement du crochet sous le bloc.

5. Placer le crochet en céramique dans le rail de guidage du passeur d'échantillons.

6. Mettre la longue tige coulissante sur le crochet de sorte que le tenon se trouve dans la fente.

7. Ajuster le crochet en céramique dans la position initiale. La pointe du crochet doit être alignée avec le bord droit de la position gauche de la nacelle (ici position 37).

Placer une bande de papier ou de plastique droite (p. ex. une règle) sur le bord et positionner le crochet en céramique.

8. Décaler l'élément de recouvrement de sorte que l'extrémité arrière de la tige coulissante touche la tôle de butée à l'extrémité du recouvrement. (Tôle de butée, voir détail de la figure)

9. Serrer à la main les vis à six pans creux sur le bloc et coincer le couvercle dans sa position ajustée.

Lors du serrage des vis, positionner le plateau de nacelles parallèlement au rail de guidage.

10. Démarrer le logiciel multiWin et se connecter en tant qu'administrateur.

11. Sélectionner la commande de menu DEVICE ► – EDIT.

La fenêtre du même nom s'ouvre.

12. Dans la partie ACCESSORY MODULES, cocher la case sous EJECTION RAIL.

13. Ajuster la position du grappin par rapport au rail d'éjection (→ voir section « Mise en place et ajustage du passeur d'échantillons FPG 48 », p. 64).

5.4.4 Interruption de la mesure pendant l'utilisation du passeur d'échantillons FPG 48



NOTE

Après une interruption manuelle de la mesure ou en cas d'interruption de la mesure due à une erreur de l'appareil, pousser le crochet en céramique à la main jusqu'en butée de fin de course, avant de reprendre la mesure.

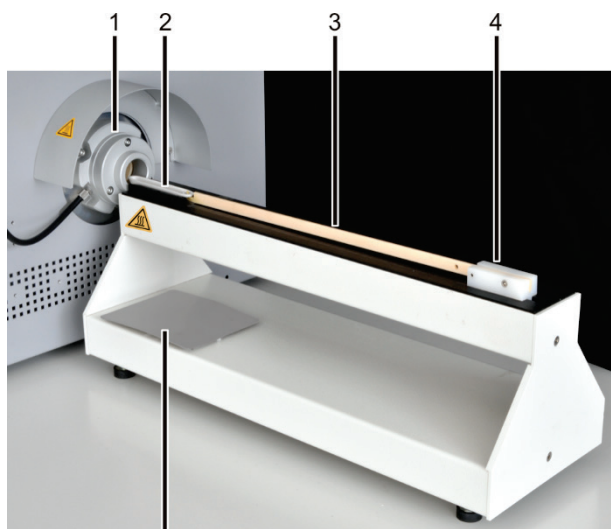
5.4.5 Utilisation de l'avance manuelle d'échantillons



ATTENTION

Risque de brûlure avec le four de combustion chaud ! Laisser l'appareil de base refroidir suffisamment longtemps avant de mettre en place l'avance manuelle d'échantillons !

Risque de brûlure avec la nacelle et le crochet en céramique chauds pendant le fonctionnement avec l'avance d'échantillons ! La nacelle et le crochet restent chauds encore longtemps après leur retrait du four.



- | | |
|------------------------|---------------------|
| 1 Écluse à gaz | 4 Poignée |
| 2 Nacelle en céramique | 5 Surface de dépose |
| 3 Crochet en céramique | |

1. Placer l'avance manuelle d'échantillons devant l'écluse à gaz. Positionner l'avance d'échantillons de sorte que la nacelle en céramique se déplace exactement au milieu dans l'écluse à gaz.
L'écart entre l'avance d'échantillons et l'écluse à gaz doit être d'env. 2 mm.

2. Placer une nacelle avec l'œillet sur le crochet de l'avance d'échantillons et pousser la nacelle dans le four.

Attention ! Saisir le crochet uniquement par la poignée. Risque de brûlure avec le four de combustion !

Corriger la position de l'avance d'échantillons si la nacelle se plie.

3. Retirer les nacelles chaudes du crochet à l'aide d'une pince et les laisser refroidir sur la surface de dépose.

5.5 Raccordement et utilisation d'une balance externe

En cas d'utilisation d'une balance externe, les masses des échantillons peuvent être reprises directement dans le tableau de séquence.

1. Raccorder la balance au raccord « scale » du module C/S ou du module CI.
2. Raccorder la balance à l'alimentation électrique puis la mettre en marche.
3. Régler le débit en bauds sur 9600.
4. Se reporter à la documentation de la balance pour les autres réglages.

Pour prendre en compte la pesée des échantillons, procéder comme suit :

5. Démarrer la mesure jusqu'à la saisie de la séquence d'analyse.
6. Dans le tableau de séquence, cliquer sur le champ WEIGHT de l'échantillon.
7. Peser l'échantillon sur la nacelle.
8. Reprendre la valeur de la balance avec [OK].
 - ✓ La pesée s'affiche dans le champ de saisie.
9. Répéter les étapes (2) - (4) pour chaque ligne de séquence.

6 Utilisation

6.1 Mise en marche/phase de démarrage/configuration



ATTENTION

Risque d'écrasement avec le passeur d'échantillons FPG 48 ! Le bras du passeur d'échantillons, le grappin et le carrousel de nacelles se déplacent pendant la mise en marche et l'initialisation. Respecter une distance suffisante pour éviter tout écrasement des mains.



NOTE

En cas de grandes différences entre les températures de stockage et d'installation, attendre que le multi EA 4000 soit à la température ambiante avant de le raccorder afin d'éviter toute formation de condensation susceptible d'endommager l'appareil.

Contrôler avant la mise en marche :

- Les gaz tels que l'oxygène et l'argon (pour la détermination Cl ou la détermination du carbone élémentaire) sont raccordés avec une pression d'admission de 200 - 400 kPa (29 - 58 psi).
- Un tube de combustion est placé dans le four.
- Les tuyaux de gaz sont raccordés à l'écluse à gaz ou au réacteur TIC.
- Les modules d'analyse sont raccordés.
- L'avance manuelle d'échantillons ou le passeur d'échantillons sont mis en place et ajustés.
- L'ordinateur est raccordé et le logiciel multiWin est installé.

Ordre de mise en marche

1. Ouvrir les gaz sur le détendeur (pression d'admission de 200 - 400 kPa ou 29 - 58 psi).
2. Allumer l'ordinateur.
3. Mettre en marche le passeur d'échantillons FPG 48 (en option).
 - ✓ Le passeur d'échantillons FPG 48 s'initialise.
4. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000 avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière de l'appareil et avec l'interrupteur marche/arrêt situé à l'avant (derrière les portes).
5. Activer les modules d'analyse.
 - ✓ Les appareils se mettent en marche. Les lampes d'état à l'avant de l'appareil de base et des modules sont allumées.
6. Démarrer le logiciel multiWin.
7. Effectuer la connexion utilisateur.

Toujours saisir ADMIN comme USER et PASSWORD. Cet utilisateur est créé lors de l'installation du logiciel et possède des droits d'administrateur.

8. Cliquer sur le bouton [INITIALIZE ANALYZER].

- ✓ Après une connexion réussie, l'initialisation et la détection automatique de tous les composants raccordés et activés s'effectuent.

Phases de démarrage et de rodage

Après une connexion réussie, l'initialisation et l'interrogation des composants s'effectuent automatiquement. Les valeurs actuelles s'affichent dans la fenêtre d'état :

- Débit de gaz de mesure : apparaît après l'activation de la pompe d'aspiration (100 ± 10 l/h).
- Pompe d'aspiration dans l'appareil de base : la pompe s'active 50 K avant d'atteindre la température de consigne.
- Température du four : la durée de chauffage est d'env. 30 – 60 min en fonction de la température de consigne spécifiée.
- Détecteur NDIR (déterminations C, S ou C/S uniquement) : le module C/S requiert une phase de rodage d'env. 15 min après l'activation.
- Coulomètre (détermination Cl uniquement) : phase de rodage d'env. 10 min.

Pendant ce temps, les affichages des composants non encore opérationnels sont en rouge dans la fenêtre de statut.

6.2 Mesure C/S

6.2.1 Préparation du multi EA 4000 et du module C/S



AVERTISSEMENT

Risque de court-circuit électrique ! Le four de combustion HTS1500 est soumis à des intensités électriques très élevées malgré une basse tension (24 V max). Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Mettre en marche l'analyseur uniquement avec le tube de combustion inséré ! Toujours arrêter l'analyseur avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière de l'appareil pour effectuer les travaux de transformation et de maintenance sur le tube ou le four de combustion.



ATTENTION

Risque de brûlure avec le four de combustion chaud ! Laisser l'appareil de base refroidir suffisamment longtemps avant de procéder aux travaux de transformation !

L'écluse à gaz pour les mesures C/S est constituée d'un corps de base et d'une bague de pression. Dans l'écluse à gaz, la fente annulaire reste entre le corps de base et la bague de pression, par laquelle l'oxygène pénètre dans le tube de combustion. Le corps de base est également utilisé pour les mesures avec le module pour solides TIC automatique.

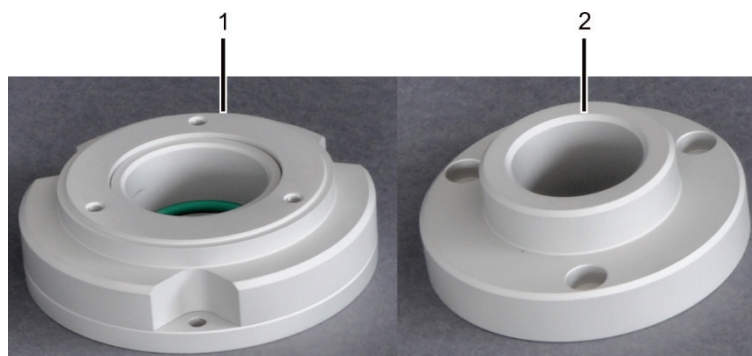


Figure 41 Écluse à gaz pour mesures C/S

1 Corps de base

2 Bague de pression

Un tube de combustion en céramique est utilisé pour les mesures C/S. Ses deux extrémités sont biseautées et symétriques. Le tube de combustion est poussé par les extrémités biseautées dans l'écluse à gaz et dans le piège à poussière.

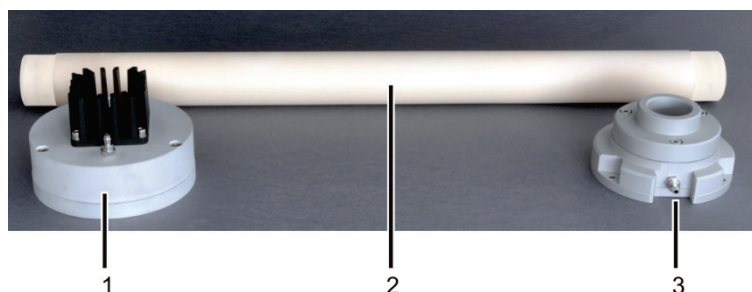
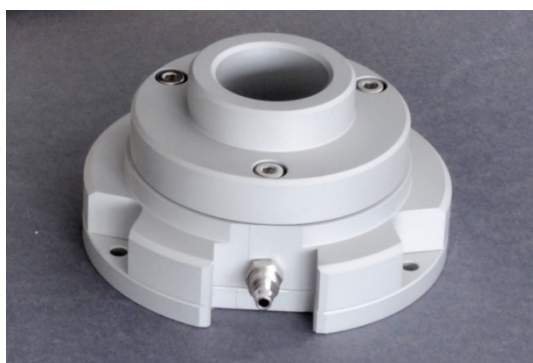


Figure 42 Tube en céramique avec piège à poussière et écluse à gaz

1 Piège à poussière avec ailettes de refroidissement 3 Écluse à gaz avec tubulure de gaz

2 Tube en céramique biseauté

Contrôler les raccords électriques et les raccords de tuyaux conformément à la section « Mise en place du multi EA 4000 C/S », p. 51 et suivantes.



1. Monter l'écluse à gaz. Veiller à l'assise de la bague d'étanchéité (voir flèche).

Visser ensemble le corps de base et la bague de pression à l'aide de 3 vis à six pans creux. Serrer les vis de manière uniforme.

2. Pour les déterminations du carbone : Remplir une extrémité du tube en céramique avec de la laine de quartz (env. 2,5 cm d'épaisseur). Enfoncer la laine de quartz dans le tube (env. 2 - 4 cm de profondeur).

Note ! Ne pas enfoncer la laine de quartz trop loin dans le tube en céramique car elle s'agglutine à des températures élevées.

L'extrémité remplie du tube en céramique est ultérieurement face au piège à poussière.





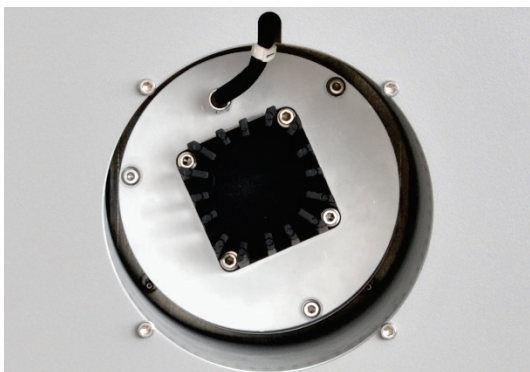
3. Enfoncer le tube en céramique jusqu'en butée dans l'écluse à gaz.



4. Placer le tube en céramique avec l'écluse à gaz sur le côté droit dans le multi EA 4000. Si le tube s'accroche, le pousser sans pression avec un léger mouvement rotatif.
5. Visser à fond l'écluse à gaz à l'aide de 3 vis à six pans creux sur l'appareil de base. La tubulure de gaz doit alors être dirigée vers l'avant de l'appareil de base.



6. Fixer le tuyau d'oxygène (tuyau n° 17) sur l'écluse à gaz.
Pour ce faire, enfiler le tuyau sur la tubulure de gaz et le sécuriser avec un écrou-raccord.



7. Retirer la protection contre les contacts du piège à poussière de l'ouverture sur le côté gauche de l'appareil de base (voir Figure ci-dessous).
8. Poser le piège à poussière sur le tube en céramique. Positionner le piège à poussière de sorte que la tubulure de gaz soit dirigée vers le haut.

Pousser le piège à poussière dans le sens de l'axe du tube par un mouvement rotatif sur le tube et appuyer légèrement jusqu'à ce que le piège glisse jusqu'en butée sur le tube.

9. Enfiler le tuyau de gaz de mesure (tuyau n° 1) sur la tubulure de gaz et le sécuriser avec un écrou-raccord.



10. Remettre la protection contre les contacts du piège à poussière en place.

Lorsque l'écluse à gaz est déjà installée, le tube en céramique peut aussi être mis en place par le côté gauche, par l'ouverture pour le piège à poussière dans l'appareil de base.

- Pour faciliter la manipulation, poser d'abord le piège à poussière sur le tube en céramique.
- Insérer le tube de combustion avec le piège à poussière par la gauche dans le four. Introduire le tube jusqu'à dans le joint de l'écluse à gaz.

Vérification du piège à haloïdes et du tube de séchage

- S'assurer que le tube de séchage est rempli de perchlorate de magnésium et que la laine de quartz est présente uniquement dans la partie inférieure du tube de séchage.
- Pour les déterminations C, monter le piège à haloïdes rempli de laines de cuivre et de laiton dans la conduite de gaz.
- Pour les déterminations S, retirer le piège à haloïdes et raccorder à la place un tube en U vide.

Le piège à haloïdes fixe une partie du soufre. Pour les déterminations C/S, il convient de peser le pour et le contre de l'utilisation du piège à haloïdes. En cas de concentrations de soufre faibles, il est recommandé de ne pas utiliser de piège à haloïdes. En cas de concentrations plus élevées, le piège à haloïdes doit être monté dans la conduite de gaz.

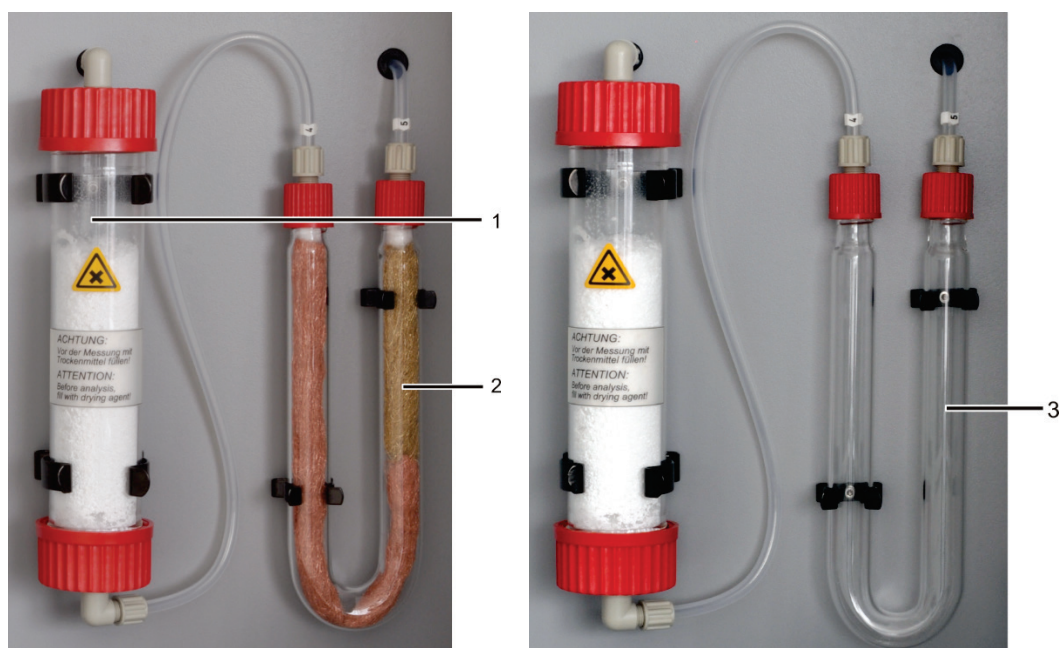


Figure 43 Vérification du piège à haloïdes et du tube de séchage

- | | | | |
|---|---|---|--|
| 1 | Tube de séchage avec perchlorate de magnésium | 3 | Tube en U vide pour les déterminations S |
| 2 | Piège à haloïdes avec laines de cuivre et de laiton pour les déterminations C | | |

6.2.2 Exécution d'une mesure C/S



ATTENTION

Risque de brûlure avec la nacelle et le crochet en céramique chauds pendant le fonctionnement du passeur d'échantillons et de l'avance manuelle d'échantillons ! La nacelle et le crochet restent chauds encore longtemps après leur retrait du four.



ATTENTION

Risque d'écrasement avec le passeur d'échantillons ! Le bras du passeur d'échantillons, le grappin et le carrousel de nacelles se déplacent pendant la mise en marche et l'initialisation ainsi qu'en mode de mesure. Respecter une distance suffisante pour éviter tout écrasement des mains.

Pour remplir le passeur d'échantillons : ouvrir d'abord le couvercle lorsque le carrousel de nacelles ne bouge plus.

1. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000 et activer le module C/S et, le cas échéant, le FPG 48. Veiller à mettre en marche l'appareil de base aussi bien avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière qu'avec l'interrupteur marche/arrêt situé à l'avant.

✓ Les lampes d'état à l'avant des appareils sont allumées.

Si un module pour solides TIC automatique est intégré, l'activer également. Le plus long trajet de la nacelle, en raison du réacteur TIC intercalé, est alors pris en compte.

Ne pas activer un module CI éventuellement présent.

2. Démarrer le logiciel multiWin.
3. Commuter entre les différents modules de l'analyseur. Pour ce faire, activer d'abord le système de détection :
 - Sélectionner l'option de menu **DEVICE ► DEVICE – EDIT**.
 - Activer les **ELEMENTS** à analyser.
 - Lorsque le carbone/soufre et le chlore sont activés, cliquer sur **CERAMIC TUBE (CS)** dans la liste **COMBUSTION TUBE**.
 - Activer l'option **SOLID** comme **STATES**.

4. Initialiser le système en cliquant sur **[INITIALIZE ANALYZER]**.

5. Charger une méthode (option de menu **METHOD ► METHOD – ACTIVATE**) ou en créer une nouvelle (option de menu **METHOD ► METHOD – NEW**).

Les paramètres suivants peuvent être sélectionnés pour les mesures C/S :

- TC (détermination uniquement de la teneur totale en carbone)
 - TS (détermination uniquement de la teneur totale en soufre)
 - TC+TS (détermination de la teneur totale en carbone et en soufre)
6. Une fois la phase de rodage terminée, régler les débits de gaz suivants sur les régulateurs de débit situés à l'avant de l'appareil de base (1-3 sur la Figure 2, p. 20) :

pump	O ₂	Ar/O ₂
Régler le débit d'aspiration de manière à afficher la valeur NOMINAL = 100 ±10 dans la fenêtre STATUS ANALYZER , ce qui correspond à env. 1,7 l/min	2,3 - 2,5 l/min	-

Le système d'analyse a désormais le temps de se conditionner.

Si le débit d'aspiration diffère fortement ou se modifie ultérieurement, l'ajuster sur la valve « pump » du multi EA 4000.

7. Peser les échantillons sur les nacelles en céramique.
8. Cliquer sur **[START MEASUREMENT]**.
9. Créer ou sélectionner un groupe d'analyse, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
10. Créer une séquence d'analyse.

- Ajouter le nombre souhaité d'échantillons dans le tableau d'échantillons .
- Saisir les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLING POSITION	Uniquement pour les mesures avec passeur d'échantillons : Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons L'occupation du rack d'échantillons est possible uniquement avec des numéros de position croissants. Ils ne doivent toutefois pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .

Colonne	Description
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT ou DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les étalons de calibrage ou solution étalon AQS
OPERANDS	Saisie de la pesée

- Remplir le passeur d'échantillons. Utiliser les boutons  et  pour déplacer le rack d'échantillons dans la position souhaitée.
- Cliquer sur  dans la ligne de séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de séquence peuvent être activées en cliquant sur .
- ✓ Les lignes de séquence activées pour l'analyse sont marquées en vert.

11. Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].

Pour les mesures avec avance manuelle d'échantillons, une fenêtre de saisie s'affiche avant chaque démarrage de mesure pour saisir la pesée.

- ✓ L'analyseur commence à traiter la séquence d'analyse. La fenêtre MEASUREMENT – ANALYSIS s'ouvre.

Pendant les pauses de mesure plus longues, l'alimentation en oxygène peut être coupée dans le logiciel multiWin, ce qui permet d'économiser de l'oxygène. Toutefois, l'alimentation en oxygène doit être rétablie à temps (env. 10 min) avant le démarrage de la mesure.

6.3 Détermination du carbone après pyrolyse

6.3.1 Préparation du multi EA 4000 et du module C/S



ATTENTION

Lors de la pyrolyse, des composés carbonés volatils s'échappent du multi EA 4000. Fixer un tube d'aspiration à proximité immédiate de l'entrée du four et veiller à l'aspiration des gaz de pyrolyse.

1. Contrôler les raccords électriques et les raccords de tuyaux conformément à la section « Mise en place du multi EA 4000 C/S », p. 51. Contrôler en particulier le raccord pour l'argon sur le multi EA 4000.
2. Mettre en place un dispositif d'aspiration via l'écluse à gaz sur le côté droit du multi EA 4000 afin d'éliminer les gaz de pyrolyse.
3. Préparer l'analyseur comme décrit dans la section « Préparation du multi EA 4000 et du module C/S », p. 73 :
 - Monter le tube en céramique avec l'écluse à gaz et le piège à poussière dans le four de combustion.

- S'assurer que le tube de séchage est rempli et que les laines de cuivre et de laiton dans le piège à haloïdes ne sont pas décolorées.
4. Mettre en place le passeur d'échantillons FPG 48 (→ voir section « Raccordement et utilisation du passeur d'échantillons », p. 64).

6.3.2 Exécution de la détermination du carbone après pyrolyse



ATTENTION

Risque de brûlure avec la nacelle et le crochet en céramique chauds pendant le fonctionnement du passeur d'échantillons et de l'avance manuelle d'échantillons ! La nacelle et le crochet restent chauds encore longtemps après leur retrait du four.



ATTENTION

Risque d'écrasement avec le passeur d'échantillons ! Le bras du passeur d'échantillons, le grappin et le carrousel de nacelles se déplacent pendant la mise en marche et l'initialisation ainsi qu'en mode de mesure. Respecter une distance suffisante pour éviter tout écrasement des mains.

Pour remplir le passeur d'échantillons : ouvrir d'abord le couvercle lorsque le carrousel de nacelles ne bouge plus.



NOTE

Risque d'endommagement du four ! Ne pas faire fonctionner le four à des températures inférieures à 1000 °C. Si possible, limiter la durée d'exploitation des mesures de pyrolyse (avec T = 850 °C).

1. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000 et activer le module C/S et, le cas échéant, le FPG 48. Veiller à mettre en marche l'appareil de base aussi bien avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière qu'avec l'interrupteur marche/arrêt situé à l'avant.
 - ✓ Les lampes d'état à l'avant des appareils sont allumées.

Ne pas activer un module CI éventuellement présent. Activer le module pour solides TIC automatique (si disponible) avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière.
2. Démarrer le logiciel multiWin.
3. Commuter entre les différents modules de l'analyseur. Pour ce faire, activer d'abord le système de détection :
 - Sélectionner l'option de menu DEVICE ► DEVICE – EDIT.
4. Activer les ELEMENTS à analyser.
 - Lorsque le carbone/soufre et le chlore sont activés, cliquer sur CERAMIC TUBE CS dans la liste COMBUSTION TUBE.
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
5. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
6. Charger une méthode (option de menu METHOD ► METHOD – ACTIVATE) ou en créer une nouvelle (option de menu METHOD ► METHOD – NEW).

- Sélectionner le paramètre « EC/TC » pour la détermination du carbone après pyrolyse.
- Paramètres recommandés pour le réglage de la méthode (onglet PROCESS) :

FURNACE TEMPERATURE	850 °C
EC PURGE TIME	300 s

7. Une fois la phase de rodage terminée, régler les débits de gaz suivants :

pump	O₂
Régler le débit d'aspiration de manière à afficher la valeur NOMINAL = 100 ±10 dans la fenêtre STATUS ANALYZER, ce qui corres- pond à env. 1,7 l/min	2,3 - 2,5 l/min

Le système d'analyse a désormais le temps de se conditionner.

Si le débit d'aspiration diffère fortement ou se modifie ultérieurement, l'ajuster sur la valve « pump » du multi EA 4000.

- Peser les échantillons sur respectivement deux nacelles en céramique.
- Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].
- Créer ou sélectionner un groupe d'analyse, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
- Créer une séquence d'analyse.

- Ajouter le nombre souhaité d'échantillons dans le tableau d'échantillons . Pour chaque échantillon, deux nacelles doivent être prévues, qui sont traitées successivement dans la séquence.
- Saisir les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLING POSITION	Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons ou dans la séquence d'analyse pour les mesures avec une alimentation manuelle des échantillons. L'occupation du rack d'échantillons est possible uniquement avec des numéros de position croissants. Ils ne doivent toutefois pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT ou DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les étalons de calibrage ou solution étalon AQS
OPERANDS	Saisie de la pesée

- Remplir le passeur d'échantillons. Utiliser les boutons  et  pour déplacer le rack d'échantillons dans la position souhaitée.
- Cliquer sur  dans la ligne de séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de séquence peuvent être activées à l'aide du bouton .

- ✓ Les lignes de séquence activées pour l'analyse sont marquées en vert.

12. Cliquer sur [START MEASUREMENT].

Pour les mesures avec avance manuelle d'échantillons, une fenêtre de saisie supplémentaire s'affiche avant chaque démarrage de mesure pour saisir la pesée.

- ✓ L'analyseur commence à traiter la séquence d'analyse. La fenêtre MEASUREMENT – ANALYSIS s'ouvre.
- Le carbone élémentaire (EC) est déterminé dans l'échantillon dans la **nacelle 1**. La coupure de la pompe d'aspiration et la commutation de l'oxygène sur l'argon s'effectuent automatiquement avant la mesure de la **nacelle 1**. Régler le courant d'argon sur le rotamètre Ar/O₂ sur 2,3 - 2,5 l/min. Ce réglage de débit est conservé pour les mesures de pyrolyse suivantes.
- L'échantillon dans la **nacelle 1** est pyrolysé après écoulement du temps d'attente (rinçage du tube de combustion à l'argon) d'abord dans le courant d'argon. Les parties volatiles avec la température présélectionnée des composés carbonés contenus s'échappent alors. Idéalement et/ou après un prétraitement correspondant, le carbone élémentaire (EC) reste sur la nacelle.
- Après la pyrolyse, la commutation sur l'oxygène s'effectue et la pompe d'aspiration est activée. La part du carbone résiduel (EC) dans l'échantillon déjà pyrolysé est déterminée par combustion dans le courant d'oxygène.
- L'échantillon dans la **nacelle 2** est converti en courant d'oxygène pour déterminer la teneur totale en carbone (TC).
- À partir de la différence des deux valeurs de mesure obtenues (TC et EC), il est possible d'en déduire la quantité de carbone assimilable ou actif.

Pendant les pauses de mesure plus longues, l'alimentation en gaz peut être coupée dans le logiciel multiWin, ce qui permet d'économiser de l'oxygène. Toutefois, l'alimentation en oxygène doit être rétablie à temps (env. 10 min) avant le démarrage de la mesure.

6.4 Détermination Cl

6.4.1 Préparatifs du multi EA 4000 pour les mesures Cl



AVERTISSEMENT

Risque de court-circuit électrique ! Le four de combustion HTS1500 est soumis à des intensités électriques très élevées malgré une basse tension (24 V max). Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Mettre en marche l'analyseur uniquement avec le tube de combustion inséré ! Toujours arrêter l'analyseur avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière de l'appareil pour effectuer les travaux de transformation et de maintenance sur le tube ou le four de combustion.



ATTENTION

Risque de brûlure avec le four de combustion chaud ! Laisser l'appareil de base refroidir suffisamment longtemps avant de procéder aux travaux de transformation !



NOTE

Les sels alcalins (transpiration des mains) provoquent des cristallisations dans le verre de quartz lors du chauffage du four de combustion, ce qui réduit la durée de vie du tube.

Autant que possible, ne pas toucher à main nue le tube de combustion. Porter des gants de protection lors du montage de l'écluse sur le tube de combustion. Le cas échéant, nettoyer le tube de combustion de l'extérieur avec de l'éthanol avant de l'insérer dans le four de combustion.

Pour les mesures Cl, un tube en quartz est utilisé, sur lequel est montée l'écluse à gaz. Aucun piège à poussière n'est posé sur le tube en quartz.

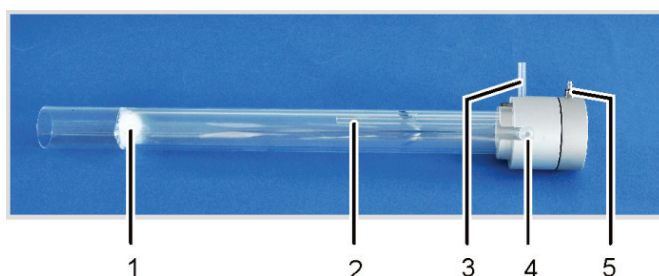


Figure 44 Tube de combustion en quartz avec écluse à gaz

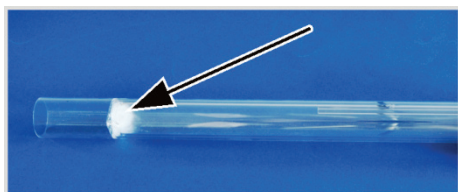
- | | |
|---|--|
| 1 Bouchon en laine de quartz | 4 Sortie du gaz de mesure avec joint rodé |
| 2 Dérivation pour l'alimentation en oxygène | 5 Alimentation en argon sur l'écluse à gaz |
| 3 Manchon de raccord pour l'oxygène | |

Le tube en quartz avec l'écluse à gaz peut être fixé sur le multi EA 4000 à l'aide d'un raccord.



Figure 45 Raccord pour les mesures Cl

Contrôler les raccords électriques et les raccords de tuyaux conformément aux sections « Installation du multi EA 4000 Cl » ou « Installation du multi EA 4000 C/S Cl », p. 53 et suivantes.



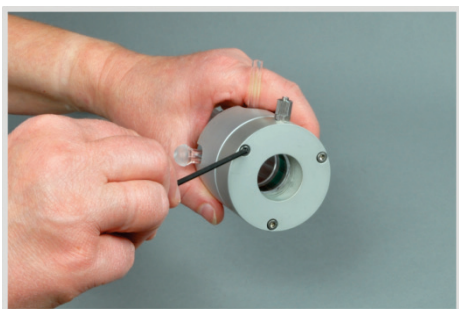
1. Remplir le tube en quartz avec env. 2,5 cm de laine de quartz et pousser le bouchon d'ouate à l'extrémité du tube.



2. Placer la bague d'étanchéité dans la bague de pression de l'écluse à gaz.

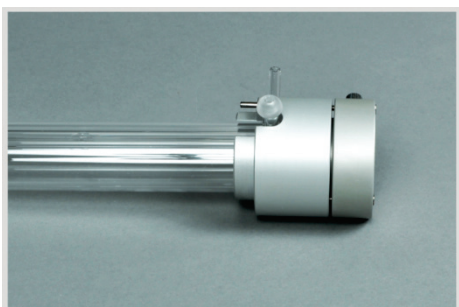


3. Enfoncer le tube en quartz dans la bague de pression de sorte que les sorties de gaz passent dans les fentes de la bague.

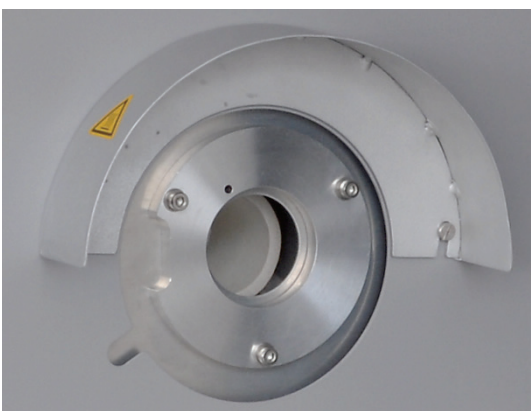


4. Fixer la pièce opposée de l'écluse à gaz avec les trois vis à six pans creux correspondants. Serrer alors les vis de manière uniforme.

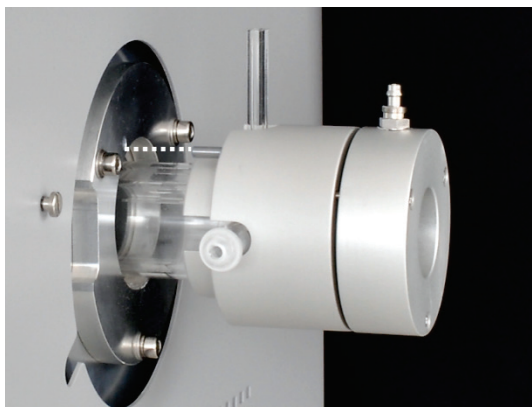
Lors du serrage des vis, veiller à ce que le tube en quartz soit centré dans l'écluse à gaz.



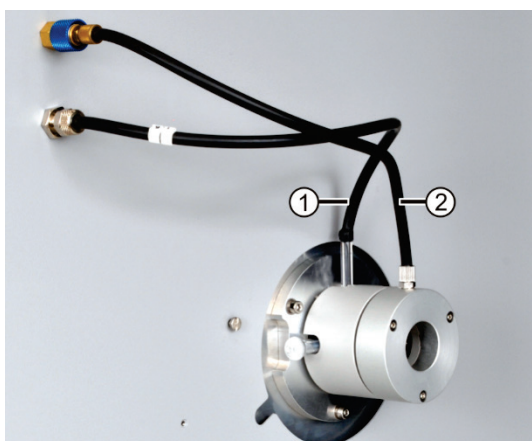
- ✓ L'écluse à gaz est montée correctement lorsque la largeur de la fente entre la bague de pression et la pièce opposée est uniformément d'env. 1 mm.



5. Monter le raccord avec trois vis à six pans creux sur le côté droit de l'appareil de base. Veiller à ce que le trou de guidage soit au-dessus du trou dans l'appareil de base et que l'orifice soit dirigé vers l'avant.
6. Retirer l'écran thermique. Pour ce faire, desserrer 2 vis à fente à l'aide d'un tournevis.



7. Pousser le tube en quartz avec l'écluse à gaz jusqu'en butée dans le four de combustion. Introduire alors la tige de guidage dans le trou de guidage (voir ligne en pointillé).



- 1 Raccord de l'oxygène
- 2 Raccord de l'argon

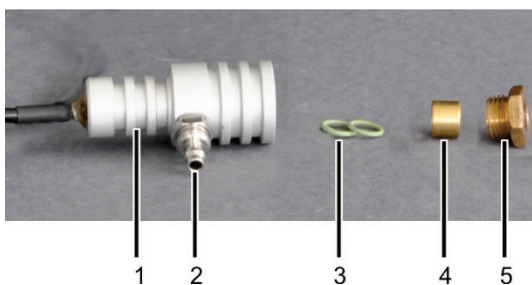
Sans utilisation du détecteur de flamme :

8. Enfiler le tuyau d'alimentation en oxygène (tuyau n° 17) sur le manchon en verre du four de combustion (1).
9. Raccorder le tuyau d'alimentation en argon à l'écluse à gaz (2).

Note ! Les tuyaux ne doivent pas être pliés ni tournés.

- ✓ Le tube en quartz est placé dans le multi EA 4000.

Branchement du détecteur de flamme (en option) :



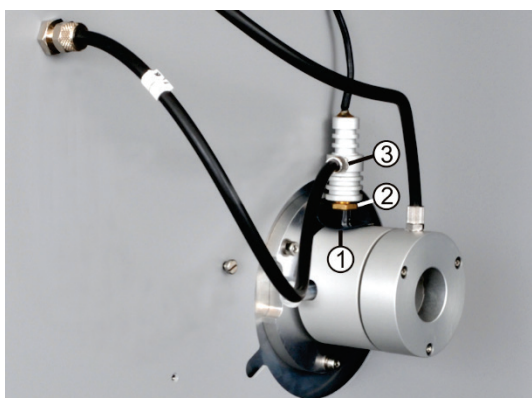
- 1 Tête du détecteur
- 2 Raccord de gaz pour l'oxygène
- 3 Bagues d'étanchéité
- 4 Douille en laiton
- 5 Vis moletée

1. Monter le détecteur de flamme :

Insérer successivement les 2 bagues d'étanchéité (3) et la douille en laiton (4) dans la tête du détecteur (1).

Visser seulement légèrement la vis moletée en aluminium (5) sur la tête du détecteur.

Remarque : Une troisième bague d'étanchéité est fournie avec le détecteur de flamme comme pièce de remplacement.



2. Mettre l'obturateur noir (1) sur la tubulure de gaz du tube en quartz.
3. Fixer le tuyau d'alimentation en oxygène (tuyau n° 17) sur le raccord de gaz (3).
4. Mettre le détecteur de flamme sur la tubulure de gaz et le fixer avec la vis en laiton (2). Serrer manuellement la vis.
5. Brancher le câble du détecteur de flamme sur le raccord « valve » à l'arrière du module C/S (ou module CI).

Raccordement du réservoir d'acide sulfurique

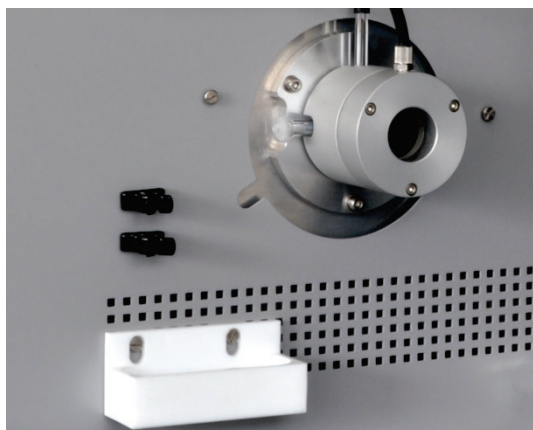


AVERTISSEMENT

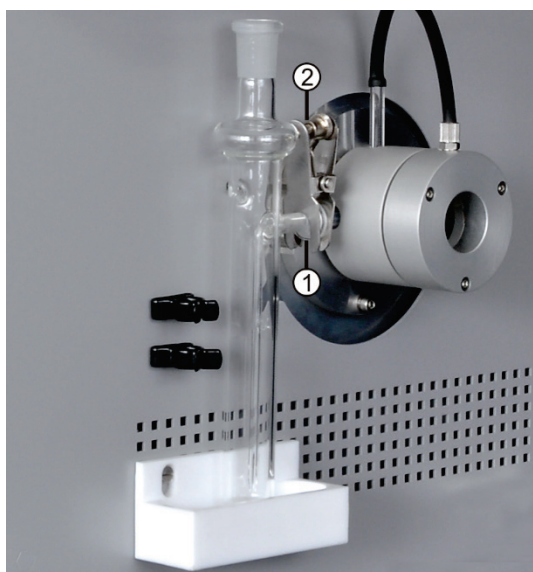
L'acide sulfurique concentré utilisé dans le réservoir d'acide sulfurique comme agent desséchant peut entraîner de graves brûlures !

Porter des vêtements de protection adéquats pour changer l'acide sulfurique ! Respecter toutes les spécifications de la fiche de données de sécurité ! Être particulièrement prudent lors du remplissage d'acide sulfurique !

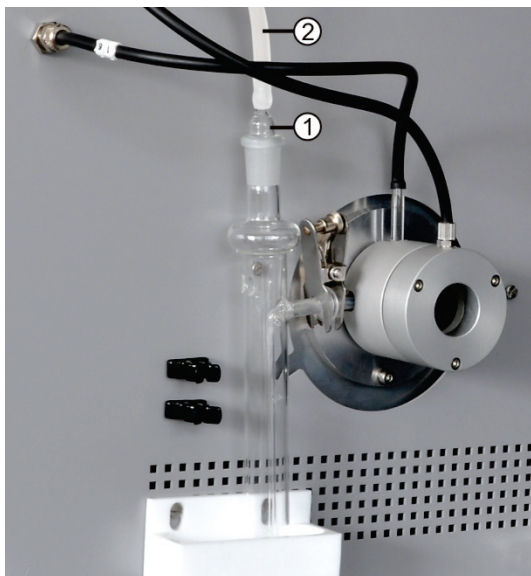
En fonction de la méthode de mesure, un réservoir d'acide sulfurique avec ou sans sortie de dérivation est utilisé.



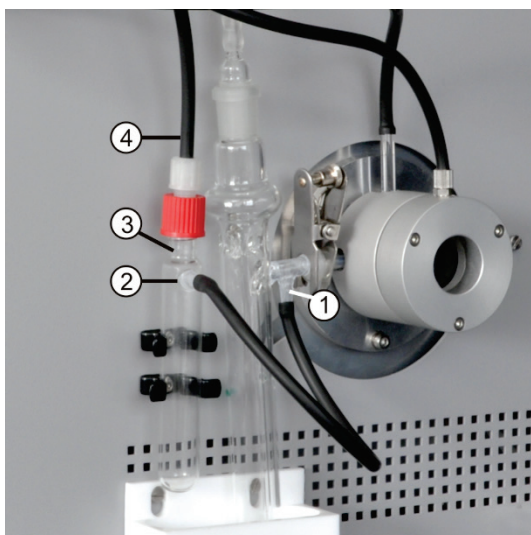
1. Le cas échéant, visser à fond le bac PTFE et les 2 attaches pour le réservoir de sécurité sur l'appareil de base.



2. Remplir le réservoir avec 12 - 15 ml d'acide sulfurique.
3. Tenir le réservoir d'acide sulfurique rempli au-dessus du bac PTFE.
4. Assembler la sortie de gaz du tube de combustion et l'entrée du réservoir d'acide sulfurique avec la liaison à rodage sphérique (1).
5. Sécuriser la liaison à rodage sphérique avec la pince à fourche (2). Pour ce faire, serrer la vis moulée à la main.



6. Enfiler le tuyau de gaz de mesure (2, transparent) sur le raccord de tuyau de l'olive en verre.
7. Fermer le réservoir d'acide sulfurique avec l'olive en verre (1).



Uniquement les réservoirs d'acide sulfurique avec sortie de dérivation :

8. Relier la sortie de dérivation du réservoir d'acide sulfurique (1) par une petite longueur de tuyau au raccord latéral du réservoir de sécurité (2).
9. Enfoncer le réservoir de sécurité dans les 2 attaches.
10. Raccorder le tuyau de dérivation noir (4) en haut sur le réservoir de sécurité (3).

Pour les réservoirs d'acide sulfurique sans sortie de dérivation, le tuyau de dérivation pend librement.

- | | |
|----------------------------|-------------------------|
| 1 Sortie de dérivation | 3 Réservoir de sécurité |
| 2 Tubulure de raccordement | 4 Tuyau de dérivation |



11. Enfiler le tuyau de gaz de mesure (incolore) et le tuyau de dérivation (noir) par le canal dans le multi EA 4000. Le cas échéant, retirer les tuyaux avec une pincette hors de l'autre extrémité du canal.

Guider les tuyaux à travers l'ouverture sur le côté gauche du module CI.



Uniquement les réservoirs d'acide sulfurique avec sortie de dérivation :

12. Dans le module CI, raccorder le tuyau de dérivation sur le bras d'entrée de gaz, rempli de laine de cuivre, du piège à haloïdes.

Le tuyau de gaz de mesure est raccordé ultérieurement à l'électrode bifonctionnelle (→ voir section « Mise à disposition de la cellule de mesure », p. 89).

6.4.2 Réalisation de la solution électrolytique



AVERTISSEMENT

L'acide acétique à 99 % et l'acide nitrique utilisés pour réaliser la solution électrolytique ainsi que le thymol peuvent entraîner de graves brûlures !

Porter des vêtements de protection adéquats lors de la réalisation de la solution électrolytique ! Respecter toutes les spécifications des fiches de données de sécurité !

Réactifs nécessaires :

- | | |
|------------------------------------|---------------------------|
| ■ 200 ml d'acide acétique c = 99 % | ■ 1,0 g de thymol |
| ■ 4 ml d'acide nitrique conc. | ■ 0,3 g de bleu de thymol |
| ■ 4 g de gélatine | ■ 500 ml de méthanol |

Réaliser la solution électrolytique comme suit :

1. Solution A :

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, verser 500 ml d'eau ultra-pure, ajouter 4 ml de HNO_3 (conc.), ajouter avec précaution 200 ml d'acide acétique et remplir d'eau ultra-pure jusqu'au repère.

2. Solution B1 :

Dans un bécher, mélanger 4 g de gélatine à 400 ml d'eau, laisser gonfler pendant 3 heures puis dissoudre en chauffant à 35 - 45 °C.

3. Solution B2 :

Dans un bécher, dissoudre 1,0 g de thymol et 0,3 g de bleu de thymol dans 500 ml de méthanol.

4. Solution B :

Après refroidissement à 18 - 22 °C, ajouter lentement la solution B1 à la solution B2 en remuant, filtrer, transvaser dans une fiole jaugée de 1000 ml et remplir d'eau ultra-pure jusqu'au repère.

5. Solution C - électrolyte prêt à l'emploi :

Pipeter 8 ml de la solution B dans une éprouvette graduée de 100 ml et la remplir avec la solution A jusqu'à 100 ml ou

Pipeter 40 ml de la solution B dans une éprouvette graduée de 500 ml et la remplir avec la solution A jusqu'à 500 ml.

Stockage et durée de conservation des solutions électrolytiques

- Les solutions A et B peuvent être conservées environ 6 mois dans des flacons bien fermés à 4 ± 3 °C.
- La solution électrolytique prête à l'emploi (C) peut être conservée environ 30 jours dans des récipients en verre bien fermés à 20 - 25 °C.

6.4.3 Mise à disposition de la cellule de mesure



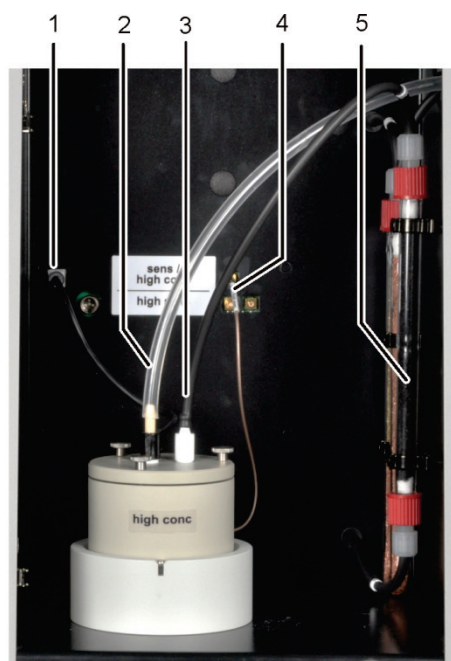
NOTE

Un dessèchement de l'électrolyte sur l'électrode bifonctionnelle peut entraîner un endommagement de l'électrode. En cas de pause courte de fonctionnement (p. ex. pendant la nuit), conserver l'électrode dans la solution électrolytique.

Avant la première utilisation, laisser l'électrode 1 - 2 h dans la solution électrolytique. Ce n'est qu'après que les valeurs reproductibles sont disponibles.

La cellule de mesure remplie et l'électrode doivent être raccordées à l'appareil, **avant** d'activer le module Cl.

1. Verser l'électrolyte dans le corps de base de la cellule de mesure (pour la réalisation de l'électrolyte, voir section « Réalisation de la solution électrolytique », p. 88) :
 - Cellule « sensitive » : env. 20 ml
 - Cellule « high concentration » : env. 120 ml
2. Placer un barreau d'agitation magnétique sur le fond de la cellule de mesure.
3. Fixer le couvercle de la cellule de mesure avec les 3 vis moletées.
4. Placer la cellule de mesure dans le support du module Cl. Veiller alors à ce que la broche de la cellule de mesure soit dirigée vers l'avant et insérée dans la fente de guidage du support.



- 1 Raccord de l'électrode bifonctionnelle
- 2 Raccord du gaz de mesure sur l'électrode bifonctionnelle
- 3 Olive avec tuyau d'aspiration raccordé
- 4 Raccord de la cellule de mesure
- 5 Tuyau d'adsorption, rempli de charbon actif

5. Enfiler l'électrode bifonctionnelle et l'olive avec le tuyau d'aspiration dans les ouvertures, prévues à cet effet, du couvercle de la cellule de mesure.
6. Raccorder l'électrode bifonctionnelle et la cellule de mesure aux raccords de la paroi arrière du module CI.
7. Enfiler le tuyau de gaz de mesure (incolore) sur env. 1 cm sur l'extrémité de l'électrode bifonctionnelle.

Note ! Si le tuyau est enfilé trop loin sur l'électrode, il s'y fixe. Risque alors de rupture de l'électrode lors du retrait du tuyau.

8. Mettre en marche le multi EA 4000 et ses composants (→ voir section « Exécution de la mesure CI », p. 91).

9. Effectuer une routine du point final (→ voir section « Routine du point final », p. 90).

✓ Lorsque la routine est terminée, le système est prêt à fonctionner.

10. Le cas échéant, contrôler la cellule avec une méthode directe.

6.4.4 Routine du point final

Une routine du point final est nécessaire après changement d'électrolyte. Le point de travail de la cellule de mesure se situe dans la plage 1500 – 5000 counts.

1. Démarrer la routine du point final via l'option de menu SYSTEM ► END POINT ROUTINE.
2. Retirer l'olive avec le tuyau d'aspiration du couvercle de la cellule de mesure. Sur demande, doser la solution HCl directement dans la cellule de mesure :
 - Cellule « sensitive » : 200 µl d'une solution à 0,01 molaire de HCl
 - Cellule « high concentration » : 200 µl d'une solution à 0,1 molaire de HCl
3. Démarrer immédiatement après le dosage la routine du point final en cliquant sur [OK].

Pendant le processus, l'état END POINT ROUTINE apparaît dans la fenêtre STATUS ANALYZER. Une fois la routine du point final terminée, l'état STAND-BY TITRATION et la valeur actuelle d'indicateur apparaissent dans la fenêtre STATUS ANALYZER.

✓ Le système est prêt à fonctionner.

Le point de travail déterminé de l'électrode bifonctionnelle est affiché sous l'option de menu SYSTEM ► COMPONENT TEST dans l'onglet CL-AMP.



NOTE

Afin de protéger l'électrode bifonctionnelle contre l'usure, respecter les points suivants :

- Avant d'effectuer la routine du point final, toujours remplir la cellule de mesure d'un nouvel électrolyte.
- Ne pas effectuer la routine du point final plusieurs fois successivement.

6.4.5 Exécution de la mesure Cl



ATTENTION

Risque de brûlure avec la nacelle et le crochet en céramique chauds pendant le fonctionnement du passeur d'échantillons et de l'avance manuelle d'échantillons ! La nacelle et le crochet restent chauds encore longtemps après leur retrait du four.



ATTENTION

Risque d'écrasement avec le passeur d'échantillons ! Le bras du passeur d'échantillons, le grappin et le carrousel de nacelles se déplacent pendant la mise en marche et l'initialisation ainsi qu'en mode de mesure. Respecter une distance suffisante pour éviter tout écrasement des mains.

Pour remplir le passeur d'échantillons : ouvrir d'abord le couvercle lorsque le carrousel de nacelles ne bouge plus.

1. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000 et activer le module Cl, le module C/S (uniquement sur le multi EA 4000 C/S Cl) et, le cas échéant, le FPG 48. Veiller à mettre en marche l'appareil de base aussi bien avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière qu'avec l'interrupteur marche/arrêt situé à l'avant.
 - ✓ Les lampes d'état à l'avant des appareils sont allumées.
2. Démarrer le logiciel multiWin.
3. Commuter entre les différents modules de l'analyseur. Pour ce faire, activer d'abord le système de détection :
 - Sélectionner l'option de menu DEVICE ► DEVICE – EDIT.
 - Activer le chlore comme ELEMENT à analyser.
 - Lorsque le carbone/soufre et le chlore sont activés, cliquer sur QUARTZ TUBE (CL) dans la liste COMBUSTION TUBE
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
4. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
5. Charger une méthode (option de menu METHOD ► METHOD – ACTIVATE) ou en créer une nouvelle (option de menu METHOD ► METHOD – NEW).

Les paramètres suivants peuvent être sélectionnés pour les mesures Cl :

- Cl_AMP (détermination de la teneur en chlore dans les solides)

- Cl_direct_AMP (contrôle de la cellule de mesure en pipetant une solution étalon liquide directement dans la cellule de mesure)

6. Régler les débits de gaz :

Mesures Cl sans dissociation de gaz

- Dans la méthode, sélectionner SPLIT 100 % dans l'onglet PROCESS pour le mode sans dissociation.
- Pour cela, les débits de gaz suivants doivent être réglés :

Débits de gaz pour les mesures sans dissociation de gaz		
pump	O ₂	Ar
Env. 600 ml/min	300 - 400 ml/min	300 - 400 ml/min

- Observer les points suivants lors du réglage des débits de gaz :

Le débit d'aspiration est réglé sur le régulateur de débit « pump ». Il doit être d'env. 200 ml/min supérieur au débit d'oxygène. Afin de garantir l'efficacité de l'écluse à gaz, la somme des débits d'argon et d'oxygène doit être d'au moins 200 ml/min supérieure au débit d'aspiration.

Sur demande, l'utilisateur doit réduire manuellement le débit d'aspiration sur le régulateur de débit « pump » de l'appareil de base.



NOTE

Il est absolument nécessaire de réduire sur demande le débit d'aspiration en mode sans dissociation ! Sinon, de l'acide sulfurique ou la solution électrolytique risque d'être aspiré(e) dans la tuyauterie et les composants suivants, ce qui peut entraîner des dommages.

Mesures Cl avec dissociation de gaz

1. Dans les paramètres de la méthode, régler un des rapports de dissociation suivants (en %) dans l'onglet PROCESS :

Gaz de mesure	Rapport de dissociation
10	1 : 10
20	1 : 5

2. Pour les travaux avec dissociation de gaz de mesure, les débits de gaz suivants doivent être réglés :

Débits de gaz pour les mesures avec dissociation de gaz de mesure		
pump	O ₂	Ar
max. (env. 2,5 l/min)	1 l/min	2,4 l/min

Reprendre d'abord le facteur de dissociation d'une méthode existante puis le redéterminer.

3. Peser les échantillons sur les nacelles en quartz.

Lors de la pesée dans la nacelle en verre de quartz, les échantillons tels que de l'huile usagée doivent être versés sur du sable siliceux calciné puis être recouverts d'une quantité suffisante de sable siliceux. Les pesées d'huile usée ne doivent pas dépasser 50 mg.

4. Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].
5. Sélectionner un groupe d'analyse ou en créer un nouveau, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
6. Créer une séquence d'analyse.

- Ajouter le nombre souhaité d'échantillons dans le tableau d'échantillons .
- Saisir les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLING POSITION	Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons L'occupation du rack d'échantillons est possible uniquement avec des numéros de position croissants. Ils ne doivent toutefois pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT ou DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les solutions étalons AQS
OPERANDS	Saisie de la pesée

- Remplir le passeur d'échantillons. Utiliser les boutons  et  pour déplacer le rack d'échantillons dans la position souhaitée.
- Cliquer sur  dans la ligne de séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de séquence peuvent être activées à l'aide du bouton .
- ✓ Les lignes de séquence activées pour l'analyse sont marquées en vert.

7. Cliquer sur [START MEASUREMENT].

L'échantillon est pyrolysé dans le courant d'argon à des températures comprises entre 300 et 600 °C (zone avant du four). Les produits de pyrolyse obtenus sont oxydés complètement dans le courant d'oxygène à 1000 °C.

Utilisation du passeur d'échantillons FPG 48

- Sélectionner un programme adéquat pour l'avance du passeur d'échantillons, qui comprend une durée de séjour plus longue dans la zone de chauffage à l'entrée du four.
- En cas d'échantillons très réactifs, utiliser le détecteur de flamme disponible en option.

Utilisation de l'avance manuelle d'échantillons



ATTENTION

Lors de l'alimentation du four et de l'observation simultanée de la combustion, il est obligatoire de porter des lunettes de protection.

- Démarrer la mesure. Pousser ensuite la nacelle dans le four.

- Pousser la nacelle juste derrière l'écluse à gaz dans le tube de combustion de sorte que le milieu de la nacelle se trouve à hauteur de la tôle avant. Laisser la nacelle brièvement chauffer.
- Pousser ensuite la nacelle avec précaution dans la zone chaude du four de combustion. Observer en permanence l'extrémité du tube d'alimentation en oxygène. Dès que la combustion des gaz de pyrolyse entraîne la formation de phénomènes lumineux, maintenir la nacelle dans sa position actuelle. Si la lumière diminue, avancer lentement la nacelle. En cas de nouvelle formation de phénomènes lumineux, maintenir à nouveau la nacelle dans sa position et procéder ainsi jusqu'à ce qu'elle soit complètement dans le four (la position est spécifiée par la butée de l'avance d'échantillons). Dans cette position, les produits de pyrolyse volatils sont brûlés à 1000 - 1100 °C.
- Après passage de la nacelle dans la zone chaude, confirmer le message à l'écran avec [OK].



NOTE

L'avance de la nacelle doit s'effectuer extrêmement lentement pour que les gaz de pyrolyse naissent lentement et puissent être brûlés entièrement. Une avancée trop rapide de l'échantillon peut entraîner une combustion incomplète et conduire à un encrassement du système d'analyse et, par conséquent, de mauvais résultats de mesures.

- ✓ L'analyseur commence à traiter la séquence d'analyse. La fenêtre MEASUREMENT – ANALYSIS s'ouvre. La routine de mesure avec une temporisation au titrage commence.

6.4.6 Contrôle du rapport de dissociation

Le rapport de dissociation réglé doit être vérifié avant une série de mesures avec une solution étalon et l'écart possible doit être corrigé.

Les concentrations suivantes de la solution étalon sont recommandées :

Cellule de mesure	Concentration de la solution étalon
« high concentration »	1 molaire de HCl
« sensitive »	0,1 molaire de HCl

1. Transvaser 50 µl de la solution étalon sur la natte en céramique dans une nacelle dans le four chaud.
2. Réaliser la détermination avec la méthode :
 - Répéter trois fois la mesure de la solution étalon et déterminer la valeur moyenne.
 - Calculer le facteur de dissociation F :

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

a_{soll} teneur en Cl absolue attendue en µg

$\overline{a_{ist}}$ teneur en Cl absolue moyenne à partir des 3 mesures de la solution étalon

- Saisir le facteur calculé dans la méthode dans l'onglet CALIBRATION dans le champ de saisie DAILY FACTOR. Reprendre la valeur avec [APPLY] pour les mesures suivantes.

Pour la détermination d'un nouveau facteur de dissociation, le facteur journalier doit être défini sur la valeur 1 dans la méthode dans l'onglet CALIBRATION.

6.4.7 Flambage des nacelles en quartz

Les nacelles en quartz doivent être flambées

- avant la première utilisation
- après le nettoyage de forts encrassements

Réaliser pour cela la routine de mesure avec des nacelles en quartz vides.

6.5 Détermination TIC/TOC avec le module pour solides TIC automatique

6.5.1 Préparatifs du module pour solides TIC automatique pour l'analyse



AVERTISSEMENT

Risque de court-circuit électrique ! Le four de combustion HTS1500 est soumis à des intensités électriques très élevées malgré une basse tension (24 V max). Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Mettre en marche l'analyseur uniquement avec le tube de combustion inséré ! Toujours arrêter l'analyseur avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière de l'appareil pour effectuer les travaux de transformation et de maintenance sur le tube ou le four de combustion.



ATTENTION

Risque de brûlure avec le four de combustion chaud ! Laisser l'appareil de base refroidir suffisamment longtemps avant de procéder aux travaux de transformation !

Le réacteur TIC du module pour solides TIC automatique est constitué d'un tube en quartz avec des entrées pour l'acide et l'oxygène et d'une sortie du gaz de mesure. Le tube en quartz est monté avec un raccord sur le tube de combustion en céramique. Pour la connexion des deux tubes, les composants suivants sont nécessaires :

- Corps de base de l'écluse à gaz pour les mesures C/S (avec bagues d'étanchéité)
- Bague de pression
- 2 bagues d'étanchéité
- Anneau moleté

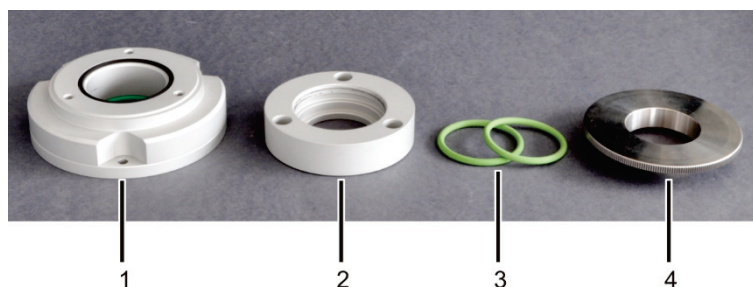


Figure 46 Composants pour connecter le réacteur TIC et le tube en céramique

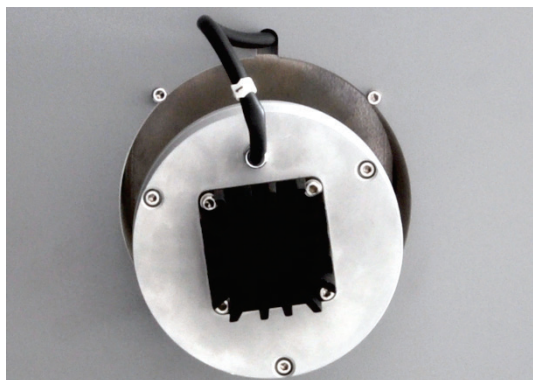
- | | |
|---|-----------------------|
| 1 Corps de base de l'écluse à gaz (sur la figure, avec bague d'étanchéité noire pour bague de pression) | 3 Bagues d'étanchéité |
| 2 Bague de pression | 4 Anneau moleté |

Le raccord de gaz sur le corps de base (1 sur la Figure 46) reste libre pour les mesures avec le module pour solides TIC automatique. Le corps de base et la bague de pression (2) sont vissés ensemble de manière étanche au gaz pour empêcher que l'air ambiant ne puisse pénétrer dans le système ou que le gaz de mesure ne s'échapper.



1. Assembler les composants du raccord pour la connexion du tube en céramique et du réacteur TIC.
Visser seulement légèrement l'anneau moleté (4 sur la Figure 46).

2. Monter le raccord avec 3 vis à six pans creux sur le côté droit du multi EA 4000.



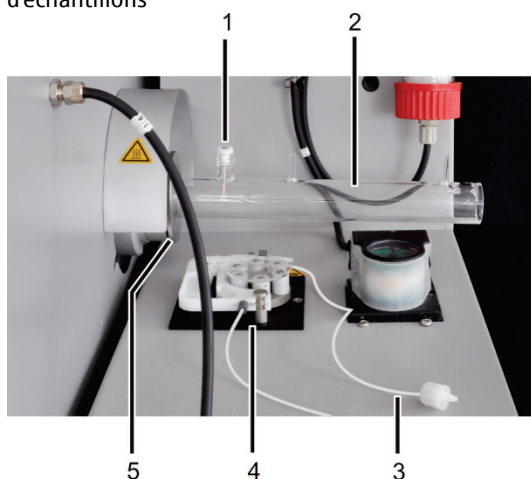
3. Mettre le piège à poussière sur le tube de combustion en céramique. Insérer le tube en céramique avec le piège à poussière dans le multi EA 4000 par l'ouverture située sur le côté gauche.

Positionner alors le piège à poussière de sorte que la tubulure de gaz soit dirigée vers le haut.

4. Monter le tuyau de gaz de mesure (tuyau n° 1) sur le piège à poussière.



Raccordement du réacteur TIC et du passeur d'échantillons



- 1 Canule en céramique avec bague d'étanchéité
- 2 Réacteur TIC en verre de quartz
- 3 Tuyau de pompe avec raccord au réacteur TIC
- 4 Pompe tubulaire
- 5 Anneau moleté

Si le tube s'accroche, le pousser sans pression avec un léger mouvement rotatif. Introduire le tube dans le joint de l'écluse à gaz.

5. Poser la protection contre les contacts du piège à poussière sur le côté gauche de l'appareil de base.
6. Placer la tôle de protection thermique sur l'écluse à gaz.
7. Dévisser les 2 entretoises du multi EA 4000.
8. Placer le module pour solides TIC automatique à droite de l'appareil de base. Approcher le module pour solides TIC de la paroi de l'appareil de base jusqu'à ce que les 2 entretoises blanches sur le module pour solides TIC touchent la paroi de l'appareil.
9. Raccorder les connexions électriques et contrôler les raccords de tuyaux (→ voir section « Installation du module pour solides TIC automatique », p. 58).

1. Pousser le réacteur TIC (2) dans le raccord jusqu'à ce qu'il touche le tube en céramique. Les raccords du réacteur TIC doivent alors être dirigés vers le haut.
2. Fixer le réacteur TIC sur le raccord. Pour ce faire, visser à fond l'anneau moleté (5) avec précaution.

Note ! Le réacteur doit être centré dans le raccord.

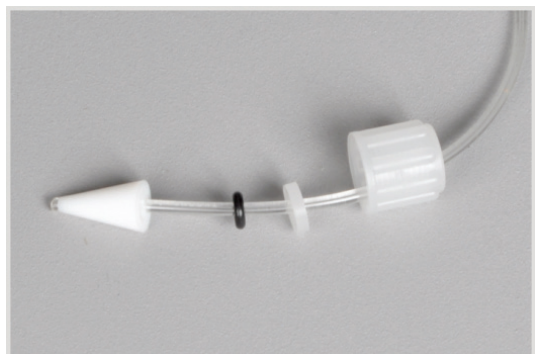
Si le réacteur TIC ne peut pas être inséré de cette façon, dévisser l'anneau moleté. Enfiler l'anneau moleté et les 2 bagues d'étanchéité vertes sur le réacteur TIC. Placer ainsi le réacteur TIC dans le raccord et visser à fond.

3. Poser la canule en céramique avec bague d'étanchéité (1) sur le port avec filetage.
4. Tendrer le tuyau de pompe dans la cassette de la pompe tubulaire (4).

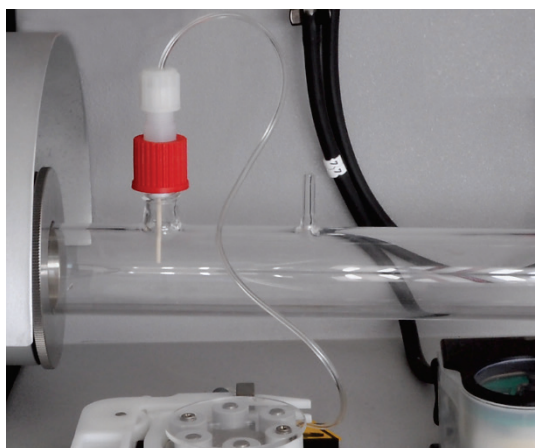
L'extrémité du tuyau avec le raccord sur le réacteur (3) doit alors être dirigée vers le réacteur.



5. Fixer la canule en céramique avec le bouchon fileté rouge.



6. Vérifier que le cône d'étanchéité, les joints et le bouchon fileté sont montés sur le tuyau de pompe.



7. Visser à la main le tuyau de pompe sur le bouchon fileté rouge.

Note ! Installez le tuyau de la pompe de façon à ce qu'il ne touche pas le réacteur TIC chaud.



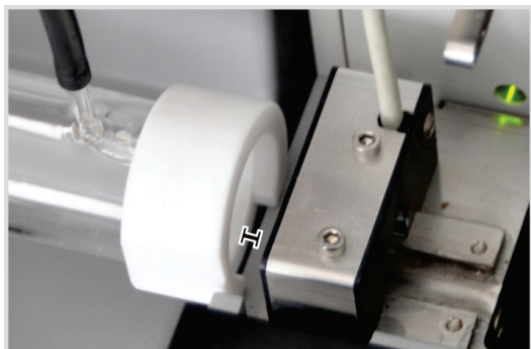
8. Relier la sortie du gaz de mesure (1) à l'aide du tuyau n° 72 à l'extrémité supérieure du serpentin de réfrigération situé à l'arrière du module pour solides TIC.

9. Sur le manchon du réacteur pour le gaz porteur (2), pousser le tuyau d'alimentation en oxygène (n° 17).

Note ! Toujours tenir d'une main le réacteur lors de la pose des tuyaux. Risque de rupture du réacteur TIC en cas de pression trop forte sur le cylindre en verre.

10. Placer le flacon d'acide (3) dans un bac collecteur devant la pompe à acide.

11. Introduire l'extrémité du tuyau de pompe dans le flacon d'acide par l'une des ouvertures sur le bouchon fileté.



12. Enfiler la bague PTFE blanche sur l'extrémité du réacteur TIC.

13. Mettre en place le passeur d'échantillons FPG 48 et l'équiper avec le plateau de nacelles (→ voir section « Mise en place et ajustage du passeur d'échantillons FPG 48 », p. 64).

Approcher le passeur d'échantillons du module pour solides TIC. Le réacteur TIC avec la bague PTFE repose alors sur le bord du passeur d'échantillons.

Il doit rester une fente de 2 - 4 mm entre le réacteur TIC et le passeur d'échantillons afin d'éviter toute contrainte due à la dilatation thermique du tube en céramique.

14. Positionner le passeur d'échantillons de sorte que la nacelle en céramique puisse être poussée tout droit dans le réacteur puis dans le four pour les mesures TOC.

15. Prévoir un récipient à droite du FPG 48 sous le rail d'éjection pour les nacelles en céramique usagées.

6.5.2 Réactifs nécessaires

Pour la détermination TIC, les réactifs suivants sont nécessaires :

- Acide orthophosphorique à 40 % (pour la méthode différentielle recommandée)
- Acide chlorhydrique à 10 % pour les déterminations TOC (pour la méthode directe)

6.5.3 Détermination TIC



ATTENTION

Risque de brûlure avec la nacelle et le crochet en céramique chauds pendant le fonctionnement du passeur d'échantillons ! La nacelle et le crochet restent chauds encore longtemps après leur retrait du four.



ATTENTION

Risque d'écrasement avec le passeur d'échantillons ! Le bras du passeur d'échantillons, le grappin et le carrousel de nacelles se déplacent pendant la mise en marche et l'initialisation ainsi qu'en mode de mesure. Respecter une distance suffisante pour éviter tout écrasement des mains.

Pour remplir le passeur d'échantillons : ouvrir d'abord le couvercle lorsque le carrousel de nacelles ne bouge plus.

1. Remplir le flacon d'acide du module pour solides TIC avec de l'acide orthophosphorique.
2. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000 et activer le module C/S, le module pour solides TIC automatique et le passeur d'échantillons FPG 48. Veiller à mettre en marche l'appareil de base aussi bien avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière qu'avec l'interrupteur marche/arrêt situé à l'avant.

- ✓ Les lampes d'état à l'avant des appareils sont allumées.

Ne pas activer un module CI éventuellement présent.

- Démarrer le logiciel multiWin.
- Commuter entre les différents modules de l'analyseur. Pour ce faire, activer d'abord le système de détection :
 - Sélectionner l'option de menu **DEVICE ► DEVICE – EDIT**.
 - Activer « C » dans la liste **ELEMENTS**.
 - Dans la liste **COMBUSTION TUBE**, cliquer sur **CERAMIC TUBE (CS)**.
 - Activer l'option **SOLID** comme **STATES**.
 - Activer l'option **EJECTION RAIL**.
- Initialiser le système en cliquant sur **[INITIALIZE ANALYZER]**.
- Charger une méthode (option de menu **METHOD ► METHOD – ACTIVATE**) ou en créer une nouvelle (option de menu **METHOD ► METHOD – NEW**).

Sélectionner le paramètre **TIC** (détermination uniquement de la teneur en **TIC**).

- Une fois la phase de rodage terminée, régler les débits de gaz suivants :

pump	O ₂	Ar/O ₂
Env. 1,7 l/min	2,5 l/min	1,5 l/min
Correspond à NOMINAL = 100 ±10 dans la fenêtre STATUS ANALYZER		

L'argon n'est pas nécessaire pour ce mode de fonctionnement, de l'oxygène est délivré automatiquement sur le rotamètre « Ar/O₂ ».

Le système d'analyse a désormais le temps de se conditionner.

Si le débit d'aspiration diffère fortement ou se modifie ultérieurement, l'ajuster sur la valve « pump » du multi EA 4000.

- Peser l'échantillon sur une nacelle en céramique. La pesée pour la détermination **TIC** doit être au maximum de 50 mg. Couvrir l'échantillon avec un peu de sable siliceux calciné. Le sable siliceux améliore l'humidification de l'échantillon avec l'acide.
- Démarrer la mesure en cliquant sur **[START MEASUREMENT]**.
- Sélectionner un groupe d'analyse ou en créer un nouveau, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
- Créer une séquence d'analyse.

- Ajouter le nombre souhaité d'échantillons dans le tableau d'échantillons .
- Saisir les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLING POSITION	Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons L'occupation du rack d'échantillons est possible uniquement avec des numéros de position croissants. Ils ne doivent toutefois pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .

Colonne	Description
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT ou DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les étalons de calibrage ou solution étalon AQS
OPERANDS	Saisie de la pesée

- Remplir le passeur d'échantillons. Utiliser les boutons  et  pour déplacer le rack d'échantillons dans la position souhaitée.
- Cliquer sur  dans la ligne de séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de séquence peuvent être activées à l'aide du bouton .
- ✓ Les lignes de séquence activées pour l'analyse sont marquées en vert.

12. Cliquer sur [START MEASUREMENT].

- ✓ L'analyseur commence à traiter la séquence d'analyse. La fenêtre MEASUREMENT – ANALYSIS s'ouvre.
- Le réceptacle prend une nacelle sur le rack d'échantillons et la dépose sur le crochet en céramique.
- Le crochet en céramique pousse la nacelle dans le réacteur TIC. Dès que la nacelle a atteint la position sous la canule en céramique, l'ajout d'acide commence automatiquement. Pendant la lente avance de la nacelle, tout l'échantillon est mélangé à l'acide.
- Le gaz de mesure avec le TIC expulsé est envoyé jusqu'au détecteur dans le module C/S en passant à travers le séchage et le nettoyage du gaz de mesure du module pour solides TIC automatique. L'alimentation en oxygène à l'entrée du réacteur TIC empêche que le gaz de mesure ne s'échappe par l'entrée ouverte.

6.5.4 Détermination TOC selon la méthode différentielle



ATTENTION

Risque de brûlure avec la nacelle et le crochet en céramique chauds pendant le fonctionnement du passeur d'échantillons ! La nacelle et le crochet restent chauds encore longtemps après leur retrait du four.



ATTENTION

Risque d'écrasement avec le passeur d'échantillons ! Le bras du passeur d'échantillons, le grappin et le carrousel de nacelles se déplacent pendant la mise en marche et l'initialisation ainsi qu'en mode de mesure. Respecter une distance suffisante pour éviter tout écrasement des mains.

Pour remplir le passeur d'échantillons : ouvrir d'abord le couvercle lorsque le carrousel de nacelles ne bouge plus.

Il s'agit ici de la méthode recommandée.

1. Remplir le flacon d'acide du module pour solides TIC avec de l'acide orthophosphorique à 40 %.
2. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000 et activer le module C/S, le module pour solides TIC automatique et le FPG 48. Veiller à mettre en marche l'appareil de base aussi bien avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière qu'avec l'interrupteur marche/arrêt situé à l'avant.
 - ✓ Les lampes d'état à l'avant des appareils sont allumées.

Ne pas activer un module CI éventuellement présent.

3. Démarrer le logiciel multiWin.
4. Commuter entre les différents modules de l'analyseur. Pour ce faire, activer d'abord le système de détection :
 - Sélectionner l'option de menu DEVICE ► DEVICE – EDIT.
 - Activer « C » dans la liste ELEMENTS.
 - Dans la liste COMBUSTION TUBE, cliquer sur CERAMIC TUBE (CS).
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
 - Activer l'option EJECTION RAIL.
5. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
6. Charger une méthode (option de menu METHOD ► METHOD – ACTIVATE) ou en créer une nouvelle (option de menu METHOD ► METHOD – NEW).

Sélectionner le paramètre TOC.
7. Une fois la phase de rodage terminée, régler les débits de gaz suivants :

pump	O ₂	Ar/O ₂
Env. 1,7 l/min	2,5 l/min	1,5 l/min
Correspond à NOMINAL = 100 ±10 dans la fenêtre STATUS ANALYZER		

Le système d'analyse a désormais le temps de se conditionner.

Si le débit d'aspiration diffère fortement ou se modifie ultérieurement, l'ajuster sur la valve « pump » du multi EA 4000.

8. Peser l'échantillon sur 2 nacelles en céramique.

La pesée sur la nacelle 1 pour la détermination TIC doit être au maximum de 50 mg. Couvrir l'échantillon avec un peu de sable siliceux calciné. Le sable siliceux améliore l'humidification de l'échantillon avec l'acide.
9. Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].
10. Créer ou sélectionner un groupe d'analyse, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
11. Créer une séquence d'analyse.
 - Ajouter le nombre souhaité d'échantillons dans le tableau d'échantillons .
 - Saisir les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLING POSITION	Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons L'occupation du rack d'échantillons est possible uniquement avec des numéros de position croissants. Ils ne doivent toutefois pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT ou DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les étalons de calibrage ou solution étalon AQS
OPERANDS	Saisie de la pesée

- Remplir le passeur d'échantillons. Utiliser les boutons  et  pour déplacer le rack d'échantillons dans la position souhaitée.
- Cliquer sur  dans la ligne de séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de séquence peuvent être activées à l'aide du bouton .
- ✓ Les lignes de séquence activées pour l'analyse sont marquées en vert.

12. Cliquer sur [START MEASUREMENT].

- ✓ L'analyseur commence à traiter la séquence d'analyse. La fenêtre MEASUREMENT – ANALYSIS s'ouvre.
- Le réceptacle prend la **nacelle 1** sur le rack d'échantillons et la dépose sur le crochet en céramique.
- Le crochet en céramique pousse la nacelle dans le réacteur TIC. Dès que la nacelle a atteint la position sous la canule en céramique, l'ajout d'acide commence automatiquement. Pendant la lente avance de la nacelle, tout l'échantillon est mélangé à l'acide.
- Le gaz de mesure avec le TIC expulsé est envoyé jusqu'au détecteur dans le module C/S en passant à travers le séchage et le nettoyage du gaz de mesure du module pour solides TIC automatique.
- La **nacelle 1** est ensuite sortie du réacteur TIC et déposée sur le rail d'éjection.
- Le passeur d'échantillons prend la **nacelle 2** avec le même échantillon sur le rack d'échantillons et la pousse directement dans la zone chaude du four. La combustion dans le courant d'oxygène a lieu ici. La teneur totale en carbone (TC) est déterminée de cette manière.
- Puis la différence des deux valeurs de mesure (TC-TIC) est formée et éditée dans le logiciel sous forme de résultat TOC.

Pendant les pauses de mesure plus longues, l'alimentation en gaz peut être diminuée dans le logiciel multiWin, ce qui permet d'économiser du gaz. Toutefois, l'alimentation en gaz doit être rétablie à temps (env. 10 min) avant le démarrage de la mesure.

6.5.5 Mesure TOC avec détermination directe



ATTENTION

Risque de brûlure avec la nacelle et le crochet en céramique chauds pendant le fonctionnement du passeur d'échantillons ! La nacelle et le crochet restent chauds encore longtemps après leur retrait du four.



ATTENTION

Risque d'écrasement avec le passeur d'échantillons ! Le bras du passeur d'échantillons, le grappin et le carrousel de nacelles se déplacent pendant la mise en marche et l'initialisation ainsi qu'en mode de mesure. Respecter une distance suffisante pour éviter tout écrasement des mains.

Pour remplir le passeur d'échantillons : ouvrir d'abord le couvercle lorsque le carrousel de nacelles ne bouge plus.



NOTE

Pour la mesure TOC avec le module pour solides TIC automatique, la méthode différentielle doit être privilégiée. Avec la méthode directe, le tube de combustion, le piège à haloïdes et les détecteurs sont chargés en acide, entraînant une usure.

Pour expulser le TIC de l'échantillon, utiliser uniquement de l'acide HCl. L'acide phosphorique ne convient pas à la détermination directe du TOC.

Effectuer une mesure comme suit :

1. Remplir le flacon d'acide avec de l'acide chlorhydrique à 10 %.
2. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000 et activer le module C/S, le module pour solides TIC automatique et le FPG 48. Veiller à mettre en marche l'appareil de base aussi bien avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière qu'avec l'interrupteur marche/arrêt situé à l'avant.

✓ Les lampes d'état à l'avant des appareils sont allumées.

Ne pas activer un module CI éventuellement présent.

3. Démarrer le logiciel multiWin.
4. Commuter entre les différents modules de l'analyseur. Pour ce faire, activer d'abord le système de détection :
 - Sélectionner l'option de menu DEVICE ► DEVICE – EDIT.
 - Activer « C » dans la liste ELEMENTS.
 - Dans la liste COMBUSTION TUBE, cliquer sur CERAMIC TUBE (CS).
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
 - Activer l'option EJECTION RAIL.
5. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
6. Charger une méthode (option de menu METHOD ► METHOD – ACTIVATE) ou en créer une nouvelle (option de menu METHOD ► METHOD – NEW).

Sélectionner le paramètre IC/OC.

7. Une fois la phase de rodage terminée, régler les débits de gaz suivants :

pump	O ₂	Ar/O ₂
Env. 1,7 l/min	2,5 l/min	1,5 l/min
Correspond à NOMINAL = 100 ±10 dans la fenêtre STATUS ANALYZER		

Le système d'analyse a désormais le temps de se conditionner.

Si le débit d'aspiration diffère fortement ou se modifie ultérieurement, l'ajuster sur la valve « pump » du multi EA 4000.

8. Peser l'échantillon sur une nacelle en céramique.
9. Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].
10. Sélectionner un groupe d'analyse ou en créer un nouveau, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
11. Créer une séquence d'analyse.
 - Ajouter le nombre souhaité d'échantillons dans le tableau d'échantillons .
 - Saisir les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLING POSITION	Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons L'occupation du rack d'échantillons est possible uniquement avec des numéros de position croissants. Ils ne doivent toutefois pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT ou DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les étalons d'étalonnage ou solution étalon AQS
OPERANDS	Saisie de la pesée

- Remplir le passeur d'échantillons. Utiliser les boutons  et  pour déplacer le rack d'échantillons dans la position souhaitée.
 - Cliquer sur  dans la ligne de séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de séquence peuvent être activées à l'aide du bouton .
 - ✓ Les lignes de séquence activées pour l'analyse sont marquées en vert.
12. Cliquer sur [START MEASUREMENT].
 - ✓ L'analyseur commence à traiter la séquence d'analyse. La fenêtre MEASUREMENT – ANALYSIS s'ouvre.
 - Le réceptacle prend une nacelle sur le rack d'échantillons et la dépose sur le crochet en céramique.
 - Le crochet en céramique pousse la nacelle dans le réacteur TIC. Dès que la nacelle a atteint la position sous la canule en céramique, l'ajout d'acide commence

automatiquement. Pendant la lente avance de la nacelle, tout l'échantillon est mélangé à l'acide.

- Le gaz de mesure avec le TIC expulsé est envoyé jusqu'au détecteur dans le module C/S en passant à travers le séchage et le nettoyage du gaz de mesure du module pour solides TIC automatique.
- La même nacelle continue ensuite d'être poussée dans le four afin de déterminer le TOC (après suppression du TIC) par combustion dans le courant d'oxygène.

6.6 Détermination TIC avec le module pour solides TIC manuel

6.6.1 Préparation du module pour solides TIC manuel et de l'analyseur

Le module pour solides TIC manuel fonctionne uniquement en combinaison avec le module C/S. Le gaz de mesure n'est pas aspiré ici avec la pompe de l'appareil de base à travers le détecteur mais est éjecté avec l'acide dans le système fermé puis envoyé jusqu'au détecteur avec le gaz porteur (oxygène).

1. Enlever le raccord « pump » et « analyte » entre le multi EA 4000 et le module C/S. (Tous les autres raccords sont conservés).
2. Contrôler le câblage, voir plan de la tuyauterie (Figure 38, p. 62 et Figure 39, p. 63).
3. Relier le module pour solides TIC manuel au module C/S :

Raccords du module C/S		Cible
« PC »	⇒	Port USB pour le raccordement à l'ordinateur
« scale »	⇒	Balance externe (en option)
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau
Raccord « analyte »	⇒	Module TIC « analyte »
Autres raccords du module TIC		
« O ₂ »	⇒	Raccord de gaz pour l'oxygène avec raccord rapide Régler la pression d'admission de l'oxygène sur 200 - 400 kPa (29 - 58 psi)
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau



NOTE

Toujours interrompre le raccord « pump » entre le module C/S et le multi EA 4000. Sinon, l'acide phosphorique pourrait être aspiré à travers le système et endommager les détecteurs.

Pour les mesures C/S, la connexion des raccords « pump » doit être rétablie.

6.6.2 Exécution de la mesure TIC

Pour les analyses, utiliser uniquement des fioles Erlenmeyer sèches de 50 ml avec un rodage normé NS 29/32.

L'échantillon doit être broyé finement et être homogène.

Outre les consignes de sécurité prévues pour l'analyseur multi EA 4000 dans la section « Consignes de sécurité », p. 10, les consignes suivantes s'appliquent spécifiquement au fonctionnement du module pour solides manuel :



ATTENTION

De l'acide phosphorique se trouve dans le réservoir du réacteur et dans les tuyaux d'alimentation en oxygène ! L'acide phosphorique irrite les yeux, la peau et les muqueuses !

Doser lentement avec le distributeur afin d'éviter une surpression !

Porter des gants et des lunettes de protection lors de toute manipulation d'acide phosphorique concentré ! En cas de contact avec la peau, rincer immédiatement à l'eau.



ATTENTION

Lorsque l'agitateur magnétique fonctionne, observer les points suivants :

- Ne pas faire fonctionner la plaque chauffante sans surveillance !
- Éviter une surchauffe du bain acide ! Limiter la température maximale à 80 °C.
- Placer le ballon en verre au milieu de la plaque chauffante de sorte que l'aimant ne frappe pas sur la paroi du ballon.
- Ne pas régler la vitesse d'agitation de l'aimant sur une valeur trop élevée.

1. Remplir le flacon d'acide avec de l'acide phosphorique à 40-50 %. Placer le flacon d'acide dans l'insert en plastique situé dans le boîtier supérieur.
2. Visser le distributeur sur le flacon. Raccorder le tuyau d'alimentation en acide à la valve et à la tête TIC.
3. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000 et activer le module C/S et le module pour solides TIC manuel. Veiller à mettre en marche l'appareil de base aussi bien avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière qu'avec l'interrupteur marche/arrêt situé à l'avant.
 - ✓ Les lampes d'état à l'avant des appareils sont allumées.
4. Mettre en marche la plaque chauffante.

Régler la température à l'aide de l'interrupteur rotatif gauche de la plaque chauffante. Un réglage de la température d'env. 80 °C est recommandé. Si la température réglée est trop élevée, trop d'eau s'évapore, et si elle est trop basse, la réaction dure plus longtemps.
5. Démarrer le logiciel multiWin.
6. Commuter entre les différents modules de l'analyseur. Pour ce faire, activer d'abord le système de détection :
 - Sélectionner l'option de menu DEVICE ► DEVICE – EDIT.
 - Activer les ELEMENTS à analyser.

- Dans la liste COMBUSTION TUBE, activer l'option CERAMIC TUBE (CS).
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
 - Activer l'option TIC MANUAL.
7. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
8. Charger une méthode (option de menu METHOD ► METHOD – ACTIVATE) ou en créer une nouvelle (option de menu METHOD ► METHOD – NEW) avec le paramètre TIC (détermination uniquement de la teneur en TIC).
- Dans la méthode, régler la température du four sur une valeur de 0 °C dans l'onglet PROCESS. Le four de combustion n'est ainsi pas surveillé et l'analyseur est activé pour la mesure.
9. Régler le débit d'oxygène sur la valve sur 16 l/h.
10. Peser l'échantillon finement broyé dans la fiole Erlenmeyer.
- L'échantillon ne doit pas rester coller sur la paroi de la fiole lors du transfert. Seul le fond de la fiole Erlenmeyer est recouvert d'acide. Les fractions d'échantillon adhérentes aux parois sont perdues pour l'analyse.
11. Placer avec précaution le barreau d'agitation magnétique dans la fiole Erlenmeyer et la poser au milieu de la plaque chauffante.
12. Poser la tête TIC sur la fiole. Tourner la fiole et la tête TIC et les presser légèrement l'une contre l'autre. Le joint rodé doit être étanche au gaz pour n'avoir aucune perte de gaz de mesure.
13. Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].
14. Sélectionner un groupe d'analyse ou en créer un nouveau, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
15. Créer une séquence d'analyse.
- Ajouter le nombre souhaité d'échantillons dans le tableau d'échantillons .
 - Saisir les données suivantes :

Colonne	Description
NAME	ID échantillon
	Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT ou DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les étalons de calibrage ou solution étalon AQS
OPERANDS	Saisie de la pesée

- Cliquer sur  dans la ligne de séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de séquence peuvent être activées à l'aide du bouton .
 - ✓ Les lignes de séquence activées pour l'analyse sont marquées en vert.
16. Cliquer sur [START MEASUREMENT].
17. Saisir le poids de l'échantillon en [mg].

18. Attendre le message de disponibilité de l'analyseur. Avant le début de la mesure, l'analyseur doit être conditionné avec de l'oxygène. L'air doit donc être comprimé hors de la fiole et de la tuyauterie et seul de l'oxygène doit encore parvenir au détecteur. Selon la taille de la fiole, cela peut durer jusqu'à 2 minutes.

- Cliquer sur [OK] après l'affichage du message PLEASE PRESS ,OK' TO START INTEGRATION AND THEN ADD ACID!.
- Doser d'abord 2 ml d'acide phosphorique.
- Régler lentement l'agitateur au niveau 5. L'échantillon ne doit alors pas être cogné sur la paroi de la fiole. Éviter absolument tout mouvement par à-coups ou trop rapide de l'agitateur.
- Ajouter régulièrement 1 à 3 fois 2 ml d'acide (en fonction de la concentration et de la quantité d'échantillon).
- Fermer ensuite la valve dans le robinet de la pompe de dosage.

Puisque la libération du CO₂ dépend également de la vitesse de dosage et de la vitesse d'agitation de l'aimant agitateur, toujours conserver le même cycle et les mêmes vitesses pour chaque mesure.

- ✓ L'analyseur commence à traiter la séquence d'analyse. La fenêtre MEASUREMENT – ANALYSIS s'ouvre.

19. Une fois la mesure terminée, arrêter l'aimant agitateur et ouvrir la fiole : retirer la tête TIC par un mouvement rotatif. Lever le bras porteur, le basculer vers l'arrière et le bloquer dans cette position.

20. Nettoyer puis sécher la fiole.

21. Pendant les pauses de mesure, raccorder une fiole Erlenmeyer sèche à la tête TIC. Le rinçage à l'oxygène (conditionnement) est ainsi obtenu et la tuyauterie est libérée d'éventuels résidus d'humidité par le débit de gaz sec.

22. Maintenir la plaque chauffante à température constante. Arrêter le régulateur de température seulement en cas de pauses de mesure plus longues.

7 Maintenance et entretien

La maintenance et l'entretien de l'analyseur sont décrits séparément dans le présent chapitre pour chaque module. Respecter les consignes pour tous les modules connectés dans le système.

7.1 Appareil de base multi EA 4000

Intervalles de maintenance

Opération de maintenance	Intervalle de maintenance
Nettoyer et entretenir l'appareil	Une fois par semaine
Contrôler le serrage des vis de fixation	Une fois par mois
Contrôler la bonne assise de tous les raccords de tuyaux	Une fois par semaine

7.1.1 Nettoyage et entretien de l'appareil

- Essuyer les éclaboussures de produits chimiques (acides, solutions électrolytiques) immédiatement avec de la cellulose.
- Nettoyer l'appareil à l'aide d'un chiffon humide.
- Ne pas mouiller les consignes de sécurité sur l'appareil avec des solvants. Remplacer les consignes de sécurité abîmées.

7.1.2 Contrôle des raccords de tuyaux

Pour le raccord des tuyaux aux différents composants (piège à haloïdes, tube de séchage, tube d'adsorption, etc.), des raccords vissés de différents matériaux et tailles sont utilisés.

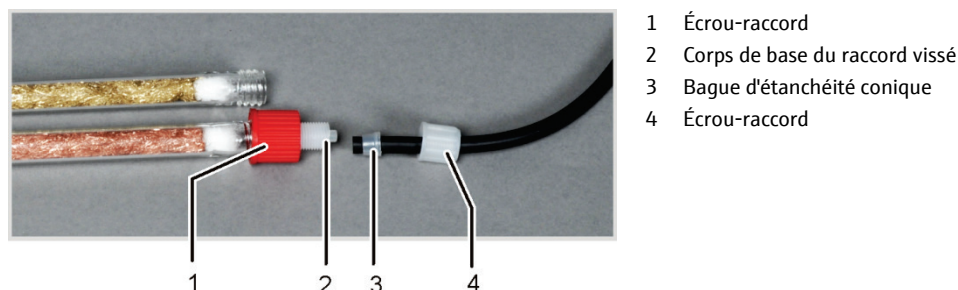


Figure 47 Raccord de tuyau sur le piège à haloïdes

- Le côté étroit des bagues d'étanchéité est orienté vers l'extrémité du tuyau.
- Serrer les raccords vissés uniquement à la main sans outil.
- Toujours placer les écrous-raccords droits sur les filetages et ne pas les plier.
- Veiller à ce que les tuyaux flexibles ne puissent pas être tournés ni pliés.

7.2 Fonctionnement avec le module C/S

Intervalles de maintenance

Opération de maintenance	Intervalle de maintenance
Vérifier l'absence de fissures et d'endommagements visibles sur le tube en céramique, le remplacer si besoin	Tous les trois mois
Vérifier et nettoyer le piège à poussière	Une fois par mois (en fonction de la combustion et de la matrice d'échantillon)
Contrôler le filtre à poussière, le remplacer en cas d'encrassement visible	Une fois par mois (en fonction de la combustion et de la matrice d'échantillon)
Remplacer l'agent desséchant dans le tube de séchage	En cas de besoin (noircissement ou agglutination en raison d'absorption d'humidité)
Remplacer le piège à haloïdes	Si la moitié de la laine de cuivre ou de laiton est décolorée

7.2.1 Contrôle et remplacement du tube en céramique



AVERTISSEMENT

Risque de court-circuit électrique ! Le four de combustion HTS1500 est soumis à des intensités électriques très élevées malgré une basse tension (24 V max). Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Mettre en marche l'analyseur uniquement avec le tube de combustion inséré ! Toujours arrêter l'analyseur avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière de l'appareil pour effectuer les travaux de transformation et de maintenance sur le tube ou le four de combustion.



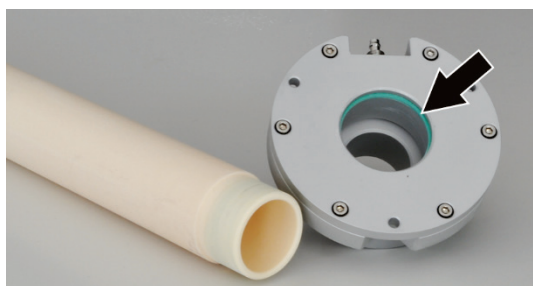
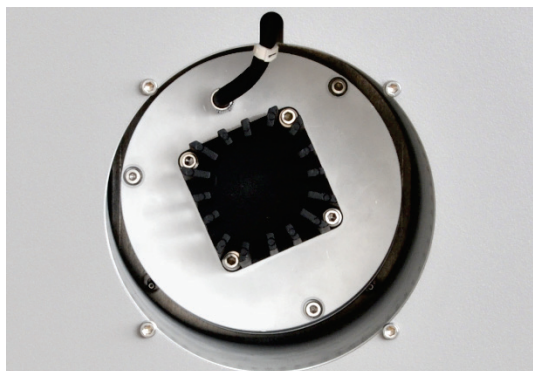
ATTENTION

Risque de brûlure avec le four de combustion ! Procéder au démontage du tube de combustion uniquement à froid ou après avoir laissé l'appareil refroidir suffisamment longtemps (idéalement pendant toute la nuit) !

Démontage du tube en céramique



1. Arrêter l'appareil de base avec l'interrupteur secteur, débrancher la fiche secteur de la prise et couper l'alimentation en gaz.
2. Libérer de la place (au moins 50 cm) sur le côté gauche de l'appareil de base. Pour ce faire, mettre de côté le module de détection ou le tourner vers l'arrière de manière à libérer l'ouverture pour le piège à poussière.
3. Retirer la protection contre les contacts de l'ouverture. Le piège à poussière est désormais visible.



4. Enlever le tuyau de gaz de mesure (tuyau n° 1) du piège à poussière.
5. Tirer légèrement le piège à poussière pour le détacher.

Note ! Risque de détachement brusque du piège à poussière. Le cas échéant, le tenir d'une main lors du retrait.

Il peut arriver que le tube en céramique se détache avec le piège à poussière. Dans ce cas, extraire délicatement le piège à poussière avec le tube du four par un mouvement rotatif.

6. Saisir le tube en céramique par l'extrémité biseautée et le tourner doucement pour le détacher. Extraire le tube avec précaution par un mouvement rotatif.

7. Si le tube en céramique ne se détache pas, dévisser l'écluse à gaz sur le côté droit de l'appareil de base. Pour ce faire, mettre de côté les accessoires (p. ex. FPG 48). Desserrer les trois vis à six pans creux sur l'écluse.
8. Extraire le tube en céramique avec l'écluse à gaz par l'ouverture située sur le côté droit de l'appareil de base.

9. Retirer l'écluse à gaz du tube en céramique par un mouvement rotatif.
10. Contrôler l'absence de fissures ou de zones friables sur la large bague d'étanchéité verte dans l'écluse à gaz (voir flèche).
11. En cas de besoin, remplacer la bague d'étanchéité. Pour ce faire, retirer la bague d'étanchéité à l'aide d'une pince et la remplacer par une nouvelle bague.
12. Retirer la laine de quartz du tube en céramique.

Démontage du tube en céramique cassé

Si le tube en céramique est extrait négligemment du four, il risque de se casser en deux. Si des contraintes apparaissent lors du chauffage dans le four p. ex. par des traces d'humidité dans le tube, il risque également de se casser.

En cas de casse, il est possible d'extraire du four seulement un morceau du tube. L'autre morceau doit être retiré par l'ouverture pour l'écluse à gaz.

Nettoyage du tube en
céramique



1. Libérer de la place sur le côté droit de l'appareil de base. Pour ce faire, mettre de côté les accessoires (passeur d'échantillons FPG 48, module pour solides TIC automatique).
2. Desserrer les 3 vis de fixation de l'écluse à gaz et la retirer.
3. Extraire du four les morceaux du tube en céramique.

Note ! Les éléments de chauffage du four ne doivent pas être endommagés lors du retrait des morceaux cassés !

1. Retirer les poussières du tube en céramique en le soufflant à l'air comprimé. Retirer les dépôts à l'aide d'une brosse.
2. Rincer le tube en céramique à l'eau ultra-pure et le laisser bien sécher.

NOTE

Risque d'éclatement du tube en céramique lors du chauffage dans le four en cas d'humidité résiduelle ! Après avoir nettoyé le tube en céramique, le sécher soigneusement avant réutilisation.

Montage du tube en
céramique

1. Insérer avec précaution le tube en céramique avec l'écluse à gaz montée dans l'ouverture située dans la paroi latérale droite de l'appareil de base. En cas de résistance, pousser le tube jusqu'en butée par un mouvement rotatif. L'extrémité biseautée du tube doit être visible par l'ouverture située dans la paroi latérale gauche.
2. Visser à fond l'écluse à gaz à l'aide de 3 vis à six pans creux sur l'appareil de base. La tubulure de gaz doit alors être dirigée vers l'avant de l'appareil de base. Fixer le tuyau d'oxygène (tuyau n° 17) sur l'écluse à gaz.
3. Poser le piège à poussière sur le tube en céramique. Positionner le piège à poussière de sorte que la tubulure de gaz soit dirigée vers le haut. Appuyer légèrement le piège à poussière contre le tube dans le sens de l'axe du tube jusqu'à ce que le piège glisse sur le tube et ne puisse plus être poussé plus loin.
4. Raccorder le tuyau de gaz de mesure (tuyau n° 1) avec la tubulure de gaz au piège à poussière.
5. Remettre la protection contre les contacts du piège à poussière dans l'ouverture située dans la paroi latérale gauche de l'appareil de base.
6. Placer le module de détection et les accessoires de nouveau à côté de l'appareil de base.

7.2.2 Nettoyage du piège à poussière



AVERTISSEMENT

Risque de court-circuit électrique ! Le four de combustion HTS1500 est soumis à des intensités électriques très élevées malgré une basse tension (24 V max). Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Mettre en marche l'analyseur uniquement avec le tube de combustion inséré ! Toujours arrêter l'analyseur avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière de l'appareil pour effectuer les travaux de transformation et de maintenance sur le tube ou le four de combustion.



ATTENTION

Risque de brûlure avec le four de combustion ! Procéder au démontage du piège à poussière uniquement à froid ou après avoir laissé l'appareil refroidir suffisamment longtemps (idéalement pendant toute la nuit) !

Nettoyer le piège à poussière lorsque :

- des quantités plus importantes de poussière se déposent dans le filtre à poussière
- le débit de pompe chute, signe d'un engorgement

Contrôler tous les mois si le filtre à poussière situé à l'avant de l'appareil est encrassé. Si tel est le cas, remplacer le filtre à poussière et nettoyer le piège à poussière.

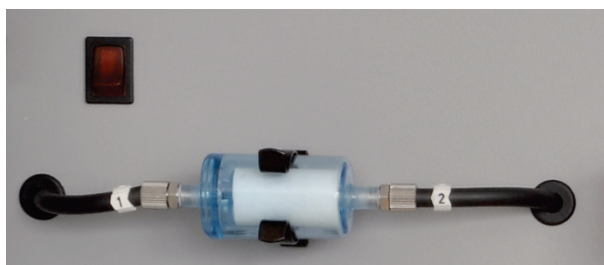
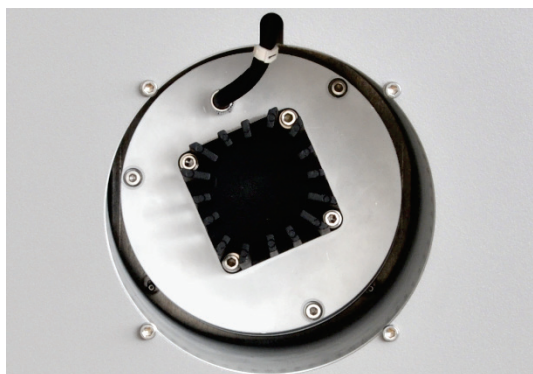


Figure 48 Filtre à poussière



1. Libérer de la place (au moins 50 cm) sur le côté gauche de l'appareil de base. Pour ce faire, mettre de côté le module de détection ou le tourner vers l'arrière de manière à libérer l'ouverture pour le piège à poussière.
2. Retirer la protection contre les contacts de l'ouverture. Le piège à poussière est désormais visible.

3. Enlever le tuyau de gaz de mesure (tuyau n° 1) du piège à poussière.
4. Tirer légèrement le piège à poussière pour le détacher.

Note ! Risque de détachement brusque du piège à poussière. Le cas échéant, le tenir d'une main lors du retrait.



5. Ouvrir le piège à poussière. Pour ce faire, desserrer les 3 vis à six pans creux sur le côté des ailettes de refroidissement.
6. À l'aide d'un pinceau, retirer les poussières présentes à l'intérieur du piège à poussière.
7. Contrôler les 2 bagues d'étanchéité et les remplacer si besoin.
8. Rincer le piège à poussière à l'eau ultra-pure. Rincer également la tubulure de gaz d'abord à l'eau ultra-pure puis à l'éthanol. Laisser bien sécher le piège à poussière.
9. Remonter le piège à poussière.
10. Poser le piège à poussière sur le tube en céramique et le positionner de sorte que la tubulure de gaz soit dirigée vers le haut. Appuyer légèrement le piège à poussière contre le tube dans le sens de l'axe du tube jusqu'à ce que le piège glisse sur le tube et ne puisse plus être poussé plus loin.
11. Raccorder le tuyau de gaz de mesure (tuyau n° 1) avec la tubulure de gaz au piège à poussière.
12. Remettre la protection contre les contacts dans l'ouverture située dans la paroi latérale gauche de l'appareil de base.
13. Placer le module de détection et les accessoires de nouveau à côté de l'appareil de base.

7.2.3 Remplacement de l'agent desséchant dans le tube de séchage



ATTENTION

Risque d'irritation des yeux, de la peau et des voies respiratoires ! Lors de la manipulation de perchlorate de magnésium, porter une tenue de protection adéquate et éviter toute formation de poussière lors du transvasement. Tenir le perchlorate de magnésium à l'écart de toute flamme. L'oxydant peut aggraver un incendie.

Les tubes de séchage sont utilisés dans les dispositifs de mesure suivants :

- Mesure C/S sur l'appareil de base multi EA 4000
- Mesure TIC dans les modules pour solides TIC correspondants

L'agent desséchant doit être remplacé en cas d'absorption d'eau visible. Il doit aussi être immédiatement remplacé si de la suie ou d'autres particules décolorent l'agent desséchant.



- 1, 6 Fermetures à vis
 2, 5 Clips de retenue
 3 Agent desséchant
 (perchlorate de magnésium)
 4 Laine de quartz

1. Dévisser les fermetures à vis sur le tube en verre.
Note ! Ne pas perdre les joints et les remonter de la même manière.
2. Retirer l'agent desséchant et la laine de quartz. Éliminer l'agent desséchant de manière appropriée.
3. Rincer le tube en verre et le laisser sécher.
4. Obturer une extrémité du tube en verre avec de la laine de quartz (env. 2 cm d'épaisseur).
5. Remplir le tube en verre avec 50 - 60 g d'agent desséchant frais (perchlorate de magnésium).
6. Visser à fond le tube en verre et l'enfoncer de nouveau dans le support. Ne pas plier les tuyaux.

7.2.4 Remplacement du piège à haloïdes

Les pièges à haloïdes sont utilisés dans les dispositifs de mesure suivants :

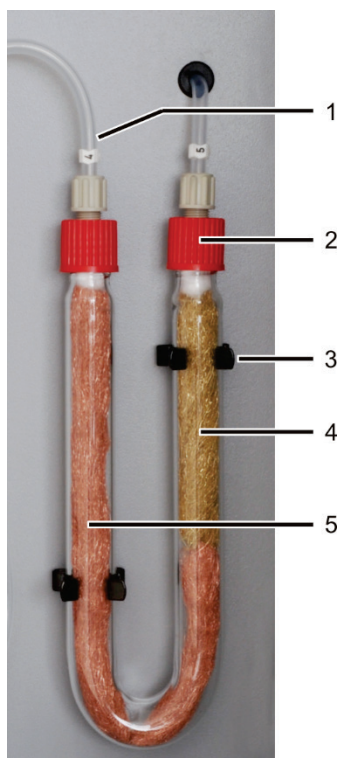
- Mesure TC sur l'appareil de base multi EA 4000
- Mesure CI dans le module CI
- Mesure TIC dans les modules pour solides TIC correspondants



NOTE

Domages aux composants optiques et électroniques (détecteurs, capteurs de débit) dus aux produits de combustion agressifs en cas de laine de cuivre usagée dans le piège à haloïdes !

Remplacer la totalité de la garniture du piège à haloïdes au plus tard quand la moitié de la laine de cuivre ou de laiton est décolorée.



- 1 Entrée de gaz (tuyau n° 4)
- 2 Sortie de gaz (tuyau n° 5)
- 3 Attache
- 4 Laine de laiton
- 5 Laine de cuivre

1. Dévisser les écrous-raccords du tube en U et retirer le tube des attaches (3).
2. Retirer les laines de cuivre et de laiton usagées du tube en U à l'aide d'une pincette ou d'un petit crochet.
3. Contrôler l'absence de fissures sur le tube en U.
Réutiliser seulement un tube en U totalement intact !
4. Si nécessaire, rincer le tube en U à l'eau ultra-pure et le laisser bien sécher.
5. Remplir le tube en U avec les nouvelles laines de cuivre et de laiton à l'aide d'une pincette ou d'un petit crochet.
Remplacer tout le contenu du tube en U. Lors du remplissage du piège à haloïdes, veiller à ce que les laines de cuivre et de laiton ne soient pas trop tassées et qu'il n'y ait aucun espace vide plus important.
6. Recouvrir les laines de cuivre et de laiton avec de l'ouate.
7. Visser l'entrée de gaz (tuyau n° 4) sur le bras avec la laine de cuivre et la sortie de gaz (tuyau n° 5) sur le bras avec la laine de laiton.
8. Enfoncer avec précaution le tube en U rempli dans les attaches.

7.3 Fonctionnement avec le module CI

Intervalles de maintenance

Opération de maintenance	Intervalle de maintenance
Enlever les éclaboussures de produits chimiques sur le boîtier	Immédiatement
Contrôler le tube de combustion et, le cas échéant, le remplacer	Après env. 100 heures de fonctionnement
Nettoyer la cellule de mesure	Au moins une fois par semaine Recommandation : essuyer la cellule lors du remplacement de l'électrolyte
Remplacer la solution électrolytique	En cas de besoin, au moins 1 fois par jour de mesure
Remplacer l'acide sulfurique	En cas de diminution de l'acide sulfurique en dessous de 70 %, c.-à-d. lorsque le volume d'acide augmente de 1/3
Remplacer le piège à haloïdes	Si la moitié de la laine de cuivre ou de laiton est décolorée
Remplacer l'adsorbant	Une fois par semaine (toutes les 40 heures de fonctionnement)

Remplacer les laines de cuivre et de laiton dans le piège à haloïdes de la même manière que pour le remplacement du piège à haloïdes dans l'appareil de base multi EA 4000 (→ voir section « Remplacement du piège à haloïdes », p. 116).

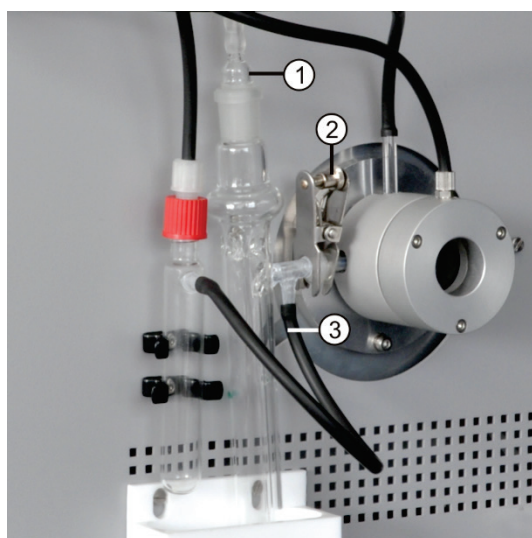
7.3.1 Remplacement de l'acide sulfurique/nettoyage du réservoir d'acide sulfurique



AVERTISSEMENT

L'acide sulfurique concentré utilisé dans le réservoir d'acide sulfurique comme agent desséchant peut entraîner de graves brûlures !

Porter des vêtements de protection adéquats lors de travaux effectués sur le réservoir d'acide sulfurique.



1. Retirer l'olive en verre (1) du réservoir d'acide sulfurique.
2. En cas d'utilisation d'un réservoir avec sortie de dérivation : Retirer le tuyau noir (3) de la dérivation du réservoir d'acide sulfurique.
3. Maintenir le réservoir d'acide sulfurique, retirer la pince à fourche (2) et détacher la liaison à rodage sphérique.
4. Retirer le réservoir d'acide sulfurique avec précaution du bac collecteur.
5. Éliminer l'acide sulfurique. Respecter les consignes relatives à la manipulation d'acide sulfurique concentré.

6. Rincer le réservoir d'acide sulfurique avec une faible quantité d'acide sulfurique frais. En cas d'encrassement important, rincer plusieurs fois le réservoir à l'eau ultra-pure et le laisser sécher complètement.
7. Remplir le réservoir avec 12 - 15 ml d'acide sulfurique concentré et le raccorder de nouveau conformément à la section « Raccordement du réservoir d'acide sulfurique », p. 86.

7.3.2 Entretien/remplacement du tube de combustion en verre de quartz



AVERTISSEMENT

Risque de court-circuit électrique ! Le four de combustion HTS1500 est soumis à des intensités électriques très élevées malgré une basse tension (24 V max). Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Mettre en marche l'analyseur uniquement avec le tube de combustion inséré ! Toujours arrêter l'analyseur avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière de l'appareil pour effectuer les travaux de transformation et de maintenance sur le tube ou le four de combustion.



AVERTISSEMENT

L'acide sulfurique concentré utilisé dans le réservoir d'acide sulfurique comme agent desséchant peut entraîner de graves brûlures !

Porter des vêtements de protection adéquats lors de travaux effectués sur le réservoir d'acide sulfurique.



ATTENTION

Risque de brûlure avec le four de combustion ! Laisser l'appareil refroidir suffisamment longtemps avant de démonter le tube de combustion !

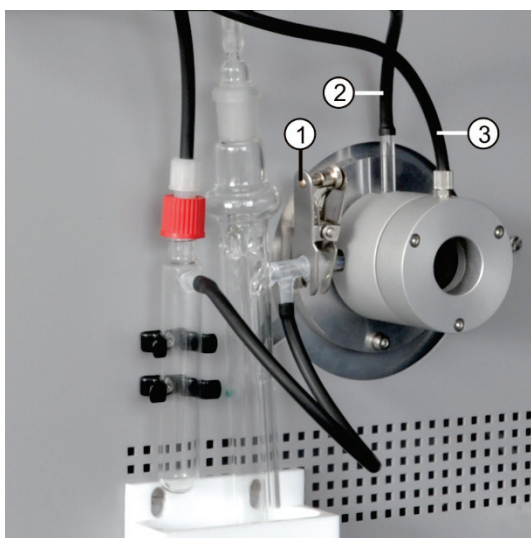


NOTE

Les sels alcalins (transpiration des mains) provoquent des cristallisations dans le verre de quartz lors du chauffage du four de combustion, ce qui réduit la durée de vie du tube de combustion.

Autant que possible, ne pas toucher à main nue le tube de combustion nettoyé. Porter des gants de protection lors du montage de l'écluse sur le tube de combustion.

Le cas échéant, nettoyer le tube de combustion de l'extérieur avec de l'éthanol avant de l'insérer dans le four de combustion.



- 1 Pince à fourche
- 2 Manchon d'alimentation en oxygène
- 3 Raccord pour argon

1. Arrêter l'appareil de base avec l'interrupteur secteur, débrancher la fiche secteur de la prise et couper l'alimentation en gaz.

2. Retirer l'olive en verre du réservoir d'acide sulfurique.

En cas d'utilisation du réservoir de sécurité : Retirer le tuyau noir de la dérivation du réservoir d'acide sulfurique.

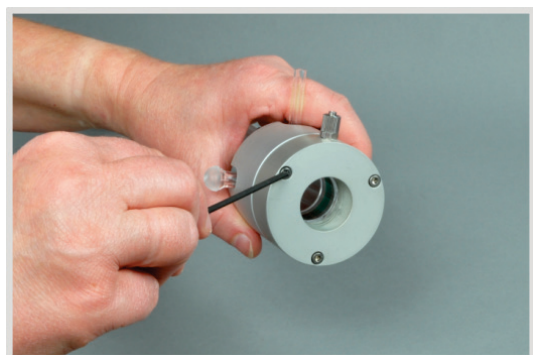
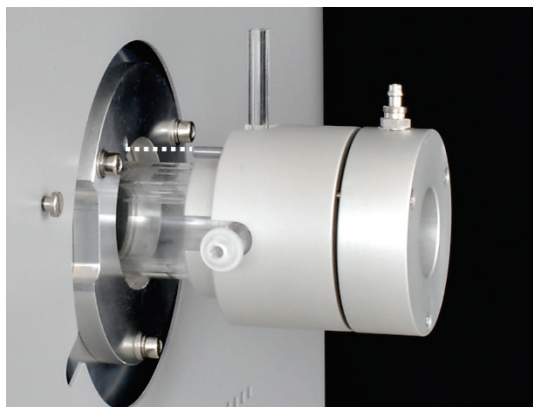
3. Maintenir le réservoir d'acide sulfurique, retirer la pince à fourche (1) et détacher la liaison à rodage sphérique entre la sortie de gaz du tube en quartz et le réservoir d'acide sulfurique.

4. Retirer le réservoir d'acide avec précaution et le vider.

5. Retirer le tuyau de gaz du manchon d'entrée de gaz du tube en quartz (2).

En cas d'utilisation du détecteur de flamme : Dévisser le détecteur de flamme (→ voir section « Branchement du détecteur de flamme (en option) », p. 85).

6. Desserrer l'écrou-raccord du raccord d'argon de l'écluse à gaz (3) et retirer le tuyau.



7. Saisir l'écluse à gaz et retirer le tube en quartz avec précaution du four de combustion.
8. Dévisser les vis à six pans creux et démonter l'écluse à gaz.
9. Retirer la laine de quartz du tube à l'aide d'un crochet.

10. Contrôler l'absence de cristallisation excessive, de fissures et d'éclatements sur le tube en quartz. **Note !** Réutiliser uniquement des tubes intacts.
11. Contrôler l'absence de fissures et de zones friables sur les bagues d'étanchéité dans l'écluse à gaz. Le cas échéant, remplacer les bagues d'étanchéité.
12. Rincer le tube à l'eau ultra-pure et le laisser sécher.
13. Mettre env. 2,5 cm de laine de quartz dans l'entrée du tube en quartz et pousser la laine à l'extrémité du tube à l'aide d'un crochet.
14. Remonter l'écluse à gaz et mettre le tube de combustion dans le four. Rétablir tous les raccords de gaz (→ voir section « Préparatifs du multi EA 4000 pour les mesures CI », p. 82).

7.3.3 Entretien de l'électrode bifonctionnelle



NOTE

Risque de destruction de l'électrode bifonctionnelle dû au nettoyant ou à l'abrasif.

Pour le nettoyage de l'électrode bifonctionnelle, la rincer uniquement à l'éthanol ou à l'eau distillée. Il est interdit d'utiliser des nettoyants agressifs ou des abrasifs.

Un dessèchement de l'électrolyte sur l'électrode bifonctionnelle peut entraîner une diminution irréversible de la sensibilité ou un endommagement de l'électrode. Veiller donc à ce que l'électrolyte ne sèche jamais sur l'électrode bifonctionnelle :

- En cas de pause courte de fonctionnement (d'un jour à l'autre) :
Conserver l'électrode dans la solution électrolytique.

- En cas de mise hors service pendant plusieurs jours : Rincer l'électrode bifonctionnelle à l'eau distillée et à l'éthanol. Plonger l'électrode pendant la nuit dans de l'éthanol agité par un agitateur magnétique. Essuyer ensuite l'électrode bifonctionnelle avec de la cellulose et la conserver dans un endroit sec.



NOTE

L'électrode bifonctionnelle est constituée de matériaux céramiques et est particulièrement sensible au niveau des soudures des électrodes.

Manipuler l'électrode bifonctionnelle avec une prudence particulière ! En tant que pièce d'usure, elle n'est pas garantie !

Le retrait du couvercle de la cellule de mesure et le raccordement au gaz de mesure peut entraîner une sollicitation mécanique trop importante en cas de manipulation incorrecte et conduire en conséquence à une rupture du raccordement électrique de l'électrode bifonctionnelle.

Correct



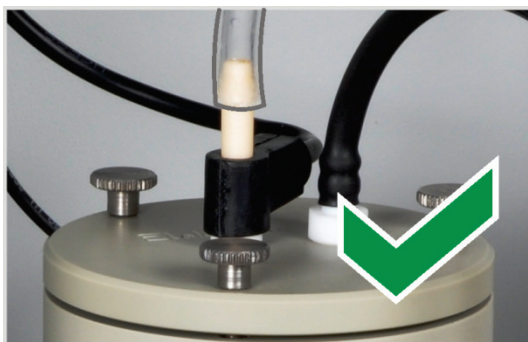
Saisir l'électrode par le haut et la retirer du couvercle en la tirant vers le haut.

Incorrect



Ne pas tirer ni donner d'à-coups sur la douille latérale de raccord pour les connexions électriques. Risque de rupture des raccords dans la douille (non visible de l'extérieur) !

Correct



Enfiler le tuyau de gaz de mesure sur env. 1 cm seulement sur l'électrode. L'étanchéité au gaz est ainsi établie.

Incorrect



Si le tuyau est enfilé trop loin sur l'électrode, il se fixe à l'électrode. Risque de rupture de l'électrode lors du retrait du tuyau !

7.3.4 Entretien des cellules de mesure

Puisque les composants de l'électrolyte s'évaporent pendant la mesure en raison des gaz de réaction chauds, il est recommandé de changer la solution électrolytique tous les jours :

1. Retirer l'électrolyte usagé.
2. Rincer la cellule de mesure et le barreau d'agitation magnétique d'abord à l'eau distillée puis à l'éthanol.
3. Essuyer avec précaution la cellule de mesure et le barreau d'agitation magnétique avec de la cellulose afin d'éliminer d'éventuels dépôts de chlorure d'argent.
4. Remplir de nouveau la cellule de mesure d'électrolyte (→ voir section « Mise à disposition de la cellule de mesure », p. 89).

Respecter les consignes suivantes :

- Si le système est mis hors service pendant plusieurs jours, nettoyer la cellule de mesure et la conserver au sec.
- Contrôler régulièrement l'absence de fissures sur le revêtement du barreau d'agitation magnétique. Les ions métalliques parvenus dans la solution électrolytique peuvent perturber l'analyse.
- Éviter la pénétration de liquide dans le bloc de mélange/refroidissement et dans les contacts enfichables (risque de court-circuit).

7.3.5 Remplacement de l'adsorbant



1. Arrêter l'appareil de base et désactiver le module CI avec l'interrupteur secteur. Couper l'alimentation en gaz.
2. Retirer le tube d'adsorption du support.
3. Dévisser les bouchons filetés du tube en verre.
4. Enlever le bouchon d'ouate et déverser l'adsorbant.
5. Fermer un côté du tube en verre avec de l'ouate et remplir d'adsorbant.
6. Fermer le tube en verre avec de l'ouate.
7. Visser de nouveau à la main le tube d'adsorption rempli.
8. Enfoncer de nouveau le tube d'adsorption dans le support.

Note ! Ne pas tourner ni plier les tuyaux.

7.4 Fonctionnement avec le module pour solides TIC automatique

Intervalles de maintenance

Opération de maintenance	Intervalle de maintenance
Enlever les éclaboussures de produits chimiques sur le boîtier	Immédiatement
Nettoyer le réacteur TIC	Une fois par jour, en cas de salissures visibles
Remplacer l'agent desséchant dans le tube de séchage	En cas de besoin (noircissement ou agglutination en raison d'absorption d'humidité)
Remplacer le piège à haloïdes	En cas de besoin, si la moitié de la laine de cuivre ou de laiton est décolorée
Contrôler le filtre à poussière, le remplacer en cas d'encrassement visible	Une fois par mois
Vérifier l'absence de dommages sur le serpentin de condensation	Après 3 mois
Nettoyage du serpentin de condensation	En cas de besoin, au plus tard après 12 mois
Vérifier l'absence de dommages sur le réservoir de condensat	Après 3 mois
Nettoyer le réservoir de condensat	En cas de besoin, au plus tard après 12 mois
Remplacer la pompe de dosage, le tuyau de pompe	Après 3 mois
Remplacer la pompe à condensat, le tuyau de pompe	Contrôler tous les 3 mois, remplacer en cas de besoin, au plus tard après 12 mois

Remplacer l'agent desséchant dans le tube de séchage de la même manière que dans l'appareil de base multi EA 4000 (→ voir section « Remplacement de l'agent desséchant dans le tube de séchage », p. 115).

Remplacer les laines de cuivre et de laiton dans le piège à haloïdes de la même manière que sur l'appareil de base multi EA 4000 (→ voir section « Remplacement du piège à haloïdes », p. 116).

7.4.1 Nettoyage du réacteur TIC du module pour solides TIC automatique



AVERTISSEMENT

Risque de court-circuit électrique ! Le four de combustion HTS1500 est soumis à des intensités électriques très élevées malgré une basse tension (24 V max). Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Mettre en marche l'analyseur uniquement avec le tube de combustion inséré ! Toujours arrêter l'analyseur avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière de l'appareil pour effectuer les travaux de transformation et de maintenance sur le tube ou le four de combustion.



AVERTISSEMENT

L'acide phosphorique ou l'acide chlorhydrique utilisé pour l'éjection du TIC peut entraîner de graves brûlures !

Porter des gants et des lunettes de protection lors de toute manipulation d'acide concentré ! En cas de contact avec la peau, rincer immédiatement.

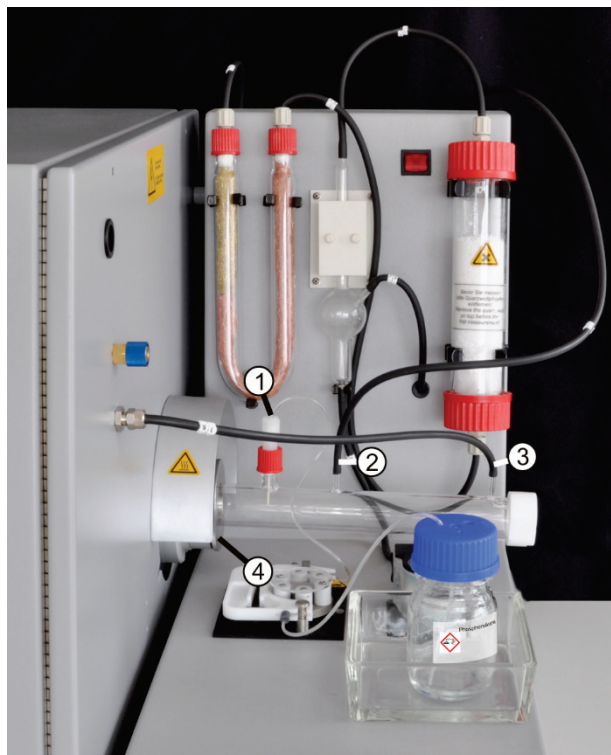


ATTENTION

Risque de brûlure avec le four de combustion ! Laisser l'appareil refroidir suffisamment longtemps avant de démonter le tube de combustion !

1. Arrêter l'appareil de base et désactiver le module pour solides TIC avec l'interrupteur secteur. Couper l'alimentation en gaz.
2. Laisser l'appareil refroidir suffisamment (au moins 2 h).
3. Déplacer le FPG 48 d'env. 30 cm vers la droite afin de libérer de la place pour le démontage du réacteur TIC.

Note ! Tenir d'une main le réacteur TIC lors du retrait des tuyaux. Le réacteur risque de se casser en exerçant une pression unilatérale. Il est possible aussi de retirer d'abord le réacteur du raccord puis de retirer ensuite les raccords.



4. Mettre de côté le réservoir d'acide et le bac collecteur. Essuyer soigneusement le tuyau de pompe.

Note ! L'acide sortant du tuyau ne doit pas goutter sur l'appareil.

5. Dévisser le raccord d'alimentation en acide (1) du réacteur TIC. Retirer la canule en céramique du manchon.

6. Rincer la canule en céramique et la bague d'étanchéité à l'eau ultra-pure et les essuyer avec de la cellulose.

Note ! La canule en céramique est fragile !

7. Retirer le tuyau de gaz de mesure (2) et le tuyau d'alimentation en oxygène (3) du réacteur.

8. Desserrer la vis moletée (4) sur le raccord à l'appareil de base.

9. Retirer le réacteur TIC du raccord.

10. Contrôler l'absence de fissures et d'éclatements sur le réacteur TIC.

Note ! Réutiliser uniquement des réacteurs intacts.

11. Nettoyer le réacteur, le cas échéant avec un solvant adéquat, et une brosse ou de la cellulose.

12. Rincer le réacteur à l'eau ultra-pure et le laisser sécher.

13. Introduire de nouveau le réacteur dans le raccord et le fixer en serrant l'anneau moleté.

14. Fixer les raccords d'acide et de gaz sur le réacteur et remettre en place le FPG 48 (→ voir sections « Raccordement du réacteur TIC et du passeur d'échantillons », p. 97 et « Raccordement et utilisation du passeur d'échantillons », p. 64).

7.4.2 Nettoyage du serpentin de condensation

1. Arrêter l'appareil de base et désactiver le module pour solides TIC automatique avec l'interrupteur secteur et débrancher la fiche secteur du module pour solides TIC de la prise. Couper l'alimentation en gaz.
2. Mettre de côté le FPG 48, enlever le réservoir d'acide et le bac collecteur puis démonter le réacteur TIC.
3. Tourner le module pour solides TIC de manière à accéder à l'arrière.



4. Retirer les tuyaux du serpentin de condensation.
5. Retirer soigneusement le serpentin de condensation du support.
6. Contrôler l'absence de dépôts et de fissures sur le serpentin de condensation.
7. En cas de besoin, rincer le serpentin de condensation à l'eau ultra-pure et le laisser bien sécher.
8. Enfoncer de nouveau le serpentin de condensation avec précaution dans le support sur la paroi arrière du module pour solides TIC.
9. Raccorder le tuyau n° 72 (provenant du réacteur) au raccord supérieur du serpentin de condensation.
10. Raccorder le tuyau n° 73 (vers le réservoir de condensat) au raccord inférieur du serpentin de condensation.
11. Tourner de nouveau le module pour solides TIC dans la position initiale.

12. Remonter le réacteur TIC et le FPG 48 (→ voir sections « Raccordement du réacteur TIC et du passeur d'échantillons », p. 97 et « Raccordement et utilisation du passeur d'échantillons », p. 64).

7.4.3 Démontage et remplacement du tuyau de pompe

Pompe à acide



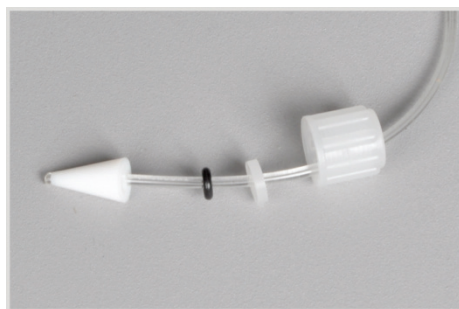
ATTENTION

De l'acide phosphorique ou de l'acide chlorhydrique se trouve dans le tuyau de pompe (selon l'application). Les acides irritent les yeux, la peau et les muqueuses !

Porter des gants et des lunettes de protection lors de toute manipulation d'acide concentré ! En cas de contact avec la peau, rincer immédiatement.

Remplacer le tuyau sur la pompe à cassette comme suit :

1. Retirer le tuyau du flacon d'acide. Mettre de côté le flacon d'acide et le bac collecteur. Veiller à ce que l'acide ne goutte pas sur l'appareil.
2. Dévisser le tuyau de pompe sur le réacteur.
3. Ouvrir la cassette à tuyau (3 sur la Figure 49) et extraire le tuyau de pompe.



4. Retirer les éléments d'étanchéité et l'écrou-raccord blanc du tuyau de pompe utilisé.
5. Enfiler les éléments d'étanchéité dans l'ordre indiqué sur le nouveau tuyau de pompe.

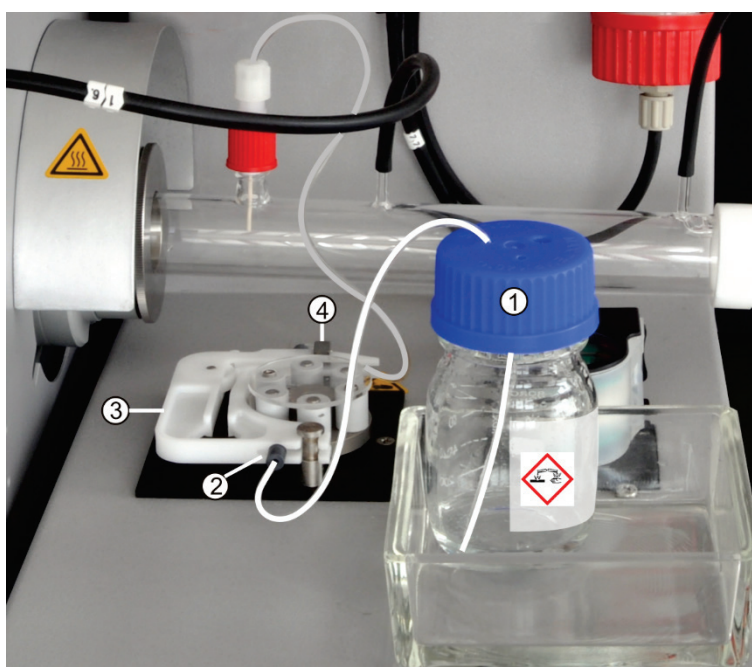


Figure 49 Montage des tuyaux de pompe

- | | |
|-------------------------------|--|
| 1 Flacon d'acide phosphorique | 3 Cassette à tuyau |
| 2 Butée sur le tuyau de pompe | 4 Raccord de tuyau sur le réacteur TIC |

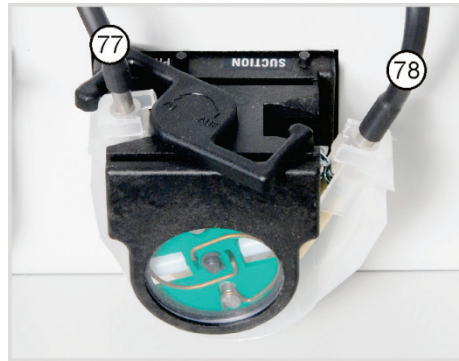
6. Tendre le tuyau de pompe entre les deux butées en plastique (2 sur la Figure 49) sur la cassette à tuyau.
7. Mettre la cassette à tuyau dans la pompe et l'encliqueter.
8. Visser le tuyau de pompe sur le réacteur TIC.

Note ! Installez le tuyau de la pompe de façon à ce qu'il ne touche pas le réacteur TIC chaud.

9. Placer le réservoir d'acide dans le bac collecteur sur le module TIC. Enfiler l'autre extrémité du tuyau de pompe dans une ouverture du réservoir d'acide.

Pompe à condensat

Contrôler l'étanchéité du tuyau de pompe tous les trois mois. Remplacer le tuyau de pompe en cas de besoin, mais au moins une fois par an.



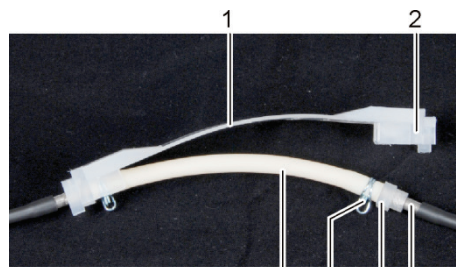
1. Pousser l'étrier vers la gauche sur la pompe à condensat.
2. Retirer les deux tuyaux n° 77 et n° 78 des raccords.

3. Retirer la bande de roulement avec le tuyau de pompe du corps de la pompe.
4. Contrôler l'absence d'usure importante et de fissures sur le tuyau de pompe et les raccords.

Note ! Si de l'humidité sort du tuyau de pompe ou des raccords, remplacer le tuyau de pompe.

5. Essuyer le corps de la pompe et le galet guide avec de l'eau ultra-pure.
6. Contrôler l'absence d'usure sur le corps de la pompe et le galet guide.

Note ! Si le corps de la pompe et le galet guide sont fortement détériorés, en informer le service clientèle.

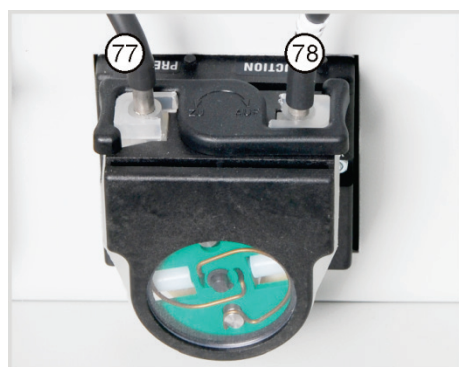


- | | | | |
|---|---------------------|---|--------------------|
| 1 | Bande de roulement | 4 | Guide de tuyau |
| 2 | Rainure | 5 | Collier de serrage |
| 3 | Tubulure métallique | 6 | Tuyau de pompe |

7. Enfoncer le tuyau de pompe intact ou neuf dans la bande de roulement.

Lors du montage, les colliers de serrage doivent être tournés vers le bas.

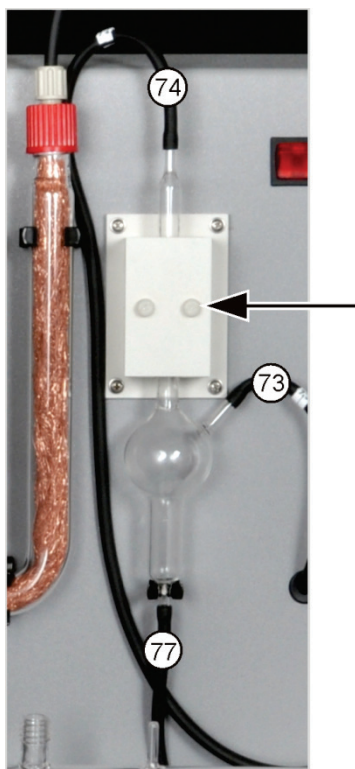
Glisser le guide de tuyau dans la rainure de la bande de roulement.



8. Placer la bande de roulement autour du corps de la pompe.
9. Pousser d'une main la bande de roulement vers le haut et tourner de l'autre l'étrier vers la droite jusqu'à ce qu'il s'enclenche.
10. Enfiler de nouveau les tuyaux n° 77 et 78 sur les tubulures.

7.4.4 Nettoyage du réservoir de condensat

Nettoyer le réservoir de condensat en cas de besoin :



1. Desserrer les 2 vis moletées (flèche) sur le couvercle du bloc de refroidissement et retirer le couvercle.
2. Retirer les tuyaux des raccords du réservoir de condensat.
3. Contrôler l'absence de dépôts et de fissures sur le réservoir de condensat.
4. Rincer le réservoir de condensat à l'eau ultra-pure si besoin.
5. Fixer les tuyaux (voir figure) :

- Tuyau n° 73 (provenant de l'extrémité inférieure du serpentin de condensation à l'arrière) sur l'entrée latérale du réservoir de condensat
- Tuyau n° 77 (vers la pompe à condensat) sur la sortie inférieure
- Tuyau n° 74 (vers le réservoir de séchage) sur la sortie supérieure

Enfiler les tuyaux sur env. 1 cm sur les manchons en verre du réservoir de condensat.

7.5 Module pour solides TIC manuel

Intervalles de maintenance

Opération de maintenance	Intervalle de maintenance
Enlever les éclaboussures de produits chimiques sur le boîtier	Immédiatement
Nettoyer le réacteur TIC (fiolle Erlenmeyer)	Après chaque échantillon
Remplacer l'agent desséchant dans le tube de séchage	En cas de besoin (noircissement ou agglutination en raison d'absorption d'humidité)
Remplacer le piège à haloïdes	Si la moitié de la laine de cuivre ou de laiton est décolorée
Remplacer les pièges à eau	En cas de besoin, au plus tard après 3 mois

Remplacer l'agent desséchant dans le tube de séchage de la même manière que dans l'appareil de base multi EA 4000 (→ voir section « Remplacement de l'agent desséchant dans le tube de séchage », p. 115).

Remplacer les laines de cuivre et de laiton dans le piège à haloïdes de la même manière que pour le remplacement du piège à haloïdes dans l'appareil de base multi EA 4000 (→ voir section « Remplacement du piège à haloïdes », p. 116).

7.5.1 Nettoyage du réacteur TIC du module pour solides TIC manuel

Rincer après chaque analyse le réacteur TIC (fiolle Erlenmeyer) avec de l'eau ultra-pure. Le sécher ensuite soigneusement (voir également « Exécution de la mesure TIC », p. 107).

7.6 Remplacer les pièges à eau

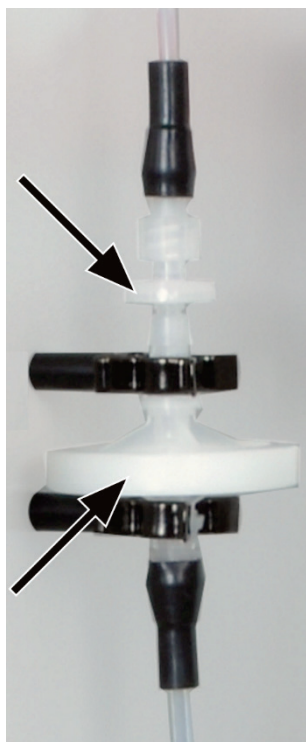


NOTE

Il est possible de remplacer les pièges à eau (préfiltre TC et filtre de retenue à une voie) lorsque l'analyseur est en marche, mais pas pendant une mesure. Remplacer impérativement les deux pièges à eau !

Les pièges à eau remplissent leur fonction uniquement s'ils sont placés dans l'ordre et le sens de montage indiqués !

Remplacer les pièges à eau en fonction de la matrice d'échantillon, mais au plus tard après 6 mois, comme suit :



1. Retirer les pièges à eau des 2 attaches.
2. Détacher les raccords de tuyaux des pièges à eau. Pour ce faire, dévisser l'adaptateur Luer du petit piège à eau.
3. Monter les nouveaux pièges à eau.
L'inscription « INLET » sur le grand piège à eau (piège à aérosols) doit être dirigée vers le bas et celle sur le petit piège à eau (filtre de retenue à une voie) vers le haut (flèches sur la Figure de gauche).
4. Visser le petit piège à eau dans l'adaptateur Luer sur le tuyau n° 9.
5. Raccorder le grand piège à eau à l'aide du connecteur FAST au tuyau n° 8.
6. Enfoncer les pièges à eau dans les 2 attaches sur la paroi de l'appareil.

8 Élimination de pannes

8.1 Remarques générales

Pour procéder à l'analyse d'erreurs, il est possible d'enregistrer des fichiers de compte rendu. L'enregistrement des fichiers de compte rendu doit avoir lieu en concertation avec le service clientèle de la société Analytik Jena.

- Activer l'enregistrement des fichiers de compte rendu spécifiques à l'appareil multiWin_Comm.log et multiWin_Flow.log sous EXTRAS ► CONFIGURATION ► ERROR ANALYSIS. L'enregistrement du fichier multiWin_Error.log est toujours activé.
- Activer l'enregistrement du fichier de compte rendu spécifique à multiWin multiWin_Exception.log sous EXTRAS ► CONFIGURATION ► ERROR ANALYSIS.
- Créer un fichier zip via la commande de menu HELP ► ERROR ANALYSIS, qui peut être mis à la disposition du service clientèle.



NOTE

Si les erreurs ne peuvent pas être éliminées, en informer dans tous les cas le service clientèle de la société Analytik Jena. Cela vaut également si certaines erreurs surviennent fréquemment. Pour le diagnostic d'erreurs, envoyer le fichier zip généré par e-mail au service clientèle de la société Analytik Jena.

8.2 Messages d'erreur dans multiWin



NOTE

L'usage de câbles USB non appropriés ou de rallonges non autorisées entraîne souvent des problèmes de communication entre le module de commande et le PC. Utiliser uniquement le câble USB fourni par la société Analytik Jena. Il est interdit de rallonger la connexion USB !

Message d'erreur		
1	No reply from firmware	
	Cause	Élimination
	Module de commande et appareil de base non mis en service	■ Mettre le module de commande et l'appareil de base en service
	Module de commande non connecté à l'ordinateur	■ Contrôler la connexion module de commande - ordinateur
	Mauvaise interface sélectionnée sur l'ordinateur	■ Contrôler l'interface enfichée sur l'ordinateur ■ Le cas échéant, sélectionner une autre interface dans multiWin via le menu [EXTRAS] ► [INTERFACE] ■ Initialiser

Message d'erreur		
2	Serial port not present!	
	Cause	Élimination
	Problèmes de communication	■ Débrancher la connexion USB entre le module de commande et l'ordinateur, puis la rebrancher au bout de 10 s env. ■ Initialiser
3	Serial port not reachable!	
	Cause	Élimination
	Problèmes de communication	■ Débrancher la connexion USB entre le module de commande et l'ordinateur, puis la rebrancher au bout de 10 s env. ■ Initialiser
	Un autre programme utilise l'interface, p. ex. ServiceTerminal après une mise à jour	■ Fermer l'autre programme
4	Unknown connection type!	
	Cause	Élimination
	Problèmes de communication	■ Débrancher la connexion USB entre le module de commande et l'ordinateur, puis la rebrancher au bout de 10 s env. ■ Initialiser
5	Error when opening the port!	
	Cause	Élimination
	Problèmes de communication	■ Débrancher la connexion USB entre le module de commande et l'ordinateur, puis la rebrancher au bout de 10 s env. ■ Initialiser
	Un autre programme utilise l'interface, p. ex. ServiceTerminal après mise à jour	■ Fermer l'autre programme
7	Operating system error: Unauthorized access!	
	Cause	Élimination
	Arrêt indéfini de multiWin	■ Quitter multiWin ■ Débrancher le câble USB, puis le rebrancher au bout de 10 s env. ■ Redémarrer le système d'exploitation (ordinateur) ■ Redémarrer le micrologiciel (module de base) ■ Redémarrer multiWin
11	no reply to signal	
	Cause	Élimination
	Firmware planté	■ Quitter multiWin ■ Arrêter l'analyseur ■ Débrancher le câble USB entre l'ordinateur et le module de commande, puis le rebrancher au bout de 10 s env.

		▪ Redémarrer le système d'exploitation (ordinateur) ▪ Mettre en marche l'analyseur ▪ Démarrer multiWin
12	Signal echo received, check port selection	
	Cause	Élimination
	Mauvaise interface sélectionnée	▪ Contrôler la sélection de l'interface
14	Data transfer interrupted	
	Cause	Élimination
	Aucun transfert de données depuis 10 s	▪ Initialiser
17	Incorrect interface protocol ID	
	Cause	Élimination
	Erreur après mise à jour (les versions des micrologiciels – multiWin ne sont pas compatibles)	▪ Mise à jour nécessaire
20	Timeout: InitEnd	
	Cause	Élimination
	Dépassement de temps lors de l'initialisation	▪ Initialiser
21	Timeout: StatusBusy	
	Cause	Élimination
	Dépassement de temps en fonctionnement (appareil pas prêt à fonctionner)	▪ Confirmer le message ▪ Initialiser
22	Timeout: End	
	Cause	Élimination
	Dépassement de temps en quittant multiWin	▪ Confirmer le message ▪ Initialiser
23	Timeout: StopEnd	
	Cause	Élimination
	Dépassement de temps lors de l'interruption de la mesure	▪ Confirmer le message ▪ Initialiser
24	Timeout: Measurement	
	Cause	Élimination
	Dépassement de temps pendant la mesure La durée d'intégration maximale a été dépassée	▪ Contrôler l'analyseur ▪ Contrôler le réglage de la méthode
25	Timeout: Analyzer command processing	
	Cause	Élimination
	Dépassement de temps lors du traitement de l'ordre	▪ Confirmer le message ▪ Initialiser
30	Chloride needs adding	
	Cause	Élimination
	▪ Cellule de mesure et/ou solution électrolytique contaminée(s)	▪ Nettoyer la cellule de mesure, remplir d'un nouvel électrolyte

	■ Électrode bifonctionnelle défectueuse ou fortement vieillie	■ Utiliser une nouvelle électrode pour la détermination du chlorure
50	Firmware-Reset	
	Cause	Élimination
	L'ordinateur interne (Firmware) a redémarré	■ Confirmer le message ■ Initialiser
52	Firmware standby	
	Cause	Élimination
	Le micrologiciel est passé en veille	■ Confirmer le message ■ Initialiser
61	Command from the PC not complete	
62	Command from the PC without STX	
64	Command from the PC CRC error	
65	Command from the PC invalid command	
66	Command from the PC invalid MEAS command	
67	Command MTXT from PC missing	
	Cause	Élimination
	Erreur de communication	■ Confirmer le message ■ Initialiser
100	C sensor: no connection	
	Cause	Élimination
	Communication perturbée après la détection du capteur lors de l'initialisation	■ Confirmer le message ■ Initialiser
101	C detector: CRC error	
	Cause	Élimination
	Communication perturbée après la détection du capteur lors de l'initialisation	■ Confirmer le message ■ Initialiser
104	C sensor: Analog values out of range	
107	C sensor: Analog values out of range (coarse)	
	Cause	Élimination
	Les valeurs analogiques du détecteur sont en dehors de la plage de travail	■ Contrôler la qualité du gaz porteur ■ Initialiser ■ Contrôler les valeurs analogiques dans le test de composant (via l'option de menu SYSTEM ► COMPONENT TEST Carte C-NDIR)
106	C sensor: incorrect response to command	
	Cause	Élimination
	Communication perturbée	■ Arrêter, puis remettre en marche le module C ■ Initialiser

120	S sensor: no connection	
130	Cl sensor: no connection	
	Cause	Élimination
	Communication perturbée après la détection du capteur lors de l'initialisation	■ Confirmer le message ■ Initialiser
120	S sensor: no connection	
	Cause	Élimination
	Communication perturbée après la détection du détecteur lors de l'initialisation	■ Confirmer le message ■ Initialiser
124	S sensor: incorrect status	
	Cause	Élimination
	Commutation du facteur de lissage	■ Renouveler l'action
128	S sensor: inactive	
	Cause	Élimination
	Transfert type de détecteur échoué	■ Renouveler l'action
130	Cl sensor: no connection	
	Cause	Élimination
	Communication perturbée après la détection du détecteur lors de l'initialisation	■ Confirmer le message ■ Initialiser
131	Cl sensor: incorrect command structure	
	Cause	Élimination
	Communication avec le module de chlore perturbée	■ Confirmer le message ■ Arrêter/mettre en marche le module de chlore ■ Initialiser
133	Cl sensor: incorrect cell	
	Cause	Élimination
	Aucune initialisation après le changement de cellule	■ Initialiser
134	Cl sensor: incorrect status	
	Cause	Élimination
	Communication perturbée	■ Confirmer le message ■ Initialiser ■ Contrôler l'état de la cellule de titrage via l'option de menu SYSTEM ► COMPONENT TEST Carte CL-AMP
135	Cl sensor: incorrect version	
	Cause	Élimination
	Erreur de transfert	■ Confirmer le message ■ Initialiser ■ Contrôler l'état de la cellule de titrage via l'option de menu SYSTEM ► COMPONENT TEST ► CL-AMP

137	Cl sensor: check measuring cell	
	Cause	Élimination
	Routine du point final 3x non réussie	■ Contrôler le remplissage de l'électrolyte ■ Contrôler les électrodes
138	Cl sensor: inactive	
	Cause	Élimination
	Transfert du type de détecteur échoué	■ Renouveler l'action
139	Cl sensor: STA error	
140	Cl sensor: STA error	
	Cause	Élimination
	Erreur lors de la mise à jour du détecteur Cl	■ Renouveler la mise à jour
207	Flow error	
	Cause	Élimination
	État du débit pas OK	■ Contrôler l'étanchéité, contrôler l'alimentation en gaz
208	O2 pressure missing	
	Cause	Élimination
	Débit de gaz O ₂ insuffisant	■ Contrôler le raccord d'O₂ ■ Contrôler la pression
209	Ar pressure missing	
	Cause	Élimination
	Débit d'argon insuffisant	■ Contrôler le raccord d'argon ■ Contrôler la pression
220	Sampler: no connection	
	Cause	Élimination
	Communication perturbée après la détection du passeur d'échantillons lors de l'initialisation	■ Confirmer le message ■ Initialiser
226	Sampler: runtime exceeded	
	Cause	Élimination
	Le message de fin du mouvement du passeur d'échantillons dure trop longtemps (passeur d'échantillons défectueux)	■ Enregistrer les fichiers de compte rendu ■ Contacter le service clientèle
290	Scales: no connection	
	Cause	Élimination
	Aucune communication avec la balance	■ Vérifier la connexion ■ Contrôler les réglages de la balance
291	Scales: incorrect weight unit	
	Cause	Élimination
	Actuellement, seule l'unité [g] est admissible	■ Régler l'unité gramme [g] dans le menu de la balance

300	Temperature controller: no connection	
	Cause	Élimination
	Communication perturbée	■ Confirmer le message ■ Initialiser
301	Thermocouple break	
	Cause	Élimination
	Thermocouple HTS1500 défectueux	■ Contacter le service clientèle
303	Temperature controller: EPROM error	
304	Temperature controller: Communication error	
	Cause	Élimination
	Erreur de communication avec l'appareil de base	■ Arrêter/mettre en marche l'appareil de base ■ Initialiser
306	external furnace not present	
	Cause	Élimination
	Appareil de base non détecté comme matériel	■ Contrôler la connexion entre l'appareil de base et le module de commande

8.3 Affichage dans la fenêtre ÉTAT DE L'APPAREIL

Des informations sur l'état de l'appareil ou à propos des différents modules sont affichées dans la fenêtre ÉTAT DE L'APPAREIL.

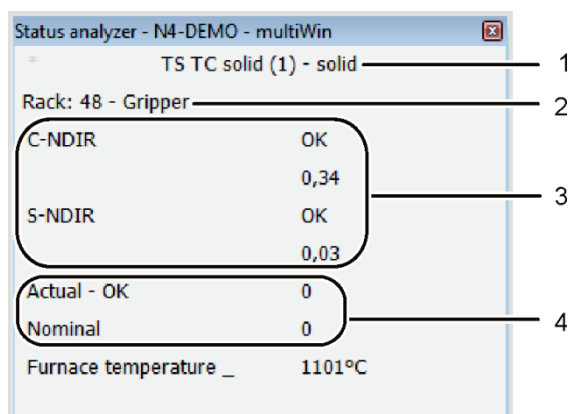


Figure 50 Fenêtre STATUS ANALYZER

- | | | | |
|---|---|---|--|
| 1 | Méthode | 4 | Affichage du débit (pas pour les mesures CI) |
| 2 | Module d'analyse / Passeur d'échantillons | 5 | Affichage de la température |
| 3 | Détection / Module de détection | | |

Les affichages dans la fenêtre STATUS ANALYZER sont identifiés par un code couleur. Les couleurs ont la signification suivante :

Couleur	Description
noir	L'état du composant correspondant est en ordre, l'appareil de mesure est prêt à fonctionner
gris	Le détecteur est inactif
vert	Le détecteur est en ordre, l'appareil est prêt à fonctionner (OK) ou

Couleur	Description
	Le détecteur est occupé, un démarrage de mesure est possible uniquement après exécution de la routine (spécifique au détecteur)
rouge	Le composant n'est pas prêt à fonctionner La phase de rodage n'est pas encore terminée, attendre qu'elle se termine Consulter les erreurs, la recherche d'erreurs et les informations sur les composants correspondants dans multiWin via l'option de menu SYSTEM ► COMPONENT TEST

La ligne supérieure de la fenêtre STATUS ANALYZER indique le nom de la méthode active et l'état de l'échantillon (solide).

Lors de l'initialisation, le système détecte si le passeur d'échantillons FPG 48 est raccordé et en marche. Si tel est le cas, l'affichage RACK 48 apparaît. Un module pour solides TIC automatique raccordé est en outre détecté et indiqué par TIC (AUTOMATIC).

Dans la partie « Détection » sont affichés tous les modules de détection détectés lors de l'initialisation. Les affichages suivants sont possibles :

Affichage	Description
C-NDIR	Détecteur NDIR pour le carbone
S-NDIR	Détecteur NDIR pour le soufre
Cl-AMP smallCell	Module de chlore avec cellule « sensitive »
Cl-AMP largeCell	Module de chlore avec cellule « high concentration »

L'état de chaque module de détection est identifié par un code couleur (voir ci-dessus). Les affichages d'état suivants sont possibles :

Appareil prêt à fonctionner	
Affichage	Description
OK (vert, noir)	Le détecteur est prêt à fonctionner
Appareil pas prêt à fonctionner - général	
Affichage	Description
Aucun détecteur affiché (affichage vide)	Aucun détecteur détecté : ■ Mettre en marche le détecteur ■ Initialiser
Erreur de communication (rouge)	Communication perturbée : ■ Arrêter/mettre en marche l'appareil ■ Initialiser
Aucune connexion (rouge)	Connexion perturbée : ■ Contrôler le câble de connexion ■ Arrêter/mettre en marche l'appareil ■ Initialiser
Appareil pas prêt à fonctionner – C-NDIR / S-NDIR	
Affichage (rouge)	Description
Avertissement valeurs analogiques	Valeurs analogiques hors plage : ■ Consulter les valeurs via l'option de menu SYSTEM ► COMPONENT TEST dans l'onglet C-NDIR, S-NDIR

	■ Voir également la description des erreurs du module C/S, p. 140
Phase de rodage	Le détecteur n'est pas encore prêt à fonctionner : Attendre la fin de la phase de rodage après la mise en marche (env. 30 min)
Appareil pas prêt à fonctionner - CI-AMP	
Affichage (rouge)	Description
Non actif	Aucune cellule détectée : Insérer une cellule
Appareil pas prêt à fonctionner - CI-AMP	
Affichage (vert)	Description
Titration de pause	Le titrage de pause est en cours : ■ Démarrage de mesure possible
Routine du point final	La routine du point final est en cours : ■ Attendre la fin de la routine

Dans la partie « Affichage du débit » est affiché le débit d'aspiration actuel (ACTUAL) et le débit nominal à atteindre (NOMINAL). Le débit nominal est de 100 l/h. Le débit d'aspiration peut différer de ± 10 l/h du débit nominal. Réguler le débit d'aspiration sur le rotamètre « pump » à l'avant de l'appareil de base. L'affichage de température indique la température actuelle du four. Lorsque l'affichage de la température est rouge, la température actuelle du four ne correspond pas à la température réglée dans la méthode. Attendre dans ce cas jusqu'à ce que la température de consigne soit atteinte ou contrôler le réglage de la température dans la méthode.

8.4 Erreurs de l'appareil

D'autres problèmes ne pouvant pas être détectés par la surveillance du système, peuvent survenir. La mesure peut démarrer. Il est le plus souvent possible de détecter ces erreurs au travers de résultats de mesure non plausibles (problèmes d'analyse). Souvent, elles sont visibles. Si les solutions proposées ne fonctionnent pas, s'adresser au service clientèle.

8.4.1 Appareil de base

Erreur	
Le four ne chauffe pas	
Cause	Solution
■ Erreur dans l'électronique ■ Élément de chauffage cassé ■ Fusible déclenché dans l'appareil de base	■ Contrôler la fiche de raccordement électrique (câble secteur, câble d'interface) ■ Contacter le service clientèle

Les ventilateurs situés à l'arrière de l'appareil ne fonctionnent pas	
Cause	Solution
▪ Fusible défectueux ▪ Électronique défectueuse	▪ Arrêter l'analyseur à l'aide de l'interrupteur principal ▪ Contacter le service clientèle
Aucun débit d'aspiration sur le débitmètre « pump »	
Cause	Solution
▪ Pompe non activée	▪ Contrôler la différence de température ▪ Attendre que la différence de température entre la température de consigne et la température réelle s'approche de 50 °C Si la pompe ne s'active pas avec une différence de température entre la température de consigne et la température réelle inférieure à 50 °C, contacter le service clientèle
▪ Tuyaux coincés	▪ Vérifier que la tuyauterie ne présente pas de tuyaux pliés ou écrasés

8.4.2 Module C/S

multiWin : erreurs de débit	
Débit de gaz de mesure RÉEL < 90 l/h ou > 110 l/h	
Cause	Solution
▪ Aucun ou trop faible débit d'aspiration	▪ Pompe d'aspiration activée, corriger le débit d'aspiration sur le régulateur de débit « pump » du module de base ▪ Vérifier que la tuyauterie ne présente pas de tuyaux pliés ou écrasés
▪ Agent desséchant trop humide et agglutiné	▪ Changer l'agent desséchant
multiWin : erreurs de débit	
Débit de gaz de mesure ACTUAL = 0	
Cause	Solution
▪ Aucun débit d'aspiration ▪ Pompe non activée	▪ Contrôler la différence de température ▪ Attendre que la différence de température entre la température de consigne et la température réelle s'approche de 50 K. Si la pompe ne s'active pas avec une différence de température entre la température de consigne et la température réelle inférieure à 50 K, contacter le service clientèle
Les valeurs analogiques du système optique NDIR oscillent	
Cause	Solution
▪ Défauts d'étanchéité ▪ Réglages ou défaut du détecteur NDIR ▪ Stabilisation du détecteur pendant la phase de démarrage de l'analyseur pas encore terminée	▪ Attendre la phase de démarrage de 15 min ▪ Si les valeurs analogiques ne sont pas constantes après 1 h (pendant que l'oxygène est présent), un défaut d'étanchéité peut être présent. Contacter le service clientèle

- Remplacer le piège à haloïdes lorsque des décolorations sont présentes afin de protéger le détecteur

multiWin : erreurs optiques, valeurs analogiques hors plage

Les valeurs du détecteur NDIR apparaissent en jaune dans la fenêtre d'état

Cause	Solution
■ Les valeurs ADU du détecteur NDIR diffèrent de la valeur de consigne et sont en dehors de la plage de tolérance Remarque : les mesures continuent d'être possibles	■ Vérifier l'alimentation en oxygène de l'approvisionnement en gaz ■ Vérifier l'alimentation en oxygène sur le régulateur de débit, ouvrir la valve ■ Vérifier le débit d'oxygène passant à travers le détecteur (câblage) ■ Contacter le service clientèle

multiWin : aucune liaison au système optique (NDIR)

multiWin : erreurs d'état du système optique

Cause	Solution
■ Erreur de communication ■ Détecteur NDIR défectueux	■ Réinitialiser l'appareil ■ Contacter le service clientèle

Le voyant de contrôle ne s'allume pas

Cause	Solution
■ Le programme interne n'est pas démarré	■ Redémarrer l'ordinateur interne avec l'interrupteur secteur du module



NOTE

Les valeurs ADU du détecteur NDIR diminuent lentement avec l'usure normale. Si ces valeurs diminuent en l'espace de quelques analyses seulement, cela indique que le détecteur est endommagé par des composants du gaz d'analyse !

8.4.3 Module CI



NOTE

Pour éviter des erreurs, respecter absolument les points suivants :

- Raccorder la cellule de mesure avec barreau d'agitation (remplie d'électrolyte) et l'électrode avant de mettre en marche l'analyseur.
- Démarrer le logiciel multiWin env. 3 min après la mise en marche de l'analyseur.

multiWin : aucune connexion au capteur CI

Cause	Solution
■ Aucune communication entre l'ordinateur interne et le coulomètre ■ Module CI pas activé	Respecter la séquence de mise en marche : 1. Mettre en marche l'appareil de base 2. Activer le module CI 3. Attendre env. 3 min jusqu'à ce que le coulomètre communique avec l'ordinateur interne

4. Démarrer le logiciel multiWin

- Câble de connexion pas branché ou défectueux
- Contrôler la connexion par câble

multiWin : structure incorrecte de commande du capteur CI

Cause	Solution
■ Dérangement lors du transfert des données coulomètre - ordinateur interne	■ Initialiser encore une fois l'analyseur ■ Contacter le service clientèle

multiWin : erreurs d'indication

Cause	Solution
■ Connecteur d'électrode non raccordé ■ Électrode défectueuse	■ Raccorder l'électrode et réinitialiser l'appareil ■ Remplacer l'électrode défectueuse ■ Contacter le service clientèle

8.5 Erreurs dans la communication d'appareils

Le logiciel ne réagit pas

Cause	Solution
■ Plantage de l'ordinateur	■ Arrêter complètement l'analyseur, y compris l'appareil de base, l'imprimante, le passeur d'échantillons et l'ordinateur externe, puis redémarrer le système après quelques secondes

multiWin : erreur de communication - appareil d'analyse

Cause	Solution
■ Module avec ordinateur interne pas activé ■ multiWin démarré trop tôt ■ Module avec ordinateur interne pas connecté à l'ordinateur ■ Mauvaise interface COM sélectionnée dans multiWin	■ Activer le module CI ■ Contrôler la connexion du module avec l'ordinateur interne - l'ordinateur ■ Démarrer multiWin seulement lorsque la DEL LOCK IN est allumée ■ Contrôler l'interface enfichée sur l'ordinateur extérieur et celle réglée dans multiWin (commande de menu EXTRAS ► INTERFACE)

Pendant le fonctionnement de l'appareil en même temps que l'erreur

multiWin : redémarrage de l'ordinateur intégré dans l'appareil d'analyse

Cause	Solution
■ Réinitialisation de l'ordinateur interne	■ Lorsque la DEL avant est allumée, initialiser l'appareil d'analyse ■ En cas d'apparition renouvelée, observer le moment de l'apparition de l'erreur (ligne d'état) et contacter le service clientèle.

multiWin : erreur de communication - mauvais jeu d'instructions entre l'ordinateur et l'appareil

Cause	Solution
■ Les versions de programme interne et externe ne sont pas compatibles	■ Renouveler la mise à jour

multiWin : aucune liaison avec le contrôleur de température

Cause	Solution
■ Appareil de base pas mis en marche ■ Câble d'interface entre le module avec ordinateur interne et l'appareil de base non raccordé ou défectueux ■ Contrôleur de température défectueux	■ Mettre en marche l'appareil de base et réinitialiser multiWin 1 minute plus tard ■ Contrôler le raccord du câble d'interface

Aucune liaison avec le passeur d'échantillons

Cause	Solution
■ Aucune communication entre l'appareil de base et le passeur d'échantillons ■ Passeur d'échantillons pas en marche ■ Câble de connexion pas branché ou défectueux	■ Contrôler le câble de liaison ■ Mettre en marche le passeur d'échantillons et initialiser l'analyseur

8.6 Problèmes analytiques

8.6.1 Détermination C/S

Généralités - récupération trop faible

Cause	Solution
■ Agent desséchant trop humide ■ Filtre et tuyaux du gaz de mesure encrassés ■ Défauts d'étanchéité	■ Contrôler et remplacer l'agent desséchant ■ Contrôler et remplacer le filtre ■ Contrôler le piège à poussière et le nettoyer s'il est fortement encrassé (dépôts de particules) ■ En cas de défauts d'étanchéité, contrôler les bagues d'étanchéité de l'écluse à gaz et du piège à poussière, remplacer les bagues si elles sont fissurées ou friables

Résultats trop bas pour le TS

Cause	Solution
■ Piège à haloïdes encore dans le débit de gaz de mesure ■ Température d'attaque trop basse (surtout sous forme de liaison sulfatée)	■ Remplacer le piège à haloïdes par un tube en verre vide ■ Augmenter la température du four dans la méthode, si la courbe de mesure S apparaît très irrégulière ou présente un long tailing et ne diminue pas sur la ligne de base ■ Ajouter éventuellement des additifs (p. ex. phosphate de fer, oxyde de tungstène, pentoxyde de vanadium, étain, ...)
■ Encrassement des tuyaux conducteurs du gaz de mesure jusqu'au système optique	■ Démonter les tuyaux jusqu'au système optique NDIR, les nettoyer, sécher et remonter. Il est recommandé de faire effectuer le nettoyage des tuyaux par le service clientèle.

Résultats trop élevés pour le TC

Cause	Solution
■ Le tube de combustion a une fissure ou est cassé	■ En raison des fissures, de l'air ambiant peut pénétrer dans le système, ce qui peut entraîner des résultats trop élevés pour le TC Remplacer alors le tube de combustion

Dérive de la ligne de base	
Cause	Solution
■ Détecteur instable	■ Pendant la phase de démarrage de l'appareil, le détecteur doit se stabiliser. Au début de la mesure, il peut arriver en conséquence que la ligne de base se décale encore un peu (en fonction de la température) La surface du pic modifiée par la dérive est corrigée automatiquement de sorte que les résultats de mesure n'en dépendent jamais ■ Si la dérive ne disparaît pas, contacter le service clientèle

8.6.2 Détermination Cl



NOTE

Pour éviter des erreurs, respecter absolument les points suivants :

- Raccorder la cellule de mesure avec barreau d'agitation (remplie d'électrolyte) et l'électrode avant de mettre en marche l'appareil de base et le module Cl.
- Démarrer le logiciel multiWin env. 3 min après la mise en marche de l'analyseur.

Récupérations trop faibles (facteur de dissociation > 1,4)	
Cause	Solution
■ Acide sulfurique trop dilué ■ Composants ou tuyaux de gaz de mesure encrassés	■ Contrôler et remplacer l'acide sulfurique ■ Vérifier l'encrassement du tube de combustion Nettoyer le tube de combustion par flambage des dépôts à l'aide d'un bec Bunsen ou dans un four à moufle à 1000 °C Remplacer les tubes fortement encrassés Changer la laine de quartz dans le tube de combustion ■ Vérifier le niveau de suie dans le réservoir d'acide sulfurique Si des particules ont pénétré dans le réservoir d'acide sulfurique, nettoyer le réservoir et la tubulure à la sortie du tube du four et remplir de nouveau le réservoir
Récupération trop élevée (facteur de dissociation < 0,6)	
Cause	Solution
■ Dépôts d'échantillons dans le tube de combustion (p. ex. sels)	■ Remplacer ou nettoyer le tube de combustion, p. ex. en « faisant tremper » le tube de combustion pendant la nuit dans du HNO₃ à 10 %, le rincer ensuite soigneusement avec de l'eau distillée et le sécher
Point de travail inférieur à 1500	
Cause	Solution
■ Électrode bifonctionnelle défectueuse ou fortement vieillie	■ Utiliser une nouvelle électrode pour la détermination du chlorure

8.6.3 Détermination TIC (module pour solides TIC automatique)

Résultats trop bas	
Cause	Solution
■ Pesée sélectionnée sur une valeur trop élevée	■ La pesée ne doit pas dépasser 50 mg car, sinon, la quantité d'acide dosé (400 µl) ne suffit pas pour décomposer entièrement le carbonate ou la quantité d'acide ne peut pas humidifier complètement l'échantillon
■ Échantillon non réparti de manière homogène sur toute la longueur de la nacelle	■ L'échantillon doit être réparti de manière homogène pour que l'échantillon puisse être humidifié complètement avec l'acide
■ Force de l'acide trop faible (longue extinction de la courbe de mesure, la courbe de mesure ne revient pas sur la ligne de base)	■ Si l'échantillon contient en quantité plus importante du carbonate extrêmement stable (p. ex. FeCO_3), la vitesse de décomposition est trop lente avec du H_3PO_4 à 40 % Utiliser alors de l'acide plus fort (p. ex. HCl à 25 %) Note ! Ne pas utiliser le HCl en permanence.
Résultats de mesure divergents	
Cause	Solution
■ Échantillon non réparti de manière homogène sur toute la longueur de la nacelle	■ L'échantillon doit être réparti de manière homogène pour que l'échantillon puisse être humidifié complètement avec l'acide
■ La matrice d'échantillon est hydrophobe	■ Si l'échantillon ne peut pas être humidifié correctement avec l'acide, il est utile de recouvrir l'échantillon avec du sable siliceux calciné pour améliorer l'action de l'acide ■ Parfois, l'humidification est meilleure avec de l'acide chlorhydrique qu'avec de l'acide phosphorique Note ! Ne pas utiliser le HCl en permanence.

8.6.4 Détermination TIC (module pour solides TIC manuel)

Résultats trop bas	
Cause	Solution
■ Force de l'acide trop faible (longue extinction de la courbe de mesure, la courbe de mesure ne revient pas sur la ligne de base avec une durée d'intégration max. de 600 s)	■ Si l'échantillon contient en quantité plus importante du carbonate extrêmement stable (p. ex. FeCO_3), la vitesse de décomposition est trop lente avec du H_3PO_4 à 40 % Utiliser alors de l'acide plus fort (p. ex. HCl à 25 %) Note ! Ne pas utiliser le HCl en permanence.

8.6.5 Mesures en mode pyrolyse (EC)

Résultats trop bas du carbone élémentaire (après pyrolyse)	
Cause	Solution
Temps d'attente pour l'expulsion de l'oxygène par de l'argon dans le tube de combustion réglée sur une valeur trop courte	Le temps d'attente après la commutation de l'alimentation en oxygène à l'alimentation en argon doit être de 60 s min.
Résultats trop élevés du carbone élémentaire (après pyrolyse)	
Cause	Solution
Durée de pyrolyse réglée sur une valeur trop courte	La durée de pyrolyse doit être d'au moins 3 minutes afin de garantir que toutes les liaisons organiques sont complètement décomposées et expulsées.
Température de pyrolyse sélectionnée sur une valeur trop élevée	Avec des températures supérieures à 1000 °C, de la suie est formée de plus en plus à partir des liaisons organiques (plastiques) par « cokéfaction », la suie étant alors également saisie dans le niveau 2 comme carbone élémentaire. La température optimale du four pour les mesures de pyrolyse est de 850 °C. Note ! Si possible, limiter la durée d'exploitation des mesures de pyrolyse (avec T = 850 °C) car cela réduit la durée de vie des éléments de chauffage.

9 Transport et stockage

9.1 Transport

9.1.1 Préparation de l'analyseur pour le stockage



AVERTISSEMENT

Risque pour la santé en cas de mauvaise décontamination !

Avant de retourner l'appareil à Analytik Jena, effectuer une décontamination dans les règles de l'art et la documenter. Le protocole de décontamination est disponible auprès du service clientèle lors de la déclaration du retour. La société Analytik Jena est tenue de refuser les appareils contaminés. L'expéditeur peut être tenu responsable des éventuels dommages causés par une décontamination insuffisante de l'appareil.



ATTENTION

Risque de brûlure avec le four chaud ! Démontez les tubes de combustion uniquement à froid ou après avoir laissé l'appareil refroidir suffisamment longtemps.



ATTENTION

Risque de blessure par bris de verre lors du démontage des pièces en verre ! Démontez prudemment toutes les pièces en verre de l'analyseur !



NOTE

Risque d'endommagement des éléments de chauffage et de la cartouche du four dû aux secousses lors du transport. Ces pièces de l'appareil doivent donc être démontées du multi EA 4000 et emballées séparément avant tout transport. Le remontage et la remise en service de l'appareil de base doivent être effectués uniquement par le service clientèle de la société Analytik Jena ou par un personnel qualifié autorisé et formé par elle.

Un emballage de transport inapproprié ainsi que les restes de solution de mesure et de substances chimiques peuvent endommager les composants de l'analyseur !

Transporter l'analyseur uniquement dans son emballage d'origine ! Veiller à ce que toutes les sécurités de transport soient en place et que l'analyseur soit complètement vidé !

Appareil de base
multi EA 4000

Préparer le multi EA 4000 avec ses modules comme suit pour le transport :

1. Arrêter l'analyseur à l'aide de l'interrupteur principal situé à l'arrière de l'appareil et laisser refroidir l'appareil.
2. Couper l'alimentation en gaz et débrancher la fiche secteur de la prise.
3. Détacher toutes les connexions à l'arrière de l'analyseur.
4. Ouvrir les portes de l'analyseur. Vider le tube de séchage. Remettre en place le tube de séchage.
5. Dévisser les raccords sur le piège à haloïdes et retirer ce dernier des attaches. Vider le piège à haloïdes.

6. Retirer le tube de combustion du four.
7. Emballer soigneusement les accessoires et en particulier les pièces en verre dans un emballage résistant aux chocs.
8. Démonter les éléments de chauffage et la cartouche du four du multi EA 4000 et emballer ces pièces de l'appareil séparément (→ voir section « Démontage des éléments de chauffage et de la cartouche du four », p. 149).

Module C/S

1. Désactiver le module C/S avec l'interrupteur principal.
2. Débrancher la fiche secteur de la prise.
3. Détacher toutes les connexions à l'arrière du module.

Module CI

1. Désactiver le module CI avec l'interrupteur principal.
2. Retirer puis vider la cellule de mesure de l'appareil (→ voir section « Entretien des cellules de mesure », p. 122).
3. Rincer puis sécher la cellule de mesure et l'électrode bifonctionnelle.
4. Dévisser puis vider le tube d'adsorption.
5. Retirer puis vider le piège à haloïdes.
6. Remonter le tube d'adsorption et le piège à haloïdes sur le module CI.
7. Débrancher tous les raccordements à l'arrière du module.
8. Retirer le réservoir d'acide sulfurique et le réservoir de sécurité sur l'appareil de base multi EA 4000. Vider puis nettoyer le réservoir d'acide sulfurique (→ voir section « Remplacement de l'acide sulfurique/nettoyage du réservoir d'acide sulfurique », p. 118).
9. Débrancher le tuyau de gaz de mesure (incolore) et le tuyau de dérivation (noir) du canal dans le multi EA 4000.
10. Emballer soigneusement les accessoires et en particulier les pièces en verre dans un emballage résistant aux chocs.

Module pour solides TIC
automatique

1. Désactiver le module pour solides TIC avec l'interrupteur principal.
2. Débrancher tous les raccordements à l'arrière du module.
3. Couper l'alimentation en gaz et débrancher la fiche secteur de la prise.
4. Mettre de côté le réservoir d'acide et le bac collecteur. Vider puis nettoyer le réservoir d'acide.
5. Débrancher les tuyaux de gaz et d'acide du réacteur TIC. Extraire le réacteur TIC. Emballer séparément la canule en céramique.
6. Vider le tube de séchage. Remettre en place le tube de séchage.
7. Vider le réservoir de condensat.
8. Extraire puis nettoyer le tuyau d'acide de la pompe à cassette.
9. Retirer soigneusement le serpentín de condensation du support.
10. Emballer soigneusement les accessoires et en particulier les pièces en verre dans un emballage résistant aux chocs.

9.1.2 Démontage des éléments de chauffage et de la cartouche du four



AVERTISSEMENT

L'intérieur de l'analyseur est soumis à des tensions électriques et des intensités élevées mortelles ! Pour démonter les éléments de chauffage et la cartouche du four, arrêter l'analyseur avec l'interrupteur secteur situé à l'arrière de l'appareil et débrancher le câble secteur de la prise.

Les éléments de chauffage et la cartouche du four doivent être remontés uniquement par le service clientèle de la société Analytik Jena ou par un personnel qualifié autorisé et formé par elle. La remise en service de l'appareil de base doit également être effectuée par les personnes mentionnées.

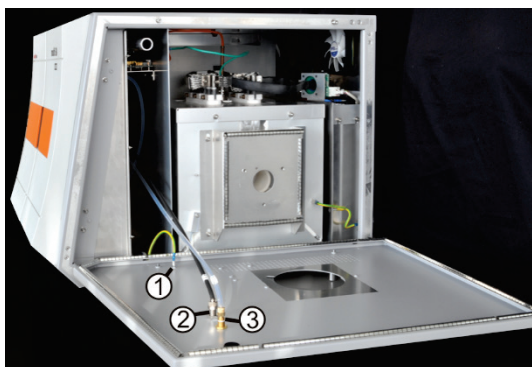


ATTENTION

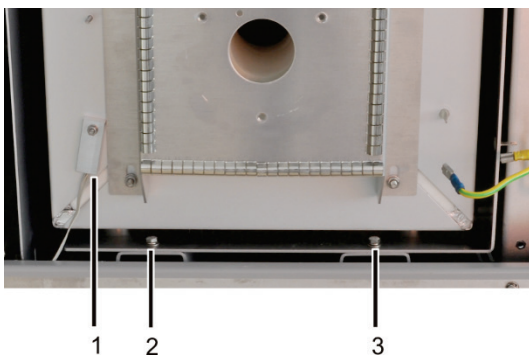
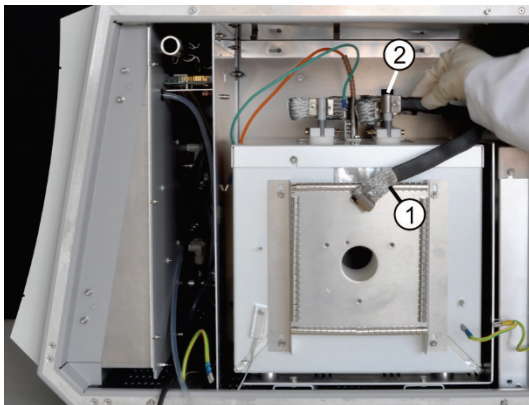
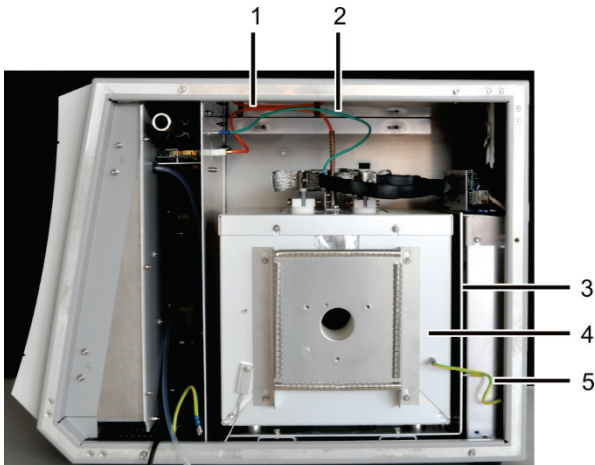
Risque de brûlure avec le four de combustion ! Procéder au démontage uniquement à froid ou après avoir laissé l'appareil refroidir suffisamment longtemps (idéalement pendant toute la nuit) !

Attention lors de l'ouverture de la paroi latérale droite ! Risque de blessure avec les pièces à arêtes vives.

Risque d'endommagement des éléments de chauffage et de la cartouche du four en céramique à haute température dû aux secousses lors du transport. Les pièces de l'appareil doivent donc être démontées de l'appareil de base et emballées séparément avant tout transport. Pour tout déplacement à l'intérieur du laboratoire, les éléments de chauffage et la cartouche du four ne doivent pas être démontés.



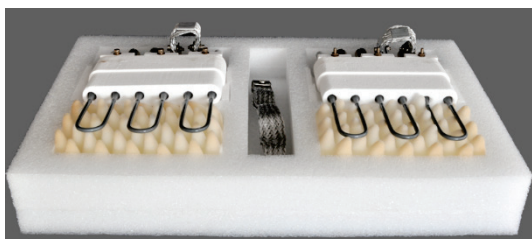
1. Si tel n'est pas encore le cas, extraire le piège à poussière par l'ouverture dans la paroi latérale gauche de l'appareil de base.
2. Dévisser l'écluse à gaz. Extraire le tube de combustion du four.
3. Ouvrir la paroi latérale droite de l'appareil de base. Pour ce faire, desserrer les 4 vis à six pans creux. Ne pas dévisser complètement les vis.
4. Débrancher le conducteur de protection (1) et les deux tuyaux de gaz (2, 3, tuyaux n° 13 et 16) de l'intérieur de la paroi latérale. Retirer la paroi latérale.



5. Débrancher le conducteur de protection (5) de la cartouche du four (4) et de la tôle de fixation en forme de L (3).
6. Débrancher le câble de raccordement orange du thermocouple (1) et le conducteur de terre (2) de la paroi intérieure de l'appareil de base.
7. Débrancher les câbles électriques (1, 2) des éléments de chauffage. Pour ce faire, desserrer les vis à six pans creux sur les treillis métalliques. Retirer les câbles avec les treillis métalliques grâce à un léger mouvement de va-et-vient en les tirant vers le haut.
8. Desserrer les deux vis (2, 3) qui fixent la cartouche du four et la tôle de fixation dans l'analyseur.
9. Dévisser la sonde de température (1) de la cartouche du four.
10. Extraire complètement la cartouche du four et la tôle de fixation de l'analyseur et les mettre de côté.
11. Détacher le long treillis métallique (voir flèche) qui relie électriquement les deux éléments de chauffage entre eux.
12. Pour ce faire, desserrer les vis à six pans creux et retirer le treillis métallique grâce à un léger mouvement de va-et-vient en le tirant vers le haut.



13. Retirer successivement les éléments de chauffage de la cartouche du four avec précaution par le haut.



14. Emballer les deux éléments de chauffage et le treillis métallique ainsi que la cartouche du four dans des emballages de transport séparés.

9.1.3 Consignes de transport

Observer les consignes de sécurité de la section « Consignes de sécurité pour le transport et », p. 12. Transporter l'analyseur avec le plus grand soin pour éviter les dommages dus aux chocs, secousses ou vibrations. Pour le transport, les éléments de chauffage et la cartouche du four doivent être démontés et emballés séparément dans l'emballage de transport. Risque sinon de cassure !

Le transport de l'analyseur doit avoir lieu de manière à éviter les variations importantes de température et empêcher ainsi la formation de condensation dans l'emballage de transport.

9.1.4 Déplacement de l'analyseur dans le laboratoire



ATTENTION

Risque de blessure et d'endommagement de l'analyseur en cas de chute involontaire !
Être particulièrement prudent lors du déplacement de l'analyseur ! 2 personnes sont nécessaires pour soulever et porter l'analyseur !

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

- Risque de blessure si des pièces ne sont pas fixées correctement ! Avant de déplacer l'analyseur, retirer toutes les pièces non fixées, en particulier le flacon de réactif contenant de l'acide phosphorique, ainsi que le réservoir d'acide sulfurique.
- Déconnecter tous les raccords d'alimentation et les appareils complémentaires de l'analyseur. Pour tout transport effectué à l'intérieur du laboratoire, les éléments de chauffage et la cartouche du four ne doivent pas être démontés de l'analyseur.
- Afin d'éviter toute blessure, observer les points suivants lors du déplacement (levage et port) de l'analyseur dans le laboratoire :

- Pour des raisons de sécurité, 2 personnes sont nécessaires de part et d'autre de l'appareil pour le transport de l'analyseur.
- Comme l'analyseur n'a pas de poignée, le saisir fermement des deux mains par le dessous et s'assurer avant de le soulever que les pièces sensibles à l'avant sont bien protégées par les portes fermées.
- Observer les valeurs indicatives et respecter les valeurs limites légales relatives au levage et à la manutention de charges sans dispositif de levage !
- Pour la mise en place de l'analyseur à son nouvel emplacement, observer les consignes de la section « Exigences adressées à l'emplacement », p. 49.

9.2 Stockage



NOTE

Le milieu environnant et la condensation peuvent détruire certains composants de l'analyseur !

Stocker l'analyseur uniquement dans une pièce climatisée. L'atmosphère doit être exempte de poussière et de vapeurs corrosives.

Si l'analyseur et les appareils complémentaires ne sont pas montés immédiatement après la livraison, ou s'ils ne sont pas utilisés pendant une période prolongée, les stocker dans l'emballage d'origine. Mettre un agent desséchant approprié dans l'appareil ou l'emballage afin d'éviter tout dommage dû à l'humidité.

Les conditions climatiques dans la pièce de stockage doivent satisfaire aux exigences suivantes :

- Plage de température : +5 °C à +55 °C
- Humidité max. de l'air : 10 % à 30 %
- Pression atmosphérique : 70 kPa à 106 kPa

10 Mise au rebut

Acide sulfurique	L'agent desséchant usagé de la détermination Cl est d'abord dilué avec précaution dans l'eau puis neutralisé avec une soude caustique. Les consignes de sécurité et signalements des dangers correspondants doivent être respectés ! Ces déchets neutralisés sont à éliminer conformément à la législation en vigueur.
Perchlorate de magnésium	L'agent desséchant usagé des déterminations C et S est transformé en produits de réduction moins dangereux en l'ajoutant à une solution de thiosulphate de sodium - éventuellement par acidification. Ces déchets neutralisés le cas échéant, doivent être mis au rebut conformément aux dispositions légales.
Solution électrolytique	La solution électrolytique doit être neutralisée avec précaution et collectée dans des récipients comme résidus de sel d'argent. Ces déchets doivent être éliminés ou recyclés conformément aux dispositions légales.
Adsorbant	Le charbon actif utilisé pour l'adsorption des vapeurs d'acide acétique doit être éliminé conformément à la législation en vigueur.
Piège à haloïdes	Le piège à haloïdes contient du cuivre. Prendre contact avec l'autorité responsable (administration ou entreprise de recyclage de déchets). Vous obtiendrez des informations sur le recyclage ou la mise au rebut.
Analyseur	Le multi EA 4000 doit être éliminé avec ses composants électroniques dès l'expiration de la durée de vie de l'appareil et conformément à la législation en vigueur sur les déchets électroniques.

11 Spécification

11.1 Caractéristiques techniques

Caractéristiques générales	
Désignation / Type	Analyseur multi EA 4000
Dimensions	Appareil de base (L x H x P) 600 x 470 x 620 mm Chaque module : 300 x 470 x 550 mm Passeur d'échantillons : 520 x 500 x 700 mm
Masse	Env. 35 kg Chaque module : env. 8 kg Passeur d'échantillons : env. 20 kg
Données de procédé	
Principe d'attaque	Combustion oxydante
Température d'attaque	Selon l'application 1000 - 1500 °C (températures plus faibles également possibles)
Procédés de mesure	TC, TIC, TOC, TS, EC, TCI
Détection C et S	NDIR (associé au procédé VITA)
Détection Cl	Coulométrie
Quantité d'échantillons	Jusqu'à 3000 mg
Alimentation des échantillons	Pesée dans des nacelles en verre de quartz ou en porcelaine Passeur d'échantillons automatique ou avance manuelle
Alimentation en gaz	Oxygène min. 2.5 et argon 4.6 avec pression d'admission de 200 - 400 kPa (29 - 58 psi)
Commande / évaluation (logiciel de commande et d'évaluation multiWin)	Graphiques en temps réel, affichage d'état pendant l'analyse, représentation graphique des résultats de mesure, impression des résultats
Caractéristiques électriques	
Raccord du module de four HTS1500	200 - 240 V AC (+10 %, -5 %), 50 - 60 Hz
Raccord du module et du passeur d'échantillons	100 - 240 V AC (±10 %), 50 - 60 Hz
Module pour solides TIC man.	220 - 240 V AC (±10 %), 50/60 Hz (100 V AC / 115 V AC sur demande)
Protection	Module de four HTS1500 Commande de l'appareil : T 2 AH Chauffage : disjoncteur de ligne type B16 Les fusibles sont à l'intérieur de l'appareil et doivent être remplacés uniquement par le service clientèle !

Équipement minimal de l'ordinateur

	Module C/S	2 x T 4,0 AH
	Module CI	2 x T 4,0 AH
	Utiliser uniquement des fusibles d'origine de la société Analytik Jena !	
Puissance absorbée maximale	Module de four HTS1500	2400 VA
	Module C/S	60 VA
	Module CI	60 VA
	Passeur d'échantillons FPG 48	30 VA
	Module pour solides TIC auto.	20 VA
	Module pour solides TIC man.	415 VA
	Système global	env. 3000 VA
Interface PC	USB	
Conditions environnantes		
Température de stockage	5 - 55 °C	
Température d'exploitation	10 - 35 °C	
Humidité ambiante en exploitation	90 % max. à +30 °C	
Humidité ambiante de stockage	10 - 30 % (utiliser un agent desséchant)	
Pression atmosphérique	70 - 106 kPa	
Système d'exploitation :	Windows 7 Professionnel ou supérieur	
Processeur :	Intel Core i3 ou supérieur	
RAM :	4 GB	
Mémoire disponible sur le disque dur :	40 GB	
Lecteur :	Lecteur CD-ROM (pour l'installation)	
Résolution de l'écran :	1024 x 768	
Interfaces	USB 2.0	

Caractéristiques techniques du module CI

Plage de mesure (* avec dissociation du gaz de mesure)	1 - 100 µg / 10 µg - 20 mg* absolus de chlore total
Température du four	Jusqu'à 1000 °C
Temps de chauffage	Jusqu'à 30 min
Durée d'analyse	Jusqu'à 10 min – en fonction du temps de combustion et de la concentration
Poids de l'échantillon (en fonction de la consistance et de la matrice)	Jusqu'à 3000 mg

11.2 Normes et directives

Classe et type de protection	L'analyseur a la classe de protection I. Le boîtier a le type de protection IP 20.
Sécurité de l'appareil	L'analyseur répond aux normes de sécurité ▪ EN 61010-1 ▪ EN 61010-2-081 ▪ EN 61010-2-010 ▪ EN 61010-2-051 (pour fonctionnement avec module pour solides TIC manuel)
Compatibilité CEM	L'analyseur a été soumis à un test d'émission parasite et d'immunité. Il répond aux exigences en matière d'émissions parasites, conformément à la norme ▪ EN 61326-1 (EN 55011 groupe 1, classe B) Il répond aux exigences en matière d'immunité, conformément à la norme ▪ EN 61326-1 (exigences pour l'utilisation dans un environnement CEM)
Compatibilité avec l'environnement	L'analyseur est testé en termes d'impact environnemental et répond aux exigences conformément aux normes ▪ ISO 9022-3 ▪ ISO 9022-2
Directives UE	L'analyseur répond aux exigences de la directive 2011/65/EU (RoHS II). L'analyseur est monté et testé selon des normes qui respectent les exigences des directives UE 2014/35/UE ainsi que 2014/30/UE. À sa sortie de l'usine, l'appareil est en parfait état de fonctionnement et bénéficie d'une parfaite sécurité technique. Pour conserver le bon état de l'appareil et assurer son fonctionnement sans danger, l'utilisateur doit respecter les consignes de sécurité et de travail figurant dans le présent mode d'emploi. Pour les accessoires et les composants de système fournis par d'autres fabricants, ce sont leurs modes d'emploi qui sont déterminants.
Directives pour la Chine	L'appareil contient des substances réglementées (par la directive « Management Methods for the Restriction of the Use of Hazardous Substances in Electrical and Electronic Products »). En cas d'utilisation conforme à l'usage prévu, la société Analytik Jena garantit que ces matières ne vont pas s'échapper dans les 25 prochaines années et que pendant cette période, elles ne constituent pas un risque pour l'environnement et la santé.