

## Bedienungsanleitung

ZEEnit 700 P

Atomabsorptionsspektrometer



---

Hersteller Analytik Jena GmbH  
Konrad-Zuse-Str.1  
07745 Jena · Deutschland  
Telefon + 49 3641 / 77 70  
Fax + 49 3641 / 77 92 79  
E-Mail info@analytik-jena.com

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



Für einen ordnungsgemäßen und sicheren Gebrauch diesen Anleitungen folgen.

Für späteres Nachschlagen aufbewahren.

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

Copyrights und Warenzeichen Microsoft und Windows sind eingetragene Warenzeichen der Microsoft Corp. Auf die Kennzeichnung<sup>®</sup> oder TM wird in diesem Handbuch verzichtet.

Dokumentationsnummer 150:901.23

Ausgabe B (01/2021)

Ausführung der Technischen Dokumentation Analytik Jena GmbH

# Inhalt

<b>1</b>	<b>Grundlegende Informationen .....</b>	<b>9</b>
1.1	Hinweise zur Benutzeranleitung .....	9
1.2	Bestimmungsgemäße Verwendung .....	10
<b>2</b>	<b>Sicherheitshinweise.....</b>	<b>11</b>
2.1	Grundlegende Hinweise.....	11
2.2	Sicherheitskennzeichnung am Gerät.....	11
2.3	Anforderungen an das Bedienpersonal.....	13
2.4	Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen.....	14
2.5	Sicherheitshinweise Betrieb.....	14
2.5.1	Sicherheitshinweise Elektrik.....	15
2.5.2	Gefahren im Betrieb der Flamme und des Graphitrohrofens .....	15
2.5.3	Sicherheitshinweise zur Bildung von Ozon und giftigen Dämpfen.....	16
2.5.4	Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen.....	17
2.5.5	Umgang mit Proben, Hilfs- und Betriebsstoffen .....	17
2.5.6	Dekontamination nach biologischen Verunreinigungen .....	18
2.6	Verhalten im Notfall.....	19
2.7	Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur.....	19
<b>3</b>	<b>Funktion und Aufbau.....</b>	<b>20</b>
3.1	Funktionsprinzip des ZEEnit 700 P .....	20
3.1.1	AAS-Techniken mit dem ZEEnit 700 P.....	20
3.1.2	Optisches Prinzip.....	21
3.1.3	Messprinzip.....	23
3.2	Elektrothermischer Atomisator mit Zeeman-Magnet .....	24
3.2.1	Prinzip der Untergrundkorrektur nach Zeeman.....	25
3.2.2	Der Zeeman-Graphitrohrofen .....	26
3.2.3	Der Zeeman-Magnet.....	27
3.2.4	Gasströme .....	28
3.2.5	Graphitrohrvarianten, Ofenteile und Einsätze .....	29
3.2.6	Strahlungssensor.....	31
3.2.7	Ofenkamera .....	31
3.3	Zubehör für Graphitrohrtechnik.....	32
3.3.1	Probengeber AS-GF.....	32
3.3.2	Mobiles Kühlaggregat KM 5.....	33
3.3.3	Feststoffprobengeber SSA 600 und SSA6 .....	33
3.4	Flammensystem.....	34
3.4.1	Gasautomatik.....	34
3.4.2	Brenner-Zerstäuber-System.....	35
3.5	Brenner und Flammenart.....	37
3.5.1	Sensoren .....	37
3.6	Zubehör für die Flammentechnik.....	38
3.6.1	Probengeber AS-F und AS-FD.....	38
3.6.2	Kolbenkompressor .....	39
3.6.3	Injektionsmodul SFS 6.....	40
3.6.4	Scraper – automatischer Brennerkopfreiniger für die Lachgasflamme .....	40
3.7	Ergänzendes Zubehör: Hg/Hydridsysteme.....	41
3.8	Lampenwechsler und Lampen .....	42
<b>4</b>	<b>Installation und Inbetriebnahme .....</b>	<b>43</b>
4.1	Aufstellbedingungen.....	43
4.1.1	Umgebungsbedingungen .....	43
4.1.2	Energieversorgung .....	44
4.1.3	Gasversorgung .....	45
4.1.4	Absaugvorrichtung.....	46
4.1.5	Wasserkühlung.....	47
4.1.6	Geräteanordnung und Platzbedarf.....	47
4.2	Versorgungs- und Steueranschlüsse .....	50

4.3	Transportsicherung entfernen .....	51
4.4	Das ZEEnit 700 P aufstellen.....	52
4.5	Mobiles Kühlaggregat KM 5 installieren.....	52
4.6	Installation und Start des Programms ASpect LS.....	53
4.7	Bestückung des 8fach-Lampenwechslers und Lampenjustierung.....	53
4.7.1	Hohlkatodenlampe ein- und ausbauen.....	54
4.7.2	Deuterium-Hohlkatodenlampe aus- und einbauen.....	54
4.7.3	Lampenwechsler in ASpect LS einrichten.....	56
4.7.4	Lampen justieren .....	57
4.8	Graphitrohrtechnik.....	59
4.8.1	Anschlüsse im Probenraum für Graphitrohrtechnik.....	59
4.8.2	Voreinstellungen in der Software zur Graphitrohrtechnik.....	59
4.8.3	Graphitrohr in den Graphitrohröfen einsetzen .....	60
4.8.4	Graphitrohr formieren.....	63
4.8.5	Graphitrohr reinigen/ausheizen .....	64
4.9	Probengeber AS-GF.....	64
4.9.1	Probengeber komplettieren und installieren .....	64
4.9.2	AS-GF justieren .....	67
4.9.3	Probengeber AS-GF deinstallieren.....	68
4.9.4	Hinweis zur Installation des Feststoffprobengebers .....	68
4.10	Flammentechnik.....	69
4.10.1	Anschlüsse im Probenraum für Flammentechnik.....	69
4.10.2	Voreinstellungen in der Software zur Flammentechnik .....	69
4.10.3	Installation für manuelle Probenzufuhr .....	70
4.10.4	Installation für kontinuierliche Arbeitsweise/Probenzufuhr durch Probengeber.....	72
4.10.5	Installation des Injektionsmoduls SFS 6.....	75
4.10.6	Nachträgliche Installation des Scrapers .....	76
4.10.7	Brennerwechsel .....	77
4.11	Inbetriebnahme des ZEEnit 700 P mit Zubehör.....	78
4.11.1	Einschaltreihenfolge, täglicher Arbeitsbeginn .....	78
4.11.2	Ausschaltreihenfolge .....	78
<b>5</b>	<b>Pflege und Wartung .....</b>	<b>79</b>
5.1	Wartungsübersicht.....	80
5.2	Grundgerät.....	81
5.2.1	Sicherungswechsel.....	81
5.2.2	Probenräume reinigen .....	82
5.3	Graphitrohröfen .....	82
5.3.1	Graphitrohröfen warten.....	82
5.3.2	Graphitrohröfen vom Zeeman-Magnet trennen und wieder einfahren .....	83
5.3.3	Temperatursensorgruppe ausbauen und reinigen .....	87
5.3.4	Obere Elektrode wechseln.....	87
5.3.5	Graphitrohröfenmantel und untere Elektrode wechseln.....	90
5.3.6	Graphitrohr reinigen und wechseln.....	92
5.4	Brenner-Zerstäuber-System.....	93
5.4.1	Brenner-Zerstäuber-System zerlegen.....	93
5.4.2	Brenner reinigen.....	95
5.4.3	Zerstäuber reinigen.....	97
5.4.4	Mischkammer reinigen .....	97
5.4.5	Siphon reinigen.....	97
5.4.6	Brenner-Zerstäuber-System zusammenbauen .....	97
5.4.7	Sensor für Brenner-Erkennung reinigen .....	99
5.5	Probengeber AS-GF.....	99
5.5.1	Dosierschlauch spülen.....	100
5.5.2	Dosierschlauch warten .....	101
5.5.3	Dosierspritze wechseln.....	102
5.5.4	Reinigen nach Gefäßüberlauf.....	103
5.6	Autosampler AS-F, AS-FD .....	104
5.6.1	Probenwege spülen.....	104

---

5.6.2	Mischgefäß des AS-FD spülen.....	104
5.6.3	Kanülen mit Führung am Probengeberarm wechseln.....	105
5.6.4	Ansaugschlauch wechseln.....	105
5.6.5	Schlauchset für Verdünnungsmittel und Spülflüssigkeit am AS-FD wechseln.....	105
5.6.6	Reinigen nach Gefäßüberlauf.....	106
5.7	Mobiles Kühlaggregat KM 5.....	106
5.8	Kompressor.....	107
5.9	Injektionsmodul SFS 6.....	107
5.10	Versorgungsanschlüsse.....	108
<b>6</b>	<b>Transport und Lagerung.....</b>	<b>109</b>
<b>7</b>	<b>Entsorgung.....</b>	<b>110</b>
<b>8</b>	<b>Spezifikationen.....</b>	<b>111</b>
8.1	Technische Daten.....	111
8.1.1	Daten zum ZEEnit 700 P.....	111
8.1.2	Mindestanforderungen der Software ASpect LS.....	115
8.1.3	Daten zur Graphitrohrtechnik.....	116
8.1.4	Daten zur Flammentechnik.....	117
8.1.5	Hg-/ Hydridsysteme.....	118
8.2	Richtlinien und Normen.....	119
<b>9</b>	<b>Index.....</b>	<b>120</b>

## Abbildungsverzeichnis

Bild 1	Sicherheitskennzeichnung auf der Gerätevorderseite.....	12
Bild 2	Sicherheitskennzeichnung auf der Geräterückseite.....	13
Bild 3	ZEEnit 700 P.....	20
Bild 4	Optikschema des ZEEnit 700 P.....	22
Bild 5	Prinzip transversale inverse Zeeman-Atomabsorptionsspektroskopie .....	25
Bild 6	Zeeman-Graphitrohrfenster .....	26
Bild 7	Graphitrohrfenster, geöffnet .....	27
Bild 8	Innere und äußere Gasströme im Graphitrohrfenster .....	29
Bild 9	Graphitrohrvarianten.....	29
Bild 10	Ofenmantel, Adapter und Einsätze.....	30
Bild 11	Probengeber AS-GF .....	32
Bild 12	Feststoffprobengeber am ZEEnit 700 P.....	34
Bild 13	Zerstäuber-Mischkammer-Brenner-System .....	36
Bild 14	Brennertypen .....	37
Bild 15	Probengeber AS-FD mit Fluidik-Modul.....	39
Bild 16	Injektionsmodul SFS6 .....	40
Bild 17	Scraper, am 50mm-Brennerkopf montiert.....	41
Bild 18	Aufbau des Lampenwechslers.....	42
Bild 19	Maße ZEEnit 700 P vorn.....	48
Bild 20	Maße ZEEnit 700 P - Draufsicht .....	49
Bild 21	Aufstellungsskizze ZEEnit 700 P .....	49
Bild 22	Netzschalter und Leiste für Versorgungs- und Steueranschlüsse .....	50
Bild 23	Leiste für Versorgungs- und Steueranschlüsse .....	50
Bild 24	Rückansicht mit Anschlüssen für die Gas, Strom, Wasser.....	51
Bild 25	Transportsicherung am ZEEnit 700 P.....	51
Bild 26	Aufbau des Lampenwechslers.....	54
Bild 27	D2HKL-Halter, im Lampenraum eingebaut.....	55
Bild 28	D2HKL mit Halter, aus Lampenraum ausgebaut und abgelegt .....	55
Bild 29	Fenster Lampe/Element auswählen.....	56
Bild 30	Fenster Lampenwechsler .....	57
Bild 31	Fenster Spektrometer - Energie.....	58
Bild 32	Elemente im Probenraum für Graphitrohrtechnik.....	59
Bild 33	Vorschaltbild von ASpect LS mit Einstellungen zum Graphitrohr .....	60
Bild 34	Fenster Ofen - Kontrolle .....	61
Bild 35	Graphitrohrfenster geöffnet mit eingesetztem Graphitrohr.....	62
Bild 36	AS-GF installieren .....	65
Bild 37	AS-GF mit Stellschraube und Justierschraube 1 zum Ofen ausrichten .....	66
Bild 38	AS-GF justieren .....	67
Bild 39	Anschlüsse am Brenner-Zerstäubersystem.....	69
Bild 40	Flammentechnik, manuelle Probenzufuhr .....	70
Bild 41	Flammenbetrieb, kontinuierlich mit Probengeber AS-FD und SFS 6.....	72
Bild 42	Rückseite des Probengebers AS-FD .....	74
Bild 43	Dosierer am Fluidik-Modul des AS-FD.....	74
Bild 44	SFS 6, für manuelle Probenzufuhr am ZEEnit 700 P installiert.....	75
Bild 45	Schrauben an vorderer Brennerbacke.....	77
Bild 46	Befestigungsschiene am Brenner/Rändelschrauben am Scraper.....	77
Bild 47	Arretierungsschrauben Graphitrohrfenster .....	84
Bild 48	Ausgefahrener Ofen, rechte Seite.....	84
Bild 49	Ausgefahrener Ofen.....	85
Bild 50	Ausgefahrener Ofen, offen, linke Seite.....	85
Bild 51	Ausgefahrener Ofenschlitten.....	86

Bild 52	Ofen teilweise aus Zeeman-Magnet herausgedrückt.....	86
Bild 53	Blick von unten auf Ofen mit Strahlungssensorgruppe.....	87
Bild 54	Ofenwerkzeug.....	88
Bild 55	Elektrode teilweise herausgedrückt.....	88
Bild 56	Elektrode mit Einziehwerkzeug an die Backe angesetzt .....	89
Bild 57	Ofenmantel, teilweise herausgedrückt.....	90
Bild 58	Ofenmantel, bereit zum Einziehen.....	91
Bild 59	Brenner-Zerstäuber-System ausbauen und zerlegen.....	93
Bild 60	Mischkammer und Zerstäuber zur Reinigung zerlegt.....	94
Bild 61	Zerstäuber aus der Mischkammer herausziehen.....	94
Bild 62	Verschraubungen des Brenners.....	96
Bild 63	Brenner, zerlegt.....	96
Bild 64	Distanzplättchen in Brennerbacken eingesetzt.....	96
Bild 65	Einzelteile des Zerstäubers.....	99
Bild 66	Öffnungen der Sensorik für die Brenner-Erkennung.....	99
Bild 67	Fenster "Probengeber / Funktionstest" in der Software ASpect LS.....	100
Bild 68	Dosierschlauch am AS-GF.....	101
Bild 69	Dosierer an AS-GF und AS-FD .....	103

## Übersichten

Übersicht 1	Einsatz und Probenvolumen verschiedener Graphitrohre.....	30
Übersicht 2	Ofenteile und Einsätze.....	30
Übersicht 3	Gase in der Graphitrohrtechnik .....	45
Übersicht 4	Gase Flammentechnik .....	46
Übersicht 5	Anforderungen an die Absaugvorrichtung .....	46
Übersicht 6	Anschlüsse am Kühlaggregat KM 5 .....	47
Übersicht 7	Abmessungen und Gewichte der Komponenten des ZEEnit 700 P .....	48
Übersicht 8	Wartungsübersicht.....	80
Übersicht 9	Übersicht Sicherungen.....	81



# 1 Grundlegende Informationen

## 1.1 Hinweise zur Benutzeranleitung

Das ZEEnit 700 P ist für den Betrieb durch qualifiziertes Fachpersonal unter Beachtung dieser Benutzeranleitung vorgesehen.

Die Benutzeranleitung informiert über Aufbau und Funktion des ZEEnit 700 P und vermittelt dem mit der Analytik vertrauten Bedienpersonal die notwendigen Kenntnisse zur sicheren Handhabung des Gerätes und seiner Komponenten. Die Benutzeranleitung gibt weiterhin Hinweise zur Wartung und Pflege des Gerätes sowie Hinweise auf mögliche Ursachen von Störungen und deren Beseitigung.

### Konventionen

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

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

Elemente des **Steuer- und Auswerteprogramms** sind wie folgt gekennzeichnet:

- Programmbegriffe werden mit KAPITÄLCHEN ausgezeichnet (z.B. Menü DATEI).
- Schaltflächen werden durch eckige Klammern dargestellt (z.B. [OK])
- Menüpunkte sind durch Pfeile getrennt (z.B. DATEI ▶ ÖFFNEN)

### Verwendete Symbole und Signalwörter

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



#### WARNUNG

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



#### VORSICHT

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



#### BEACHTEN

Gibt Hinweise zu möglichen Sach- und Umweltschäden.

## 1.2 Bestimmungsgemäße Verwendung

Das Atomabsorptions-Spektralphotometer ZEEnit 700 P ist ein Tandem-Kompakt-spektrometer mit quergeheiztem Graphitrohratomisator mit Zeeman-Untergrundkorrektur am Ofen sowie Flammenatomisator mit Deuterium-Untergrundkorrektur. Zeeman-Graphitrohröfen und Flammeneinheit sind in zwei getrennten Probenräumen angeordnet. Die zugehörigen Probengeber werden in die Probenraumwände eingehängt. Mit dem ZEEnit 700 P kann somit nacheinander ohne Umrüstung in der Graphitrohr- und Flammentchnik gemessen werden. Für die Hydridtechnik und die HydrEA-Technik als Kopplung mit dem Graphitrohröfen stehen Hydridsysteme für Batch- und kontinuierlichen Betrieb als Zubehör zur Verfügung. Der Graphitrohröfen besitzt neben der Pipettieröffnung für flüssige Proben eine seitliche Öffnung für feste Proben und ist in Verbindung mit dem manuellen oder automatischen Feststoffprobengeber für die direkte Feststoffanalyse ausgelegt.

Das ZEEnit 700 P darf nur für die Atomabsorptionsspektrometrie in den Techniken verwendet werden, die in diesem Dokument beschrieben sind. Abweichungen von der in diesem Dokument beschriebenen bestimmungsgemäßen Verwendung führen zu Einschränkungen der Gewährleistung und der Herstellerhaftung im Schadensfall.

Werden im Umgang mit dem ZEEnit 700 P die Sicherheitshinweise nicht beachtet, gilt dies als Abweichung von der bestimmungsgemäßen Verwendung. Sicherheitshinweise finden sich insbesondere am Gerät selbst, im Abschnitt "Sicherheitshinweise" S. 11 und bei der Beschreibung der jeweiligen Arbeitsschritte.

## 2 Sicherheitshinweise

### 2.1 Grundlegende Hinweise

Lesen Sie dieses Kapitel zu Ihrer eigenen Sicherheit vor Inbetriebnahme und zum störungsfreien und sicheren Betrieb des ZEEnit 700 P sorgsam durch.

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

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

Hinweise auf mögliche Gefahren ersetzen nicht die zu beachtenden Arbeitsschutzvorschriften.

### 2.2 Sicherheitskennzeichnung am Gerät

Beschädigte oder fehlende Warnungen und Hinweissymbole können zu Fehlhandlungen mit Personen- und Sachschäden führen! Die Symbolplaketten dürfen nicht entfernt oder mit Methanol benetzt werden! Beschädigte Symbolplaketten sind umgehend zu ersetzen!

Warnschilder am Gerät beachten! Folgende Warnschilder sind am ZEEnit 700 P angebracht:



**Bild 1** Sicherheitskennzeichnung auf der Gerätevorderseite

- 1 Warningschild auf der Innenseite der Tür des Lampenraums
- 2 Warningschild im Probenraum des Graphitrohrofens
- 3 Warningschild im Flammenprobenraum

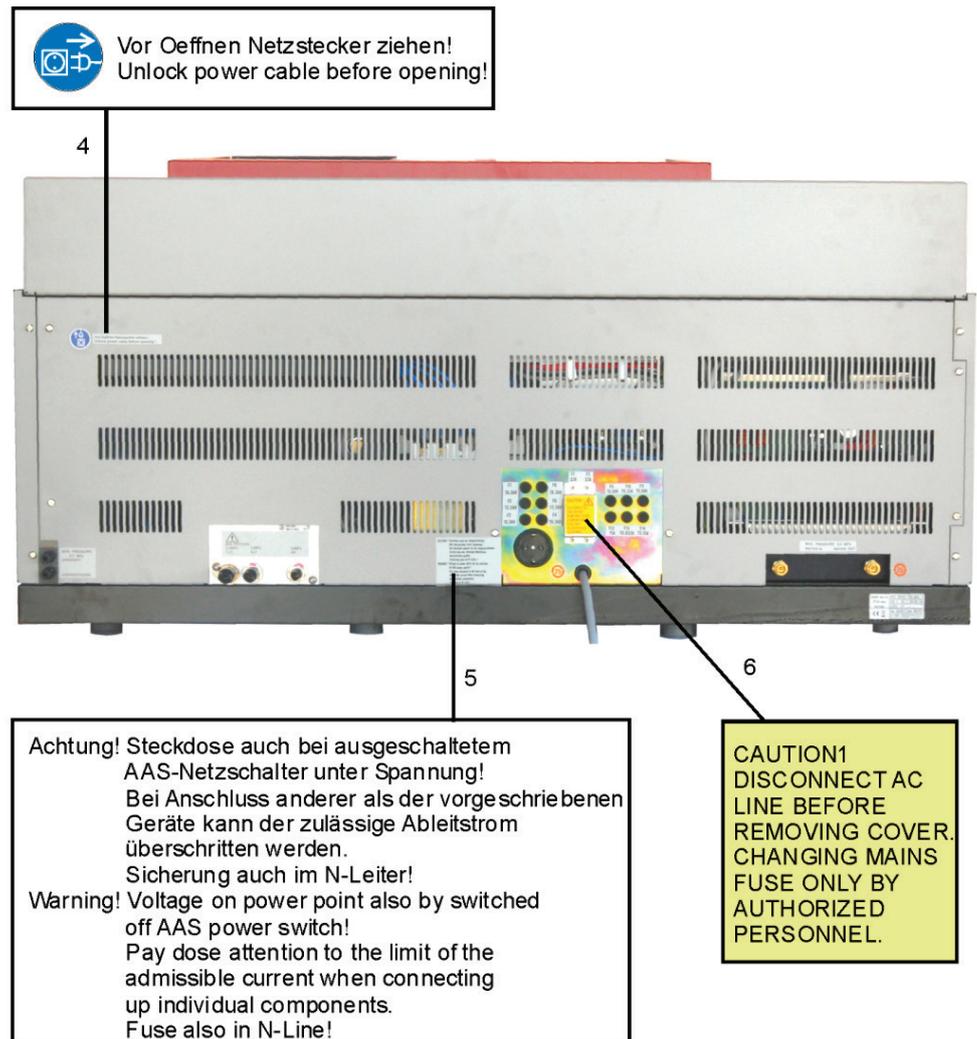


Bild 2 Sicherheitskennzeichnung auf der Geräterückseite

- 4 Warningschild auf der Rückseite des ZEEnit 700 P
- 5 Warningschild neben der Anschlusssteckdose
- 6 Warningschild auf der Abdeckung der Netzsicherungen

## 2.3 Anforderungen an das Bedienpersonal

Das ZEEnit 700 P darf nur von qualifiziertem und in den Umgang mit dem Gerät unterwiesenem Fachpersonal betrieben werden. Zur Unterweisung gehören auch das Vermitteln der Inhalte dieser Benutzeranleitung und der Benutzeranleitungen weiterer Systemkomponenten.

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

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

## 2.4 Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Das Aufstellen des ZEEnit 700 P erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal. Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig. Durch Fehlinstallationen können erhebliche Gefahren entstehen.
- Das ZEEnit 700 P wiegt 225 kg. Verwenden Sie einen Hubwagen zum Transport des Gerätes.
- Für das Umsetzen des Gerätes im Labor sind vier Personen nötig, die das Gerät an vier festeingeschraubten Tragegriffen fassen.
- Gefahr von Gesundheitsschäden durch unsachgemäße Dekontamination! Führen Sie vor der Rücksendung des Gerätes an die Analytik Jena eine fachgerechte Dekontamination aus und dokumentieren sie diese. Das Dekontaminationsprotokoll erhalten Sie vom Service bei Anmeldung der Rücksendung. Die Analytik Jena ist gezwungen, die Annahme von kontaminierten Geräten zu verweigern. Der Absender kann für Schäden, die durch eine unzureichende Dekontamination des Gerätes verursacht werden, haftbar gemacht werden.
- Das ZEEnit 700 P darf nicht in explosionsgefährdeter Umgebung betrieben werden.
- Rauchen oder der Umgang mit offenem Feuer im Betriebsraum des ZEEnit 700 P sind verboten!
- Der Betreiber ist dafür verantwortlich, ein Kontrollregime festzulegen, um die Dichtheit der Lachgas- und Acetylen-Anschlüsse zu gewährleisten.

Explosionsschutz,  
Brandschutz

## 2.5 Sicherheitshinweise Betrieb

- Der Bediener des ZEEnit 700 P ist verpflichtet, sich vor jeder Inbetriebnahme vom ordnungsgemäßen Zustand des Geräts einschließlich seiner Sicherheitseinrichtungen zu überzeugen. Dies gilt insbesondere nach jeder Änderung oder Erweiterung bzw. nach jeder Reparatur des Geräts.
- Das Gerät darf nur betrieben werden, wenn alle Schutzeinrichtungen (z.B. Abdeckungen und Türen) vorhanden, ordnungsgemäß installiert und voll funktionsfähig sind. Der ordnungsgemäße Zustand der Schutz- und Sicherheitseinrichtungen ist regelmäßig zu prüfen. Eventuell auftretende Mängel sind sofort zu beheben. Schutz- und Sicherheitseinrichtungen dürfen während des Betriebes niemals entfernt, verändert oder außer Betrieb gesetzt werden.
- Änderungen, Umbauten und Erweiterungen am Gerät dürfen nur nach Absprache mit der Analytik Jena erfolgen. Nichtautorisierte Änderungen können die Sicherheit beim Betrieb des Geräts einschränken und zur Einschränkung bei Gewährleistung und Zugang zu Kundendienst führen.
- Während des Betriebes ist stets die freie Zugänglichkeit zu den Anschlüssen und dem Netzschalter an der rechten Geräteseite und zur Steckdosenleiste zu gewährleisten.

- Die am Gerät vorhandenen Lüftungseinrichtungen müssen funktionsfähig sein. Verdeckte Lüftungsgitter, Lüftungsschlitze usw. können zu Betriebsstörungen oder Geräteschäden führen. Mindestabstände von Gerät und Systemkomponenten zu Wänden und benachbarten Einrichtungen von 150 mm einhalten.
- Verhindern Sie, dass Flüssigkeiten ins Geräteinnere eindringen. Sie können dort einen Kurzschluss verursachen.

### 2.5.1 Sicherheitshinweise Elektrik

Arbeiten an elektrischen Komponenten des ZEEnit 700 P sind nur von einer Elektrofachkraft entsprechend den geltenden elektrotechnischen Regeln vorzunehmen. Im Gerät treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf! Kontakt mit unter Spannung stehenden Komponenten kann Tod, ernsthafte Verletzungen oder schmerzhaften elektrischen Schock zur Folge haben.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Der Netzstecker darf nur an eine ordnungsgemäße CEE-Steckdose angeschlossen werden, damit die Schutzklasse I (Schutzleiteranschluss) des Gerätes gewährleistet wird. Das Gerät darf nur an Spannungsquellen angeschlossen werden, deren Nennspannung mit der auf dem Typenschild angegebenen Netzspannung übereinstimmt. Die Schutzwirkung darf nicht durch eine Verlängerung ohne Schutzleiter aufgehoben werden.
- Das ZEEnit 700 P bzw. seine Systemkomponenten sind nur im ausgeschalteten Zustand miteinander zu verbinden.
- Die Zusatzkomponenten, die miteinander kommunizieren, wie Hybridsystem, PC, Monitor und Drucker sind an die mitgelieferte Steckdosenleiste anzuschließen. Der Kompressor erfordert eine davon getrennte Stromversorgung. Beachten Sie beim Anschließen eigener Komponenten an die mitgelieferte Steckdosenleiste den maximal zulässigen Ableitstrom (siehe Abschnitt "Energieversorgung" S. 44).
- Vor dem Öffnen des Geräts ist dieses am Geräteschalter auszuschalten und der Netzstecker ist aus der Steckdose zu ziehen!
- Für Elektroarbeiten das ZEEnit 700 P unbedingt ausschalten und **Netzstecker ziehen**. Nur durch das Ziehen des Netzsteckers wird eine sichere Netztrennung erreicht. **An der Steckdosenleiste liegt auch dann noch Spannung an, wenn das ZEEnit 700 P am Netzschalter an der rechten Seitenwand ausgeschaltet ist. Der Steckdosenleisten-Anschluss des ZEEnit 700 P ist auf beiden Leitern mit einer Sicherung geschützt, sowohl auf dem L-Leiter (Phase) als auch auf dem N-Leiter (Neutral).** Dies kann im Fehlerfall bedeuten, dass angeschlossene Komponenten zwar über den L-Leiter mit Spannung versorgt werden, aber über den N-Leiter kein Strom fließen kann, das heißt, ohne gründlichere Prüfung erscheinen die angeschlossenen Geräte spannungsfrei, was sie tatsächlich aber nicht sind.
- Alle Arbeiten an der Elektronik (hinter der Geräteverkleidung) sind nur dem Kundendienst der Analytik Jena und speziell autorisiertem Fachpersonal gestattet.

### 2.5.2 Gefahren im Betrieb der Flamme und des Graphitrohrens

- HKL, D<sub>2</sub>-HKL, geheiztes Graphitrohr ( $T > 1000\text{ °C}$ ) und Brennerflamme senden optische Strahlung aus (UV-Bereich und sichtbarer Bereich). Nicht ohne UV-Schutzbrille in die Lampenstrahlung, in das Graphitrohr oder in die Flamme blicken. Haut vor UV-Strahlung schützen.

Vor Öffnen der Lampenraumtür Lampen über die Steuer- und Auswertesoftware ASpect LS ausschalten: Im Fenster SPEKTROMETER / KONTROLLE im Bereich OPTISCHE PARAMETER Lampenstrom in [mA] auf null setzen. In der Dropdown-Liste UNTERGRUNDKORREKTUR die Option KEIN UNTERGRUND auswählen. Auf [EINSTELLEN] klicken. Fehlermeldung verneinen.

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

- Flamme nur bei geschlossener Probenraumtür (Sicherheitsscheibe) und unter Aufsicht brennen lassen. Die Funktionsfähigkeit des Flammenwächters sicherstellen.
- Bei Hydridtechnik nur mit geschlossener Probenraumtür (Sicherheitsscheibe) arbeiten.
- Der Brenngasdruck darf nicht unter 70 kPa absinken, um ein Rückschlagen der Flamme zu verhindern. Der interne Druckwächter schaltet das ZEEnit 700 P automatisch ab, falls diese Bedingung nicht erfüllt ist. Zusätzlich Druck am Manometer der Gaszufuhr überwachen.
- Elektromagnetische Streufelder: Durch das unipolare Zeeman-Magnetfeld mit maximalen Flussdichtewerten zwischen 0,5 und 1,0 Tesla und durch das Heizen des Graphitrohres treten in der Umgebung des Probenraumes elektromagnetische Streufelder mit Flussdichten  $\leq 100 \mu\text{T}$  auf. Während Betrieb des ZEEnit 700 P dürfen Personen mit Herzschrittmachern nicht in unmittelbarer Nähe sein. Magnetische Datenträger dürfen nicht in Nähe des Probenraums gebracht werden.
- Bei Verwendung der Graphitrohrtechnik nicht ohne Schutzbrille in die Graphitrohröffnung blicken. Verspritzende Probensubstanzen und heiße Graphitpartikel können zu Augen- und Gesichtsverletzungen führen.
- Im Flammen- und Graphitrohrbetrieb entstehen hohe Temperaturen. Heiße Teile wie den Brennerkopf oder den Graphitrohrföfen nicht während oder unmittelbar nach einer Messung berühren. Abkühlphasen beachten.
- Während der Arbeiten am ZEEnit 700 P keinen (metallischen) Schmuck, insbesondere Halsketten tragen. Andernfalls besteht die Gefahr eines Kurzschlusses mit dem elektrisch beheizten Ofen. Der Schmuck kann sich dabei stark erhitzen und Verbrennungen verursachen.
- Im Zeeman-Betrieb mit Magnetfeldstärke 1 Tesla kann der Schallpegel bis 75 dBA betragen. Bei Rückschlag der Lachgas-Acetylenflamme in die Mischkammer liegt der Kurzschallpegel unter 130 dBA.

### 2.5.3 Sicherheitshinweise zur Bildung von Ozon und giftigen Dämpfen

Die UV-Strahlung der Hohlkatodenlampe (HKL, D<sub>2</sub>-HKL) und der N<sub>2</sub>O/Acetylen-Flamme führt durch Wechselwirkung mit der umgebenden Luft zur Bildung unzulässig hoher toxischer Ozonkonzentrationen. Darüber hinaus können aus den Proben und bei der Probenaufbereitung giftige Nebenprodukte austreten.

Beachten Sie folgenden Hinweis:

- Das ZEEnit 700 P darf nur mit einer aktiven Absaugeinrichtung in Betrieb sein.
- Probenraum bei gezündeter Flamme immer geschlossen halten.

## 2.5.4 Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Die Betriebsgase (Argon, Acetylen und Lachgas) werden Druckgasbehältern oder lokalen Druckgasanlagen entnommen. Auf die geforderte Reinheit der Gase ist zu achten.
- Reiner Sauerstoff oder mit Sauerstoff angereicherte Luft dürfen nicht als Oxidantien in der Flammentechnik verwendet werden. Es besteht Explosionsgefahr.
- Arbeiten an Druckgasbehältern und -anlagen dürfen nur von Personen, die über spezielle Kenntnisse und Erfahrungen für Druckgasanlagen verfügen, durchgeführt werden.
- Für den Betrieb von Druckgasbehältern bzw. -anlagen müssen die am Einsatzort geltenden Sicherheitsvorschriften und Richtlinien in vollem Umfang eingehalten werden.
- Druckschläuche und Druckminderer dürfen nur für die zugeordneten Gase verwendet werden.
- Zuleitungen, Verschraubungen und Druckminderer für Lachgas ( $N_2O$ ) müssen fettfrei gehalten werden.
- Vorsicht gilt bei ausströmendem Acetylen! Acetylen bildet mit Luft leicht entzündbare Gemische. Das Gas ist deutlich an seinem knoblauchartigen Geruch erkennbar.
- Die Acetylenflasche darf nur stehend und gegen Umfallen gesichert betrieben werden. Bei einem Flaschendruck unter 100 kPa ist die Acetylen-Flasche auszutauschen, damit kein Aceton in die Gasautomatik gelangt.
- Der Betreiber muss wöchentlich sicherheitserforderliche Zustands- und Dichtheitsprüfungen an allen Gasversorgungen und Gasanschlüssen bis hin zum Gerät durchführen. Dazu ist möglicher Druckabfall von druckbelasteten, geschlossenen Systemen und Leitungen festzustellen. Undichte Stellen und Beschädigungen sind umgehend zu beseitigen.
- Vor Inspektions-, Wartungs- und Reparaturarbeiten ist die Gasversorgung zu schließen!
- Nach erfolgter Reparatur und Wartung an den Komponenten der Druckgasbehälter bzw. der Druckgasanlage ist das Gerät vor Wiederinbetriebnahme auf Funktionstüchtigkeit zu überprüfen!
- Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig!
- Nach Gasflaschenwechsel den Flaschenstandort gründlich lüften.

## 2.5.5 Umgang mit Proben, Hilfs- und Betriebsstoffen

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

Beachten Sie folgende Hinweise:

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

- Hinweise auf den Etiketten immer beachten. Nur beschriftete Gefäße verwenden. Im Umgang mit den Proben geeignete Körperschutzmittel (Laborkittel, Schutzbrille und Gummihandschuhe) tragen.
- Das ZEEnit 700 P darf nur unter einem aktiven Laborabzug betrieben werden (Gefahr durch die Bildung von Ozon, Verbrennungsgase der Proben, giftige und brennbare Nebenprodukte der Probenaufbereitung).
- Brennbare und explosive Stoffe nicht in die Nähe der Flamme bringen.
- Reinigungsarbeiten mit Flusssäure müssen in einem Abzugsschrank ausgeführt werden. Beim Umgang mit Flusssäure müssen Gummischürze, Handschuhe und Gesichtsmaske getragen werden.
- Natriumborhydrid ( $\text{NaBH}_4$ ) ist stark ätzend, hygroskopisch und in Lösung äußerst aggressiv. Abtropfen und Verspritzen von Reduktionsmittellösung vermeiden.
- Biologische Proben müssen nach den örtlichen Vorschriften für den Umgang mit infektiösem Material behandelt werden.
- Bei Messungen an cyanidhaltigem Material ist sicherzustellen, dass in der Abfallflasche keine Blausäure entstehen kann, d. h. die Abfalllösung darf nicht sauer reagieren.
- Restflüssigkeit aus dem Zerstäuber und dem Probengeber in die mitgelieferte Abfallflasche leiten.
- Der Betreiber ist dafür verantwortlich, dass Abfallstoffe, wie z.B. abgelassenes Kühlmittel oder Restflüssigkeit aus der Abfallflasche, umweltgerecht und entsprechend den örtlichen Vorschriften entsorgt werden.

Beispiele für organische Lösungsmittel

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

Diese Liste ist insofern unvollständig, als für den Betrieb des ZEEnit 700 P auch andere Lösungsmittel in Betracht kommen können. Bei Unsicherheit über das Gefahrenpotential ist der Rat des Herstellers heranzuziehen.

## 2.5.6 Dekontamination nach biologischen Verunreinigungen

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Der Betreiber ist dafür verantwortlich, dass eine angemessene Dekontamination durchgeführt wird, falls das Gerät äußerlich oder innerlich mit gefährlichen Stoffen verunreinigt worden ist.
- Spritzer, Tropfen oder größere Verschüttungen mit saugfähigem Material wie Watte, Laborwischtüchern oder Zellstoff entfernen und reinigen. Die betroffenen Stellen mit einem geeigneten Desinfektionsmittel, wie z.B. Incidin-Plus-Lösung, abwischen. Anschließend gereinigte Stellen trockenwischen.

- Bevor ein anderes als dieses vom Hersteller vorgeschriebene Reinigungs- oder Dekontaminationsverfahren angewendet wird, mit dem Hersteller klären, dass das vorgesehene Verfahren das Gerät nicht beschädigt. Am ZEEnit 700 P angebrachte Sicherheitsschilder dürfen nicht mit Methanol benetzt werden.

## 2.6 Verhalten im Notfall

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Besteht keine unmittelbare Verletzungsgefahr, in Gefahrensituationen oder bei Unfällen sofort das ZEEnit 700 P mit dem Netzschalter an der rechten Seitenwand ausschalten. Netzstecker aus dem Netzanschluss ziehen.
- Freier Zugang zum Netzstecker ist zwingend erforderlich.
- Die installierten Komponenten mit dem Netzschalter der angeschlossenen Steckdose ausschalten. Dazu die Steckdose so platzieren, dass ein schneller Zugriff möglich ist.  
**Achtung!** Für den PC besteht dabei die Gefahr von Datenverlust und Beschädigung des Betriebssystems!
- Nach dem Ausschalten des Gerätes möglichst sofort die Gasversorgung schließen.

## 2.7 Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Die Wartung des ZEEnit 700 P erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal. Durch eigenmächtige Wartungsarbeiten kann das Gerät dejustiert oder beschädigt werden. Der Bediener darf deshalb grundsätzlich nur die im Kapitel "Pflege und Wartung" S. 79 aufgeführten Tätigkeiten ausführen.
- Die äußere Reinigung des ZEEnit 700 P nur mit leicht angefeuchtetem, nicht tropfendem Tuch vornehmen. Dabei nur Wasser und ggf. handelsübliche Tenside verwenden.
- Für die Reinigung des Probenraums und der Probentransportwege (Schlauchsystem) des ZEEnit 700 P hat der Betreiber geeignete Sicherheitsvorkehrungen – insbesondere hinsichtlich kontaminierten und infektiösen Materials – festzulegen.
- Wenn Wasser oder andere Flüssigkeiten aus dem Gerät austreten, weil z.B. der Kühlkreislauf leckt, den Kundendienst verständigen.
- Verwenden Sie nur originale Ersatzteile, Verschleißteile und Verbrauchsmaterialien. Diese sind geprüft und gewährleisten einen sicheren Betrieb. Glasteile sind Verschleißteile und unterliegen nicht der Gewährleistung.

## 3 Funktion und Aufbau

### 3.1 Funktionsprinzip des ZEEnit 700 P

#### 3.1.1 AAS-Techniken mit dem ZEEnit 700 P

Das ZEEnit 700 P als Kompaktgerät mit zwei getrennten Probenräumen schließt in Verbindung mit entsprechenden Probengebern und Zubehör alle wichtigen Atomisierungstechniken ein:

- Graphitrohrtechnik flüssiger Proben
- Graphitrohrtechnik fester Proben
- Flammentechnik stationär und als Injektionstechnik
- Hydridtechnik und Quecksilber-Kaltdampftechnik
- HydrEA-Technik als Kopplung von Hydrid- und Graphitrohrtechnik

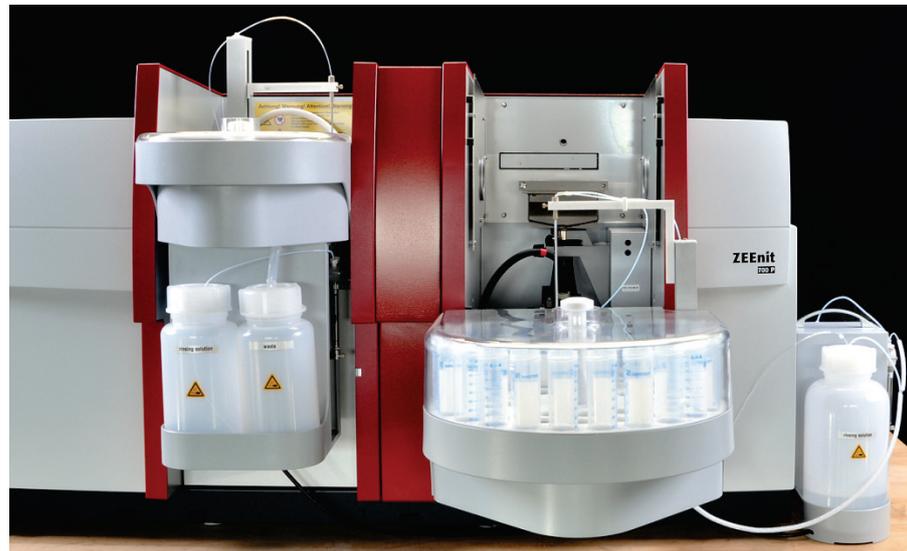


Bild 3 ZEEnit 700 P

Kernstück für den Graphitrohrbetrieb ist ein quergeheizter Graphitrohrföfen in geometrischer Vertikalordnung mit transversal wirkendem Magnetfeld nach dem inversen Zeemanprinzip. Der Graphitrohrföfen ist mit seiner zusätzlichen linksseitigen horizontalen Probeneingabeöffnung in Verbindung mit dem manuellen Feststoffprobengeber SSA 6 oder dem automatischen SSA 600 für die direkte Feststoffanalyse geeignet. Damit wird der zeitaufwändige und kontaminationsanfällige Probenaufschluss (als wesentliche Fehlerquelle der Lösungsanalytik) ausgeschaltet.

Für den Flammenbetrieb ist das ZEEnit 700 P als 2-Strahl-Gerät ausgelegt und im 1-Strahl-Betrieb einsetzbar. Kernstück für den Flammenbetrieb ist das Mischkammer-Zerstäuber-System mit richtungsunabhängiger stabiler Zerstäubung.

Für die Flammeninjektionstechnik steht der zeitgesteuerte Injektionsschalter SFS 6, der Probensegmente durch Ventilschaltung in einen konstanten Trägerlösungsfluss einkoppelt, zur Verfügung.

Hydrid- und HydrEA-Technik mit den Hydridsystemen der neuen Generation (HS 50, HS 55 modular, HS 60 modular) sind die favorisierten Verfahren für die nachweisempfindliche Bestimmung der hydridbildenden Elemente As, Bi, Sb, Se, Sn, Te und von Hg.

Die HydrEA-Technik (Hydridtechnik mit elektrothermischer Atomisierung) basiert darauf, dass die Metallhydride bzw. Quecksilberdampf auf dem mit Iridium beschichteten, vorgeheizten Normalrohr angereichert und bei 2100 °C bzw. 800 °C atomisiert werden.

### 3.1.2 Optisches Prinzip

Das ZEEnit 700 P ist ein 2-Strahl-Gerät, das je nach Technik im 1-Strahl- oder 2-Strahl-Betrieb genutzt wird. Linksseitig ist der 8fach-Lampenwechsler (11 in Bild 4) senkrecht angeordnet. Der Lampenwechsler nimmt 1,5" Hohlkathodenlampen (HKL) als Primärstrahlungsquelle auf. Linksseitig befindet sich zusätzlich eine Deuterium-Hohlkathodenlampe (D2HKL) (2 in Bild 4) für die klassische Untergrundkompensation.

Ein optischer Strahlteiler (1 in Bild 4) mit Reflexions- und Transmissionsfeldern im Schachbrettmuster vereint die Strahlung der aktiven Primär-HKL mit der Kontinuumsstrahlung der D2HKL und teilt sie gleichzeitig in Proben- und Referenzstrahl. Identische Strahlengänge mit gleicher Strahlverteilung und Strahldichte im genutzten Raumwinkel für beide Strahlungsquellen ermöglichen mit der D2HKL Untergrundkompensation bis zur Extinktion 2,0.

Der Probenstrahl passiert nacheinander beide Probenräume und wird durch die beiden Spiegel (9 in Bild 4) zwischen den Probenräumen um 40 mm in der Tiefe versetzt. Der Referenzstrahl wird hinter beiden Probenräumen entlang geführt. Ein rotierender Sektorspiegel (6 in Bild 4) mit 90°-Reflexions- und Transmissionssektoren vereint Proben- und Referenzstrahl.

Für die Graphitrohrtechnik mit Zeeman-Untergrundkorrektur arbeitet das ZEEnit 700 P als Einstrahlgerät ohne D2HKL, aber mit einem fahrbaren Kristallpolarisator (7 in Bild 4) im Probenstrahlengang. Gleichzeitig wird der fahrbare Strahlteiler für die HKL-Strahlung in die 100 %-Reflexionsstellung gebracht. Der ZEEmanGraphitrohrföfen liefert Strahlungskomponenten mit vertikaler und horizontaler Ausrichtung. Der Kristallpolarisator lässt alle Strahlungskomponenten mit vertikaler Ausrichtung ohne Ablenkung passieren, die Strahlungskomponenten mit horizontaler Ausrichtung werden so weit abgelenkt, dass sie auch bei der größten Spaltbreite (0,6 mm) vollständig neben dem Eintrittsspalt auf die Spaltblende fallen. In allen anderen Techniken befindet sich der Kristallpolarisator außerhalb des Strahlenganges.

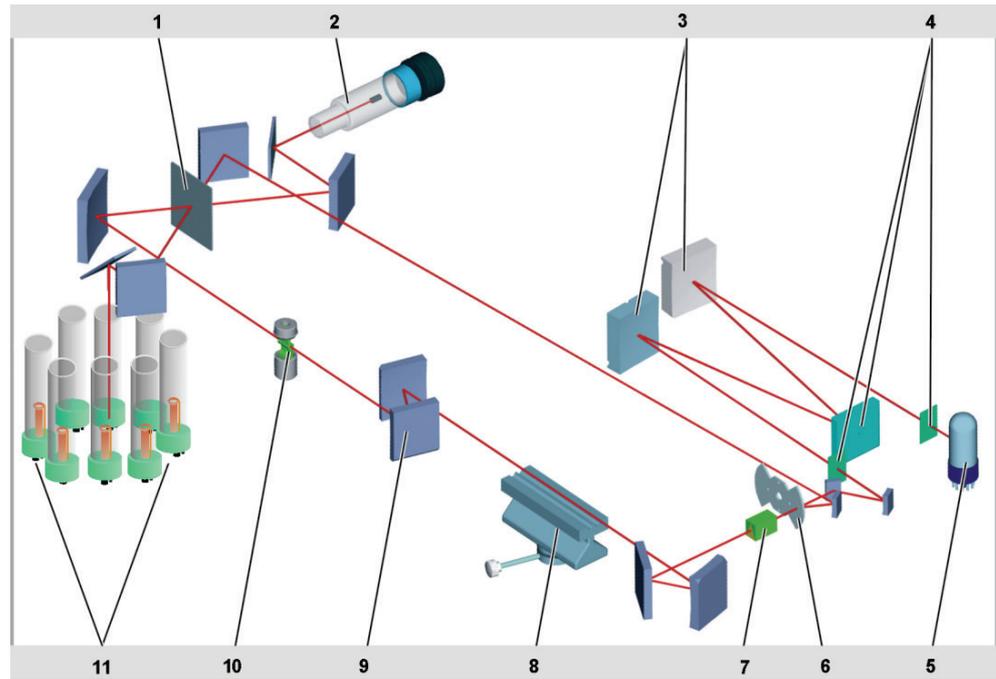


Bild 4 Optischeschema des ZEEnit 700 P

- |  |   |
|--|---|
| 1 Strahlteilerspiegel                    | 7 Kristallpolarisator                           |
| 2 Deuterium-Hohlkatodenlampe (D2HKL)     | 8 Brenner im Flammenprobenraum                  |
| 3 Monochromator-Spiegel                  | 9 Spiegel zwischen den Probenräumen             |
| 4 Eintrittsspalt, Gitter, Austrittsspalt | 10 Elektroden mit Graphitrohr im Ofenprobenraum |
| 5 Photomultiplier                        | 11 Lampenwechsler mit 8 Hohlkatodenlampen       |
| 6 Sektorspiegel                          |   |

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

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

Ein Photomultiplier (5 in Bild 4) am Ausgang des Monochromators misst synchron mit der Taktung der Lichtquellen die Intensität der auftreffenden Strahlung.

### 3.1.3 Messprinzip

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

Graphitrohrtechnik  
mit Zeeman-  
Untergrundkorrektur

An den Graphitrohrofen wird ein unipolares, horizontales magnetisches Wechselfeld mit 200 Hz Frequenz angelegt. Im Wechselfeld werden die Absorptionsebenen der Analytatom der aktuellen Analyselinie in die horizontal polarisierten  $\sigma$ -Komponenten  $\sigma^+$ ,  $\sigma^-$  und die vertikal polarisierte  $\pi$ -Komponente aufgespalten. Der nachgeschaltete Kristallpolarisator lässt alle Strahlungskomponenten mit vertikaler Ausrichtung ohne Ablenkung passieren, die Strahlungskomponenten mit horizontaler Ausrichtung werden so weit abgelenkt, dass sie nicht in den Eintrittspalt treffen. In beiden Messphasen „Magnetfeld ein“ und „Magnetfeld aus“ werden nur die senkrecht zum Magnetfeld, das heißt nur die vertikal polarisierten Anteile der HKL-Strahlung berücksichtigt. Auf die Hälfte der HKL-Strahlungsintensität muss verzichtet werden:

- In der Messphase „Magnetfeld ein“ auf die  $\sigma^+$ ,  $\sigma^-$ -Komponenten
- in der Messphase „Magnetfeld aus“ auf die Hälfte der in alle Richtungen schwingenden Gesamtstrahlung der HKL

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

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

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

Alle weiteren Techniken  
mit Deuterium-  
Untergrundkorrektur

Die Kontinuumsstrahlung der D2HKL wird zur Kompensation der Untergrundabsorption genutzt. Die Strahlung des Linienstrahlers (Primär-HKL) mit ihrer extrem schmalen Basislinie (Resonanzlinie) wird elementspezifisch und durch Streuung unspezifisch geschwächt. Dabei wird die Gesamtabsorption erfasst. Die Strahlung der D2HKL wird im Wesentlichen durch die breitbandige elementunspezifische Absorption geschwächt, der minimale elementspezifische Anteil ist vernachlässigbar. Die Differenzbildung beider Signale liefert die elementspezifische Absorption.

Die Intensitäten beider Strahlungsquellen werden automatisch kontrolliert und nötigenfalls nachgeführt.

## 3.2 Elektrothermischer Atomisator mit Zeeman-Magnet

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

Merkmale des Graphitrohrföfens

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

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

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

Das Ofenprogramm verläuft in vier Grundsritten:

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

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

## 3.2.1 Prinzip der Untergrundkorrektur nach Zeeman

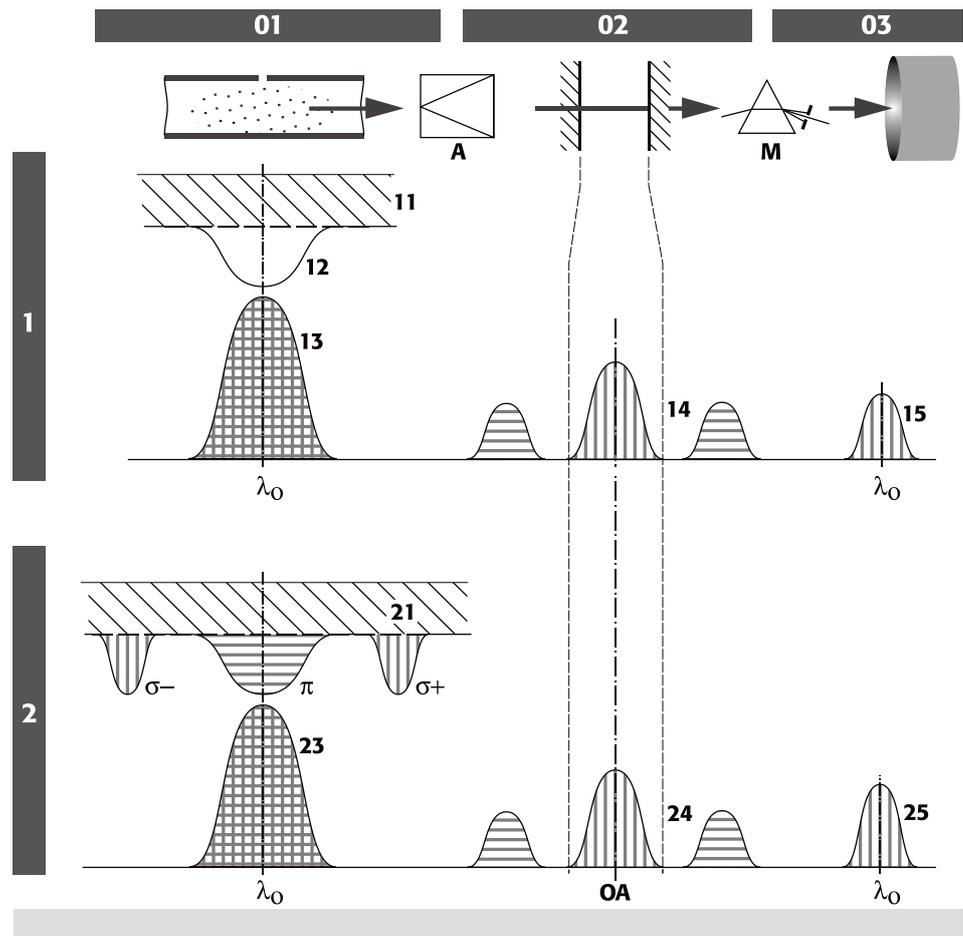


Bild 5 Prinzip transversale inverse Zeeman-Atomabsorptionsspektroskopie

01 Atomisator	A Polarisator-Analysator
02 Eintrittsspalt	M Monochromator
03 SEV	OA Optische Achse
1 Phase 1 – Messen der Gesamtabsorption	2 Phase 2 – Messen der Untergrundabsorption
11 Untergrund, keine Polarisation	21 Untergrund, keine Polarisation
12 Analyt, keine Polarisation	$\sigma^-$ , $\pi$ , $\sigma^+$
13 HKL-Emission, alle Polarisationsrichtungen	Analyt, bezüglich Wellenlänge und Polarisationsrichtung durch Magnetfeld aufgespalten
14 Durch den Polarisator-Analysator räumlich getrennte Strahlung am Eintrittsspalt	23 HKL-Emission, alle Polarisationsrichtungen
15 Nur vertikal polarisiertes Licht, geschwächt durch Analyt und Untergrund	24 Durch den Polarisator-Analysator räumlich getrennte Strahlung am Eintrittsspalt
	25 Nur vertikal polarisiertes Licht, geschwächt durch Untergrund

Inverser und transversaler Zeeman-Effekt

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

Beim normalen Zeeman-Effekt spalten sich die Absorptionsniveaus der dem Magnetfeld ausgesetzten Analytatom in eine nicht-wellenlängenverschobene  $\pi$ -Komponente und zwei wellenlängenverschobene  $\sigma$ -Komponenten  $\sigma^+$ ,  $\sigma^-$  auf.

Beim anormalen Zeeman-Effekt treten mehr als eine nicht-wellenlängenverschobene  $\pi$ -Komponente und mehr als zwei wellenlängenverschobene  $\sigma$ -Komponenten auf.

Die  $\pi$ - und die  $\sigma$ -Komponenten absorbieren unterschiedliche Anteile der HKL-Gesamtstrahlung, die sich durch die Polarisationsrichtung unterscheiden:

- Das Absorptionsvermögen der  $\pi$ -Komponente liegt in Richtung des Magnetfeldes senkrecht zur Strahlungsrichtung in der Meridionalebene (horizontal).
- Das Absorptionsvermögen der  $\sigma$ -Komponenten ( $\sigma^+$ ,  $\sigma^-$ ) liegt senkrecht zum Magnetfeld und zur Strahlungsrichtung in der Sagittalebene (vertikal).

Die  $\sigma$ -Komponenten weisen jeweils die halbe Intensität der  $\pi$ -Komponente auf und sind zur ursprünglichen Wellenlänge gleich weit nach höherer und niederer Wellenlänge verschoben.

### 3.2.2 Der Zeeman-Graphitrofen

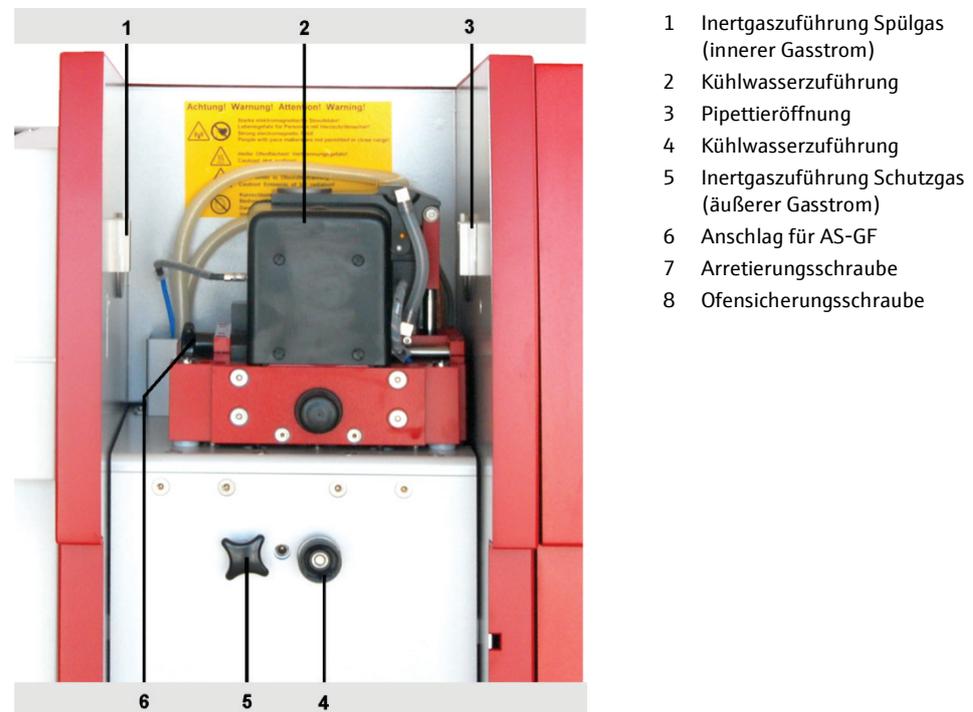


Bild 6 Zeeman-Graphitrofen

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

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

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

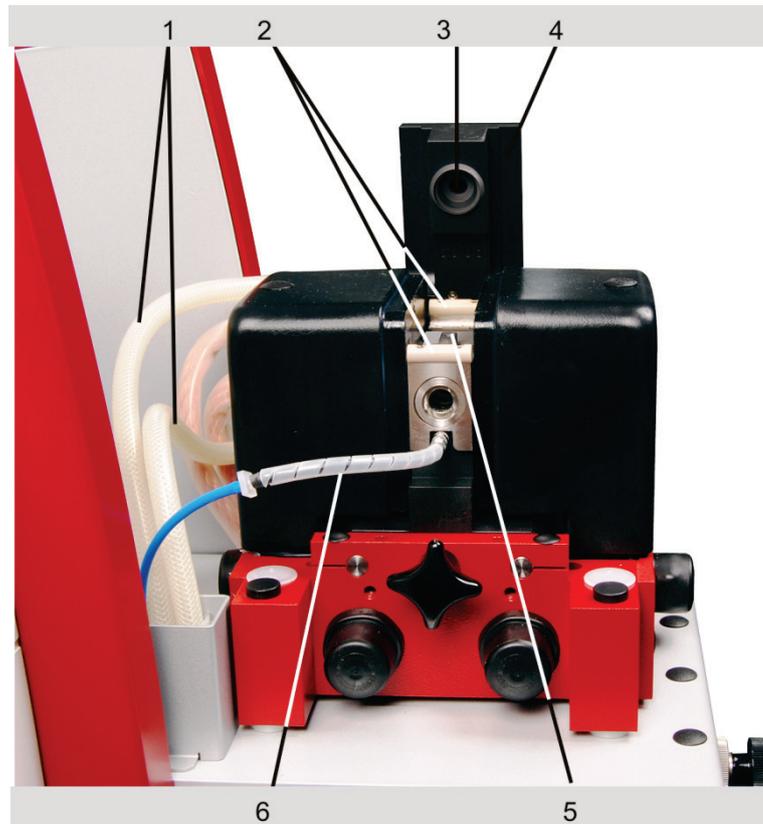


Bild 7 Graphitrohrofen, geöffnet

- |   |                     |   |                              |
|---|---------------------|---|------------------------------|
| 1 | Kühlwasserschläuche | 4 | Oberer Metallblock, geöffnet |
| 2 | Ofenfenster         | 5 | Graphitrohr Ofenmantel       |
| 3 | Obere Elektrode     | 6 | Schutzgaszufuhr              |

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

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

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

### 3.2.3 Der Zeeman-Magnet

Der Zeeman-Magnet besteht aus zwei gleichen U-förmigen Magnetkernen und zwei symmetrischen Spulen. Die beiden Jochhälften sind unterhalb des Graphitrohrofens mechanisch gefasst und aufeinander gepresst. An den oberen Enden sind beide Jochhälften unmittelbar hinter den Spulen auf etwa die Querschnittsfläche des Graphitrohrrinnenraumes verjüngt. Die geschliffenen Stirnflächen bilden die Magnetpole (Polschuhe). Der Graphitrohrofen ist im Bereich der Polschuhe soweit verjüngt, dass die Polschuhe nur 15 mm Polabstand haben, wodurch Magnetfeldstärken von 1,0 Tesla erreicht werden.

Zwischen den Polschuhen bildet sich das benötigte Magnetfeld homogen aus. Beide Polschuhe sind unsymmetrisch nach rechts (bezüglich ihrer Mittelachse) verschoben und lassen so den nötigen Raum für den Feststoffprobengeber frei.

### 3.2.4 Gasströme

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

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

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

Bei Bedarf können dem inneren Gasstrom oxidierende oder reduzierende Gase (Luft bzw.  $H_2$ ) zugemischt werden. Sie wirken sich positiv auf den Pyrolyseschritt aus. Bei Luftzufuhr sollten Temperaturen  $>650\text{ °C}$  vermieden werden, da sonst das Graphitrohr selbst angegriffen wird.

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

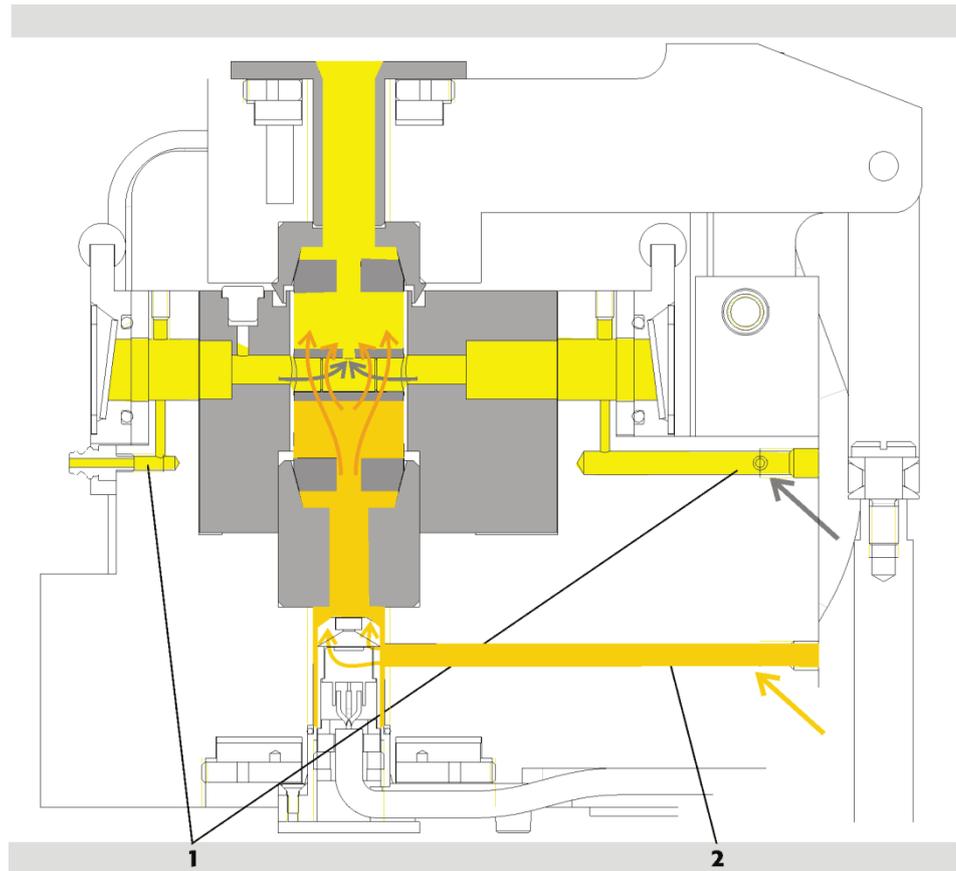


Bild 8 Innere und äußere Gasströme im Graphitrohrfen

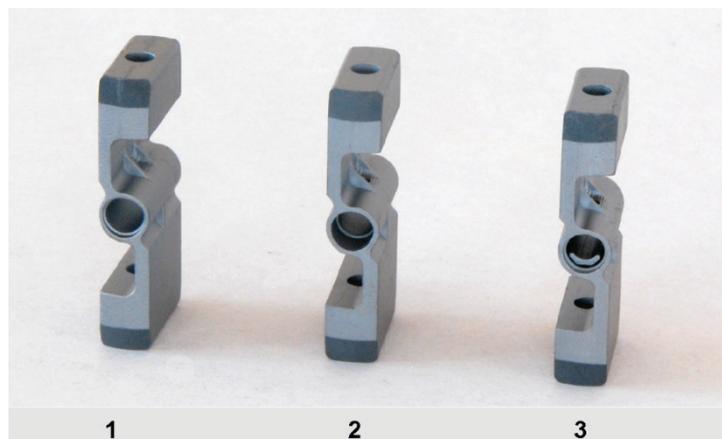
1 Innerer Gasstrom (Spülgas)

2 Äußerer Gasstrom (Schutzgas)

### 3.2.5 Graphitrohrvarianten, Ofenteile und Einsätze

Drei Graphitrohrvarianten sind verfügbar:

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



- 1 Graphitrohr für Feststoffanalytik
- 2 Graphitrohr, Standard
- 3 Graphitrohr mit PIN-Plattform

Bild 9 Graphitrohrvarianten

Übersicht 1 Einsatz und Probenvolumen verschiedener Graphitrohre

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

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

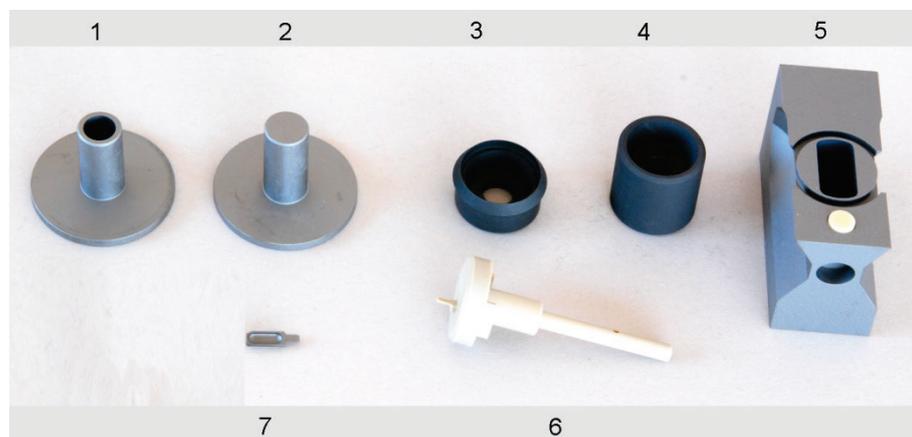


Bild 10 Ofenmantel, Adapter und Einsätze

Übersicht 2 Ofenteile und Einsätze

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

### 3.2.6 Strahlungssensor

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

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

### 3.2.7 Ofenkamera

Als Option kann das ZEEnit 700 P mit einer Ofenkamera ausgestattet werden. Sie überwacht den Prozess, beginnend mit der Injektion der Probe in das Graphitrohr bis zum Abschluss der Trocknung. So können direkt das Eintauchen des Dosierschlauchs ins Graphitrohr, das Abgeben der Probe und anderer Komponenten sowie der Trocknungsvorgang kontrolliert und gegebenenfalls korrigiert werden.

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

### 3.3 Zubehör für Graphitrohrtechnik

#### 3.3.1 Probengeber AS-GF

Der Probengeber AS-GF wird im EA-Betrieb zur Zuführung von flüssigen Proben und in der HydrEA-Technik zur Zuführung des Reaktionsgases in das Graphitrohr eingesetzt. Eine Pipettierung von Hand ist aufgrund schlechter Reproduzierbarkeit nicht zu empfehlen.



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

Bild 11 Probengeber AS-GF

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

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

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

Der AS-GF wird in die vorgesehenen Aufnahmen am Probenraum eingehängt und mit dem ZEEnit 700 P elektrisch verbunden. Die Geräteparameter des AS-GF werden mit der Steuerungssoftware ASpect LS eingestellt.

### 3.3.2 Mobiles Kühlaggregat KM 5

Beachten Sie die Hinweise in der Bedienungsanleitung des mobilen Kühlaggregats KM 5.

Der Graphitrohrföfen des ZEEnit 700 P wird über eine Umlaufkühlung vom mobilen Kühlaggregat KM 5 gekühlt. Sein Wirkprinzip ist ein luftgekühlter Wärmetauscher mit Ventilator. Deshalb steht die wirksame Kühlleistung des luftgekühlten mobilen Kühlaggregats nur dann zur Verfügung, wenn der programmierbare Sollwert mindestens 7 °C über der Raumtemperatur liegt. Der maximale Sollwert beträgt 50 °C. Der Alarmpunkt liegt immer 15 °C über dem eingestellten Sollwert. Wird die Kühlleistung nicht mehr erreicht, schaltet ein Übertemperaturalarmkontakt den Kühler und das Spektrometer ab.

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

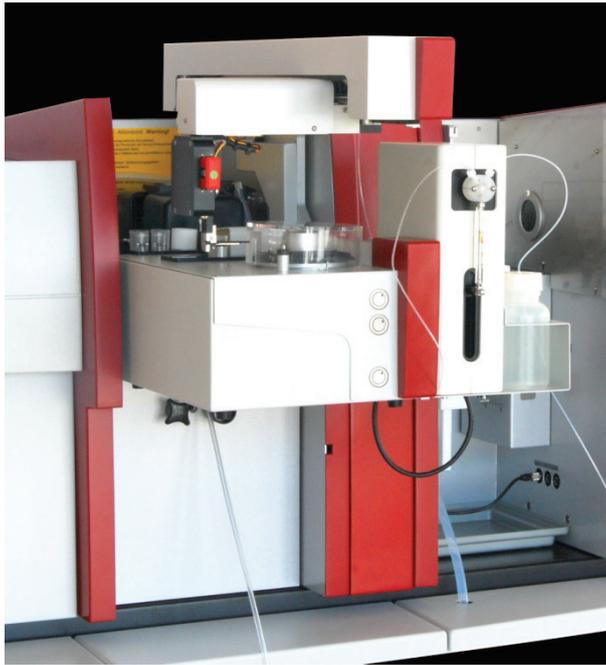
### 3.3.3 Feststoffprobengeber SSA 600 und SSA6

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

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

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

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



SSA 600 mit Flüssigdosierung



SSA 6

Bild 12 Feststoffprobengeber am ZEEnit 700 P

### 3.4 Flammensystem

Die Flammen-Atomabsorptions-Spektroskopie wird zur Bestimmung von Spurenelementen im Konzentrationsbereich von mg/L bis  $\mu\text{g/L}$  und von Hauptkomponenten eingesetzt. Sie erfordert eine Flamme mit konstanten Eigenschaften und einer auf das zu bestimmende Element abgestimmten Zusammensetzung. Das Zerstäuber-Mischkammer-Brenner-System ist in der Höhe motorisch um 10 mm verstellbar, um die Flammenzone mit der größten Absorption in Strahlrichtung bringen zu können. Zur Messung von Hauptkomponenten lässt sich der Brenner auf dem Stutzen um  $90^\circ$  bis zur Querstellung schwenken, wodurch der Absorptionsweg verkürzt wird.

Die Probenlösung wird durch einen pneumatischen Ringspalt-Zerstäuber angesaugt und in die Mischkammer versprüht. In der Mischkammer wird das Probenaerosol mit Acetylen und Oxidans gemischt, bevor es aus dem Brennerschlitz austritt. Die Flamme ist je nach Brenner 5 oder 10 cm lang und wenige Millimeter breit. Sie wird in ihrer gesamten Länge durchstrahlt.

#### 3.4.1 Gasautomatik

Die Gasautomatik sorgt für druckschwankungsfreie Gasversorgung der Flamme mit Brenn- und Oxidansgas in definierten Durchflussmengen. Sie ermöglicht das sichere und gefahrlose Zünden und Löschen der Flamme. Die Gasautomatik hat drei Gaseingänge: für Brenngas (Acetylen), Luft und Lachgas.

Der Brenngasfluss wird durch ein Proportionalventil in der Regelstrecke in 5-L-Schritten zwischen 40 und 315 NL/h Acetylen eingestellt. Der Luftstrom füllt zuerst den Speicher mit  $500\text{ cm}^3$  Fassungsvermögen und wird dann durch Magnetventile zum Zerstäuber freigeschaltet. Das reguläre Löschen der Flamme und das Löschen im Havariefall übernimmt die Luft aus dem Speicher.

Der Oxidansfluss am Zerstäuber ist durch dessen Einstellung und den Vordruck vorgegeben. Ein Zusatzoxidansfluss (Luft bzw. Lachgas) kann in drei fest eingestellten Stufen geschaltet werden.

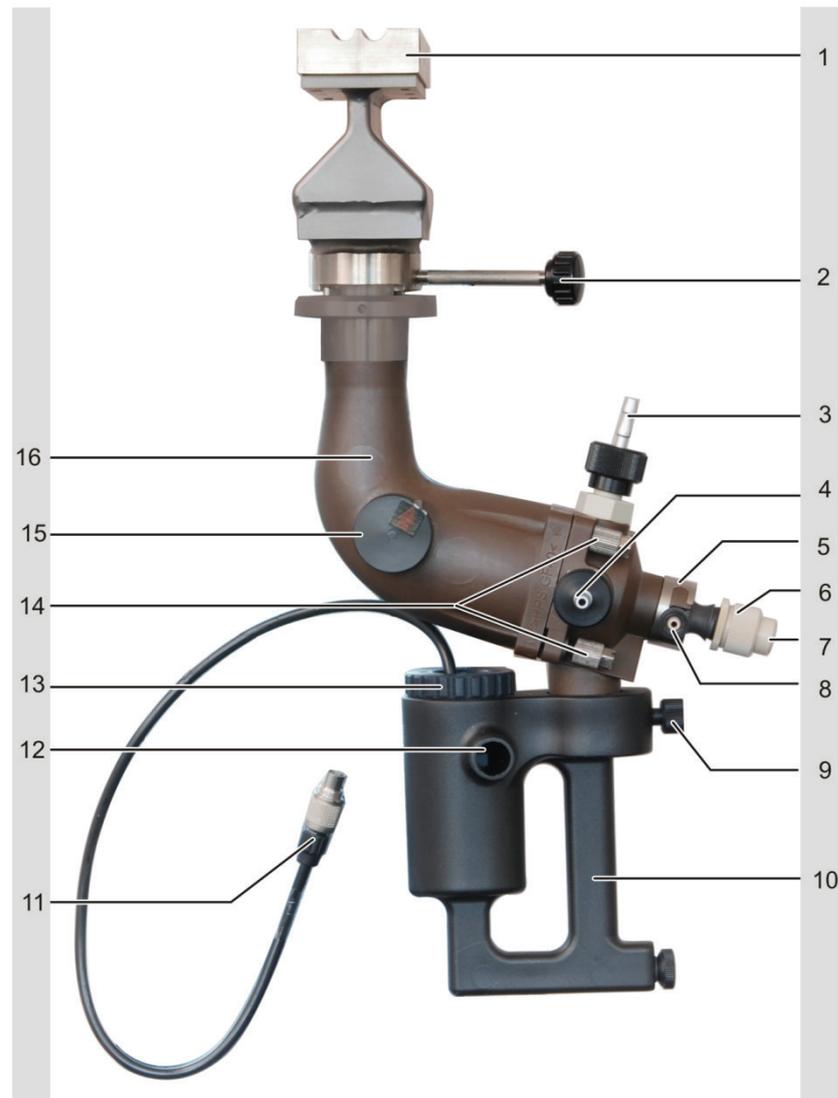
Die Flamme wird mit der Glühwendel gezündet, die aus der Rückwand des Probenraumes über die Brennermitte geschwenkt wird. Von der Acetylen-Luft-Flamme kann auf die Acetylen-Lachgas-Flamme umgeschaltet werden, indem die Luftzufuhr gesperrt und Lachgas zugeschaltet wird und der Brenngasfluss erhöht wird. Das Löschen der Acetylen-Lachgas-Flamme erfolgt in umgekehrter Reihenfolge.

### 3.4.2 Brenner-Zerstäuber-System

Das für die Atomisierung in der Flamme benötigte Aerosol der Probenlösung wird durch den Zerstäuber erzeugt. Das Oxidans gelangt durch den seitlichen Anschluss in den Zerstäuber und durchströmt den Ringspalt, den die Kanüle aus korrosionsfester Platin-Rhodium-Legierung und die Düse aus PEEK bilden. Durch den entstehenden Unterdruck wird Probenlösung aus der Kanüle herausgerissen und weitere Probenlösung angesaugt. Die Lage der Kanülenspitze zur Düse bestimmt die Ansaugrate. Sie ist manuell mit einer Einstellschraube und Kontermutter einstellbar.

Das gebildete Proben-Aerosol trifft auf die Prallkugel. Größere Tröpfchen kondensieren an der Prallkugel und fließen über den Siphon ab. Der Brenngasstrom trifft im rechten Winkel auf die Prallkugel. Das erzeugte Aerosol strömt durch die Mischkammer zur Flamme am Brenner. Auf dem Weg durch die Mischkammer stellt sich ein Gleichgewicht ein. Weitere große Tröpfchen werden durch die Schwerkraft abgeschieden und fließen ebenfalls über den Siphon ab. Das Aerosol wird in der Flamme atomisiert. Das Aerosol der Probenlösung muss eine kleine Tröpfchengröße aufweisen. Schnelles Verdampfen der Tröpfchen beim Eintritt in die Flamme ist Voraussetzung dafür, dass die Probe in der heißen Zone der Flamme atomisiert wird. Verdampft das Lösemittel unvollständig, wird die Richtigkeit des Analyseergebnisses negativ beeinflusst. Die Untergrundabsorption wird durch Streuung der Strahlung an unverdampften Tröpfchen erhöht.

Der Aufbau des Mischkammer-Zerstäuber-Systems optimiert die Bildung des Aerosols und macht das System wartungsfreundlich. Der Abfluss in den Siphon befindet sich in unmittelbarer Nähe des Zerstäubers. Große Tropfen fließen sofort ab und gelangen nicht in die Mischkammer. Das Flügelrad hält Tröpfchen zurück und stabilisiert die Aerosolwolke. Eventuelle Restflüssigkeit kann im kontinuierlich aufsteigenden Mischkammerrohr in Richtung Zerstäuber zum Siphon abfließen. Schließlich ist die Prallkugel zentriert zum Zerstäuber fest montiert, so dass sich eine Nachjustierung nach einer Reinigung des Mischkammer-Zerstäuber-Systems erübrigt.



**Bild 13 Zerstäuber-Mischkammer-Brenner-System**

- |                                    |                                       |
|------------------------------------|---------------------------------------|
| 1 Brenner                          | 9 Befestigungsschraube des Siphons    |
| 2 Feststellschraube Brenner        | 10 Siphon                             |
| 3 Zufuhr Brenngas                  | 11 Anschluss des Siphonsensors        |
| 4 Zufuhr Zusatzoxidans             | 12 Siphonabfluss                      |
| 5 Arretierungsring des Zerstäubers | 13 Siphonsensor                       |
| 6 Zerstäuber                       | 14 Verschraubung der Mischkammerteile |
| 7 Zufuhr Probenflüssigkeit         | 15 Sicherheitsstopfen                 |
| 8 Zufuhr Oxidans                   | 16 Mischkammerrohr                    |

## 3.5 Brenner und Flammenart

Das ZEEnit 700 P kann mit folgenden Flammenarten und dazugehörigen Brennern betrieben werden:

- Acetylen-Luft-Flamme mit 50-mm-Einschlitzbrenner (Standardbrenner) oder 100-mm-Einschlitzbrenner für höhere Empfindlichkeiten
- Acetylen-Lachgas-Flamme mit 50-mm-Einschlitzbrenner

Gehören leicht- und schweratomisierbare Elemente zu den zu bestimmenden Elementen, sollte nur der 50-mm-Einschlitzbrenner (Standard) eingesetzt werden, um einen Brennerwechsel zwischen den Messungen zu vermeiden.

Einsatz der Flammenarten:

- Acetylen-Luft-Flamme ist für die meisten Elemente einsetzbar.
- Acetylen-Lachgas-Flamme ist bei schwer atomisierbaren Elementen wie Bor, Aluminium und Silizium erforderlich.

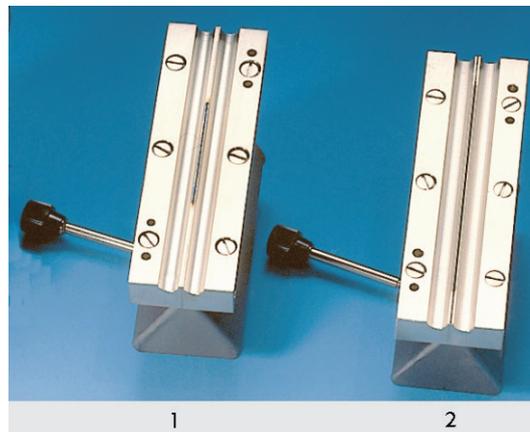


Bild 14 Brennertypen

- 1 50-mm-Einschlitzbrenner (Standardbrenner)
- 2 100-mm-Einschlitzbrenner

Die Brenner aus Titan sind inert gegen Einflüsse durch aggressive Probenlösungen. Die Brenner sind leicht austauschbar und zwischen 2 Anschlägen stufenlos bis zu 90° drehbar. Der eine Anschlag ist so ausgerichtet, dass die Brenner zur optischen Achse fluchten. Der 90°-Anschlag realisiert die unempfindliche Querstellung der Brenner zur Bestimmung von Hauptkomponenten.

### 3.5.1 Sensoren

Das Brenner-Zerstäuber-System wird von verschiedenen Sensoren kontrolliert, die die Betriebssicherheit garantieren.

- Ein Schwimmerschalter im Siphon signalisiert die korrekte Füllhöhe von 80 mm Wassersäule.
- Über zwei Reflexkoppler wird der Brennertyp mittels einer Kodierung registriert.
- Ein UV-empfindlicher Sensor überwacht die Flamme.

Zusätzlich zu den oben genannten Sensoren ist die Mischkammer mit einem Sicherheitsstopfen ausgestattet, der bei einem Rückschlagen der Flamme in die Mischkammer herausfällt.

Die Steuersoftware wertet die Signale der Sensoren aus und überwacht zusätzlich Gasdrücke und Gasflüsse sowie den Flammenstatus.

## 3.6 Zubehör für die Flammentechnik

### 3.6.1 Probengeber AS-F und AS-FD

In der Flammentechnik und der Hg/Hydridtechnik kann mit manueller oder automatischer Probenzufuhr gearbeitet werden. Der automatische Betrieb und die Multielementanalyse sind unter Einsatz eines Probengebers möglich. Mit der Steuersoftware des ZEEnit 700 P werden die Parameter eingestellt und die Funktion gesteuert.

Das ZEEnit 700 P kann mit folgenden Probengebern betrieben werden:

- Der Probengeber AS-F ist ein automatischer Probengeber.
- Der Probengeber AS-FD verfügt zusätzlich über eine Verdünnungsfunktion.

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

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

Die Probenteller sollten nach den Anforderungen der Analyse ausgewählt werden:

- Verfügbare Probenmenge
- Art der Signalauswertung

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

Die Probengeber werden über das ZEEnit 700 P mit Betriebsspannung versorgt. Probenteller und Probengeberarm werden mit Schrittmotoren angetrieben. Der Probenteller wird gedreht. Der Probengeberarm ist schwenkbar und kann um 120 mm abgesenkt werden.

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

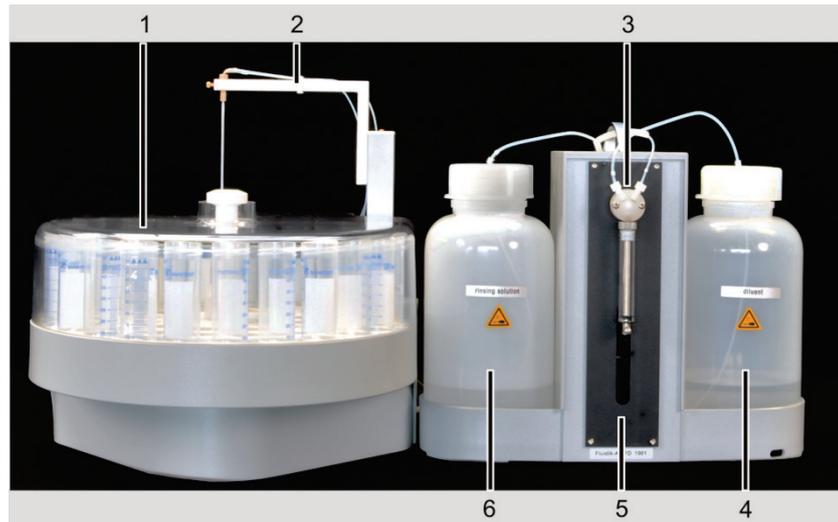


Bild 15 Probengeber AS-FD mit Fluidik-Modul

- |   |                            |   |                                      |
|---|----------------------------|---|--------------------------------------|
| 1 | Probenteller mit Abdeckung | 4 | Vorratsflasche für Verdünnungsmittel |
| 2 | Probengeberarm             | 5 | Fluidik-Modul                        |
| 3 | Dosierer (5000 $\mu$ L)    | 6 | Vorratsflasche für Spülflüssigkeit   |

Der Probengeber AS-FD verfügt über ein extra Fluidik-Modul mit einem Dosierer (5000  $\mu$ L). Das Fluidik-Modul ist mit dem Probengeber elektrisch verbunden und wird so über das ZEEnit 700 P mit Betriebsspannung versorgt. Die Verdünnung von Standards oder Proben im Mischgefäß erfolgt derart, dass das Konzentrat im Mischgefäß vorgelegt wird. Anschließend wird die Verdünnungslösung mit hoher Dosiergeschwindigkeit zugegeben (max. Volumen:  $V = 25$  mL). Das vollständige Mischen wird über eine feste Wartezeit abgewartet. Eine zweite Membranpumpe saugt die Restflüssigkeit ab, die nicht vom Zerstäuber angesaugt wurde.

Der Probengeber AS-FD mit Verdünnungsfunktion bietet folgende Vorteile:

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

### 3.6.2 Kolbenkompressor

Steht keine Hausleitung zur Verfügung, sollte die Druckluft für die Acetylen-Luft-Flamme über einen Kompressor bereitgestellt werden.

Analytik Jena bietet den Kolbenkompressor PLANET AIR L-S50-15 als optionales Zubehör an. Die komprimierte Luft ist frei von Wasser, Staub und Öl. Mit einem maximalen Betriebsdruck von 800 kPa und einem 15-L-Luftbehälter erfüllt der Kompressor die Anforderungen an die Druckluftversorgung. Beachten Sie für Installation und Wartung die Hinweise in der Bedienungsanleitung des Kolbenkompressors.

### 3.6.3 Injektionsmodul SFS 6

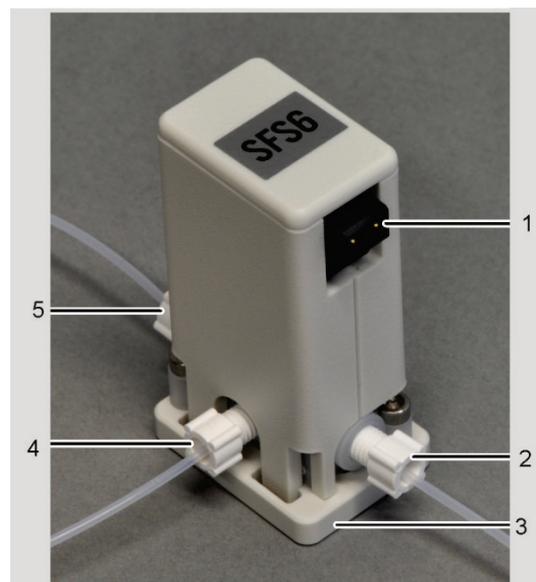
Das Injektionsmodul SFS 6 (Segmented Flow Star) wird optional als Zubehör mitgeliefert. Es kann zusammen mit einem Probengeber oder im manuellen Betrieb eingesetzt werden.

Es ermöglicht einerseits, dass ständig Spüllösung angesaugt und der Brenner durch das Aerosol auf konstanter Temperatur gehalten wird, und andererseits, dass kleine Probenmengen gegen Spüllösung reproduzierbar vermessen werden können.

Die Funktionsweise des Injektionsmoduls SFS 6 basiert auf einem Magnetventil mit zwei Eingängen und einem Ausgang zum Zerstäuber. Am bestromten Eingang befindet sich der Ansaugschlauch für die Probe. Er taucht direkt in die Probe bzw. ist mit der Kanüle des Probengebers verbunden. Mit dem unbestromten Eingang ist der Ansaugschlauch für Spüllösung verbunden. Die zwei Schaltzustände sind:

- Grundzustand: Probenweg gesperrt, Weg für die Spüllösung frei
- Aktiver Zustand: Probenweg frei, Weg für die Spüllösung gesperrt

Die Parameter zur Steuerung des Injektionsmoduls SFS 6 werden mit der Steuersoftware eingegeben.



- 1 Anschluss für Steuerkabel
- 2 Schlauch zur Spüllösung
- 3 Aufhängung
- 4 kurzer Schlauch, zur Zerstäuberkanüle
- 5 Probenansaugschlauch

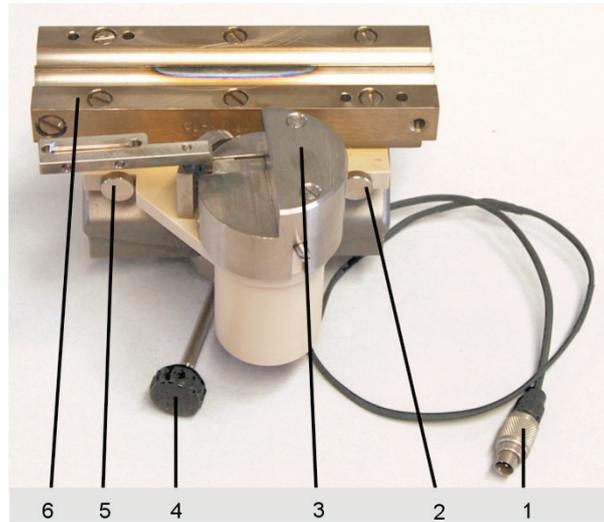
Bild 16 Injektionsmodul SFS6

### 3.6.4 Scraper – automatischer Brennerkopfreiniger für die Lachgasflamme

Der automatische Brennerkopfreiniger (Scraper) wird für das kontinuierliche und vollautomatische Arbeiten mit der Lachgasflamme empfohlen. Bei der Nutzung der Lachgasflamme und besonders bei einer sehr brenngasreichen  $C_2H_2/N_2O$ -Flamme, wie diese bei Elementen wie z.B. Si, W, Mo und Sn verwendet wird, kommt es über längere Zeiträume hinweg zur Ablagerung von Kohlenstoff am Brennerschlitz. Wenn diese Ablagerungen nicht ständig wieder entfernt werden, setzt sich der Brennerspalt zu. Nicht reproduzierbare Messergebnisse sind die Folge. Durch Nutzung des Scrapers wird der Reinigungsablauf vollautomatisiert.

Einmal in der Software aktiviert und als Methodenparameter gespeichert, garantiert der Scraper einen kontinuierlichen und reproduzierbaren Messablauf ohne Störungen und Unterbrechungen.

Je nach Flammzusammensetzung und Notwendigkeit kann unter verschiedenen Häufigkeiten der Reinigung gewählt werden. Andererseits kann durch die Nutzung des Scrapers auch das Einbrennen der Lachgasflamme automatisiert werden. Bei Aktivierung im Flammenkontrollbild wird alle 30 s ein Reinigungsschritt, der ein störungsfreies Einbrennen der Lachgasflamme ermöglicht, durchgeführt.



- 1 Anschlusskabel für Scaper
- 2 Rändelschraube
- 3 Scaper
- 4 Feststellschraube für Brenner
- 5 Rändelschraube
- 6 50-mm-Brennerkopf

Bild 17 Scaper, am 50mm-Brennerkopf montiert

Der Scaper ist mit zwei Rändelschrauben am Brennerkopf befestigt. Wird er nicht benötigt, kann er abgenommen werden. Der Scaper kann an einem 50-mm-Brenner nachgerüstet werden.

### 3.7 Ergänzendes Zubehör: Hg/Hydridsysteme

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

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

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

### 3.8 Lampenwechsler und Lampen

Das ZEEnit 700 P besitzt einen 8fach-Lampenwechsler mit einer Schreib-Lese-Einheit für codierte Lampen an der aktiven Position. Die codierten Lampen sind mit aufgeklebten Transpondern versehen. Gespeichert werden: Lampentyp, Element(e), Seriennummer, maximaler empfohlener Lampenstrom und Booststrom sowie die Betriebsstunden. Der Einsatz nichtcodierter Lampen ist möglich. Der Lampenwechsler ist für Hohlkathodenlampen mit dem Standarddurchmesser des Glaskolbens von 37,1 mm ausgelegt. Die jeweils benötigte Lampe wird PC-gesteuert in den Strahlengang geschwenkt, eingeschaltet und auf dem Kreisbogen in 0,1 mm-Schritten feinjustiert.

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

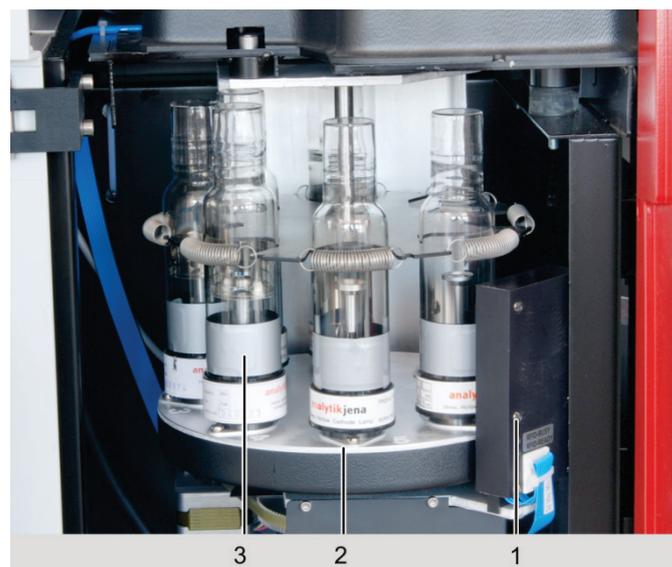
Die Positionen 5 bis 8 können auch mit Super-Hohlkathodenlampen bestückt werden. Die notwendige Versorgung für Booststrom und Heizung ist integriert und kann wahlweise auf eine der Positionen 5 bis 8 geschaltet werden. Wird eine Super-HKL als aktive Lampe benutzt, kann eine zweite Super-HKL nicht als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

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

Für die Bestückung des Lampenwechslers sind folgende Kombinationen denkbar:

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

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



- 1 Lesegerät für codierten Chip
- 2 Trägerplatte für 8 Lampen
- 3 Lampe mit codiertem Chip (Transponder)

Bild 18 Aufbau des Lampenwechslers

## 4 Installation und Inbetriebnahme

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

Jeder unbefugte Eingriff schränkt Gewährleistungsansprüche ein. Beachten Sie bitte bei der Installation und Inbetriebnahme Ihres Gerätes die Hinweise im Abschnitt "Sicherheitshinweise" S. 11. Die Einhaltung dieser Sicherheitshinweise ist die Voraussetzung für eine störungsfreie Installation und Funktion Ihres AAS-Messplatzes. Befolgen Sie stets alle Warnungen und Hinweise, die auf dem Gerät selbst angebracht sind oder vom Steuerprogramm des ZEEnit 700 P angezeigt werden.

Für störungsfreien Betrieb des ZEEnit 700 P sorgen Sie bitte dafür, dass die in Kapitel "Aufstellbedingungen" S. 43 beschriebenen Einsatzbedingungen stets eingehalten werden. Soll das ZEEnit 700 P umgesetzt werden, verfahren Sie bitte nach den Anweisungen im Kapitel "Transport und Lagerung" S. 109.

### 4.1 Aufstellbedingungen

Beim Aufstellen wird zeitweise eine Hilfskraft benötigt. Der Kundendienst testet das Gerät und dokumentiert den Test im Prüfprotokoll zum ZEEnit 700 P.

Der Betreiber ist verantwortlich für alles, was nicht unmittelbar zum Lieferumfang gehört, aber für das Betreiben des ZEEnit 700 P notwendig ist. Der Betrieb des ZEEnit 700 P setzt bestimmte örtliche und anlagetechnische Gegebenheiten voraus:

- geeigneter Aufstellort
- Platzbedarf
- Umgebungsbedingungen
- Versorgung mit Inertgas, Brenngas und Oxidans
- Absaugvorrichtung
- Anschluss an das elektrische Netz

Mögliche Gefahren bei der Arbeit mit dem ZEEnit 700 P sind:

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

#### 4.1.1 Umgebungsbedingungen

- ZEEnit 700 P im Innenraum nicht direkt an Tür oder Fenster aufstellen. Der Einsatzort des ZEEnit 700 P soll frei von Zugluft, Staub, ätzenden Dämpfen sowie Erschütterungen sein.

- ZEEnit 700 P nicht in Nähe elektromagnetischer Störquellen aufstellen.
- Direkte Einstrahlung von Sonnenlicht und Abstrahlung von Heizkörpern auf das ZEEnit 700 P vermeiden. In extremen Fällen für eine Raumklimatisierung sorgen.
- Für die Probenvorbereitung und die Aufbewahrung von nasschemischen Materialien wird ein separater Raum empfohlen.
- Im Betriebsraum des ZEEnit 700 P besteht Rauchverbot.

An die klimatischen Verhältnisse im Betriebsraum werden folgende Forderungen gestellt:

Temperaturbereich	+10 °C bis +35 °C
Luftfeuchte im Betrieb	Max. 90 % bei +30 °C
Transporttemperatur (Trockenmittel)	-40 °C bis +70 °C
Empfohlene max. Einsatzhöhe	2000 m

#### 4.1.2 Energieversorgung



##### WARNUNG

Netzanschluss beachten!

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

Das ZEEnit 700 P wird am Einphasen-Wechselstrom-Netz betrieben. Die Strombelastung kann bei maximaler Aufheizrate kurzzeitig (1 s) bis zu 85 A betragen. Während dieser Phase sollte die Netzspannung am ZEEnit 700 P nicht mehr als 6 % absinken. Bei Werten, die von diesen Angaben abweichen, bitten wir um Rücksprache. Passendes Zubehör kann geliefert werden.

Die optimale Funktion des Gerätes hängt entscheidend von einem ordnungsgemäßen Netzanschluss mit ausreichendem Leitungsquerschnitt ab. Der Netzanschluss ist gebäudeseitig mit 35 A träge abzusichern und muss vor Anlieferung des ZEEnit 700 P in der Nähe des Aufstellortes installiert sein. Das Gerätekabel ist 3 m lang. Die CEE-Aufputzdose (2polig + E Blau 5UR 3 206-2 220/32, Fa. Siemens) wird gemäß Liefervertrag bereitgestellt.

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

Die Komponenten wie PC, Monitor, Drucker und Hybridsystem, die miteinander kommunizieren, werden über die mitgelieferte 5fach-Verteilerleiste an die gleiche Phase wie das Grundgerät angeschlossen. Dafür wird die 5fach-Verteilerleiste an die Steckdose auf der Geräterückseite des ZEEnit 700 P gesteckt. Der Kompressor wird an eine davon getrennte Stromversorgung angeschlossen.

Nutzen Sie eine eigene PC-Drucker-Konfiguration und wird diese über die 5-fach-Steckdosenleiste angeschlossen, beachten Sie bitte den Grenzwert des zulässigen Arbeitsstromes (5 mA gesamt mit Zusatzgeräten). Um plötzliche Spannungsschwankungen zu vermeiden, schließen Sie das ZEEnit 700 P nicht an Stromkreise mit anderen leistungsintensiven Verbrauchern an.

## Anschaltbedingungen

Spannung	230 V ~
Frequenz	50/60 Hz
Mittlere typische Leistungsaufnahme	2100 VA
Maximale Stromaufnahme	85 A über 1 s bzw. 52 A über 8 s
Absicherung (netzseitig)	35 A, Schmelzsicherung, träge, einphasig Keine Sicherungsautomaten verwenden!
Leistungsaufnahme des Hydridsystems	650 VA während des Aufheizens der Küvette 400 VA im Dauerbetrieb

## 4.1.3 Gasversorgung

**WARNUNG**

Explosionsgefahr durch austretendes Acetylen! Gefahr der Entstehung einer sauerstoffarmen Atmosphäre durch austretendes Gas!

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

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

## Gase in der Graphitrohrtechnik

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

Durch das zusätzliche Einleiten eines Additions-gases während des Pyrolyseschrittes (beispielsweise Luft) kann die Veraschung der Probe und damit die Abtrennung der Matrixbestandteile beschleunigt werden. Das Additions-gas wird über den Anschluss „Gas Additional“ auf der Geräterückseite zugeführt

Der Gasdruck zum Spektrometer muss 600 bis 700 kPa betragen.

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

## Übersicht 3 Gase in der Graphitrohrtechnik

Empfohlenes Inertgas	Eingangsdruck	Verbrauch
Argon 4,8 oder besser	600 ... 700 kPa	max. 2 L/min
Zulässige Bestandteile:		(abhängig vom Temperatur-Zeit-Programm)
Sauerstoff ≤ 3 ppm		
Stickstoff ≤ 10 ppm		
Kohlenwasserstoffe ≤ 0,5 ppm		
Feuchte ≤ 5 ppm		

Gase in der Flammentechnik

Für den Flammen-Betrieb sind Oxidans (Druckluft und gegebenenfalls auch N<sub>2</sub>O) sowie Acetylen als Brenngas erforderlich. Die Reinheit der Gase ist von entscheidender Bedeutung in der Analytik. Die Analytik Jena bietet als Zubehör für die Druckluftversorgung einen Kolbenkompressor an. Wird die Druckluftversorgung über einen hausinternen Druckluftanschluss vorgenommen, nehmen Sie bitte Rücksprache mit dem Service der Analytik Jena. Die N<sub>2</sub>O-Versorgung erfolgt über Druckgasflaschen oder eine Hausleitung.

Die Druckschläuche werden mitgeliefert. Die Druckreduzierventile sind optional.

Schlauchlänge bei Flaschenanschluss 5 m

Schlauchlänge für Kompressor 5 m

Auf Wunsch ist es möglich, andere Schlauchlängen anzuschließen. Nehmen Sie bitte Rücksprache mit dem Service der Analytik Jena.

Übersicht 4 Gase Flammentechnik

Brenngas und Oxidans	Eingangsdruck	Verbrauch
Druckluft, ölfrei, fettfrei, partikelfrei	400 ... 600 kPa	max. 775 NL/h
N <sub>2</sub> O, ölfrei, fettfrei, Reinheit 2.5	400 ... 600 kPa	max. 620 NL/h
Acetylen Reinheit ≥2.5 (für Flammenphotometrie bzw. Analytik): besser als 99,5 Vol% bezogen auf C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> , ohne Aceton, Nebenbestandteile: Wasserstoffverbindungen von As, S und P	80 ... 160 kPa	max. 315 NL/h

#### 4.1.4 Absaugvorrichtung



### VORSICHT

Vergiftungsgefahr durch auftretende Gase!

Vor Anschalten des ZEEnit 700 P die Absaugeinrichtung einschalten. Abluft aus dem Labor ableiten und Rückstau vermeiden!

Korrekte Absaugung wird nur durch zwei Abzugshauben, die direkt über den Probenräumen installiert sind, oder durch eine schwenkbare Abzugshaube erreicht.

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

Übersicht 5 Anforderungen an die Absaugvorrichtung

Parameter	Eigenschaften
Material	V2A
Absaugleistung für Lachgasflamme	ca. 8 ... 10 m <sup>3</sup> /min
Absaugleistung für Luftflamme	ca. 5 m <sup>3</sup> /min
Absaugleistung für Graphitrohr	ca. 1 m <sup>3</sup> /min

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

#### 4.1.5 Wasserkühlung

Der Graphitrohrföfen des ZEEnit 700 P wird über einen Kühlkreislauf vom mobilen Kühlaggregat KM 5 gekühlt. Beachten Sie die Hinweise in der Bedienungsanleitung des mobilen Kühlaggregats KM 5.

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

Übersicht 6      Anschlüsse am Kühlaggregat KM 5

Parameter	Eigenschaften
Länge der Wasserschläuche	2,0 m
Länge des Stromkabels	2,7 m
Länge der Steuerleitung	2,0 m
Wasservorlauf	300 kPa; 3 L/min

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

#### 4.1.6 Geräteanordnung und Platzbedarf

Das ZEEnit 700 P ist ein Kompaktgerät, das als Tischgerät konzipiert wurde. Der Platzbedarf ergibt sich aus allen Komponenten des Messplatzes.

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

Die Probengeber für den Flammenbetrieb AS-F oder AS-FD werden in den rechten Probenraum des ZEEnit 700 P eingehängt. Das Fluidik-Modul des AS-FD bzw. die Vorratsflasche für Spülflüssigkeit des AS-F werden neben dem AAS-Gerät platziert.

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

Das Zubehör für die Hg-/Hydrid-Technik wird entweder auf einem großen Tablett oder auf einem zusätzlichen Tisch links vor dem ZEEnit 700 P platziert (HS 55 und HS 60 modular) oder in den Probenraum eingehängt (HS 50).

In unmittelbarer Nähe des Gerätes finden auf dem Fußboden Platz:

- die Auffangflasche für unzerstäubte Probenflüssigkeit, Spülflüssigkeit der Autosampler und Restflüssigkeit des Hg-/Hydridsystems
- der Kompressor

- das mobile Kühlaggregat KM 5. Das KM 5 muss mit mindestens 15 cm Freiraum nach beiden Seiten aufgestellt werden, um optimale Luftzirkulation für den Kühlluftzufluss und -abfluss zu sichern.

Übersicht 7 Abmessungen und Gewichte der Komponenten des ZEEnit 700 P

Komponente	Breite [mm]	Höhe [mm]	Tiefe [mm]	Gewicht [kg]
Auf dem Arbeitstisch				
ZEEnit 700 P	1180	650	735	225
AS-GF	250	550	380	7,2
AS-F	340	350	460	6,5
AS-FD				
Probengeber	340	350	460	6,5
Fluidik-Modul	360	310	165	3,5
HS 60 modular	360	370	240	14
HS 55 modular	360	370	240	14
HS 50	270	210	190	2
SSA 6	260	90	260	1
SSA 600	300	370	500	10
Unter dem Arbeitstisch				
Kompressor	∅ 400	490		27
Mobiles Kühlaggregat KM 5	300	600	500	32

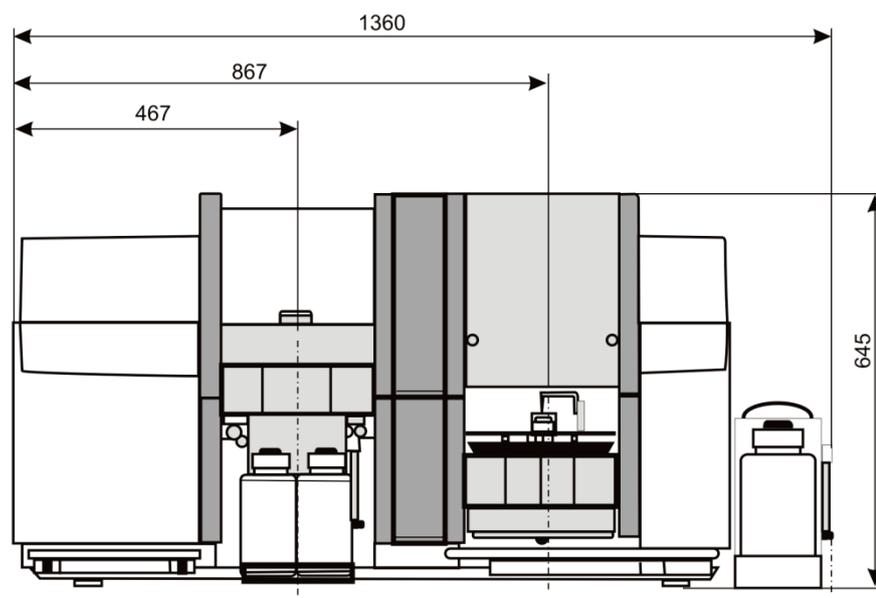


Bild 19 Maße ZEEnit 700 P vorn

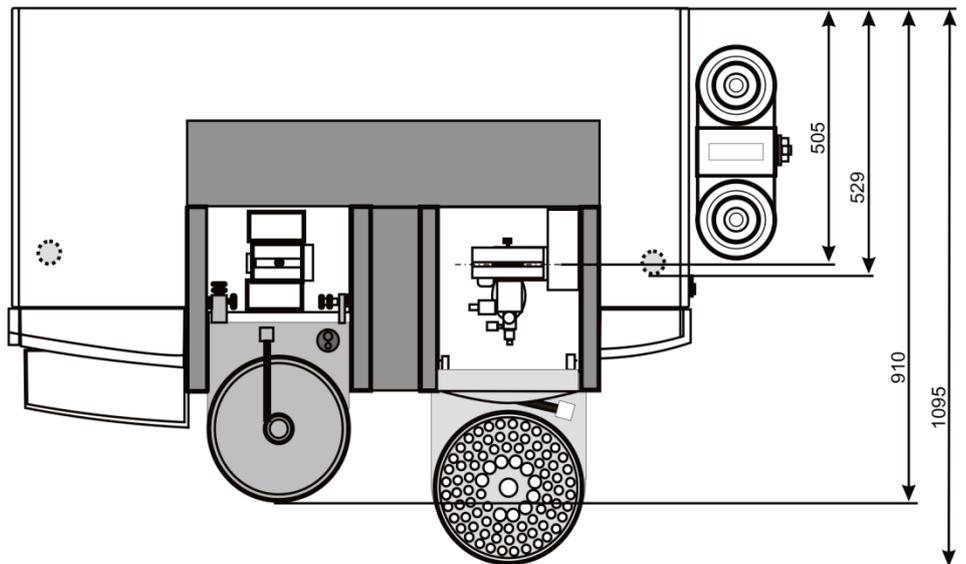


Bild 20 Maße ZEEnit 700 P - Draufsicht

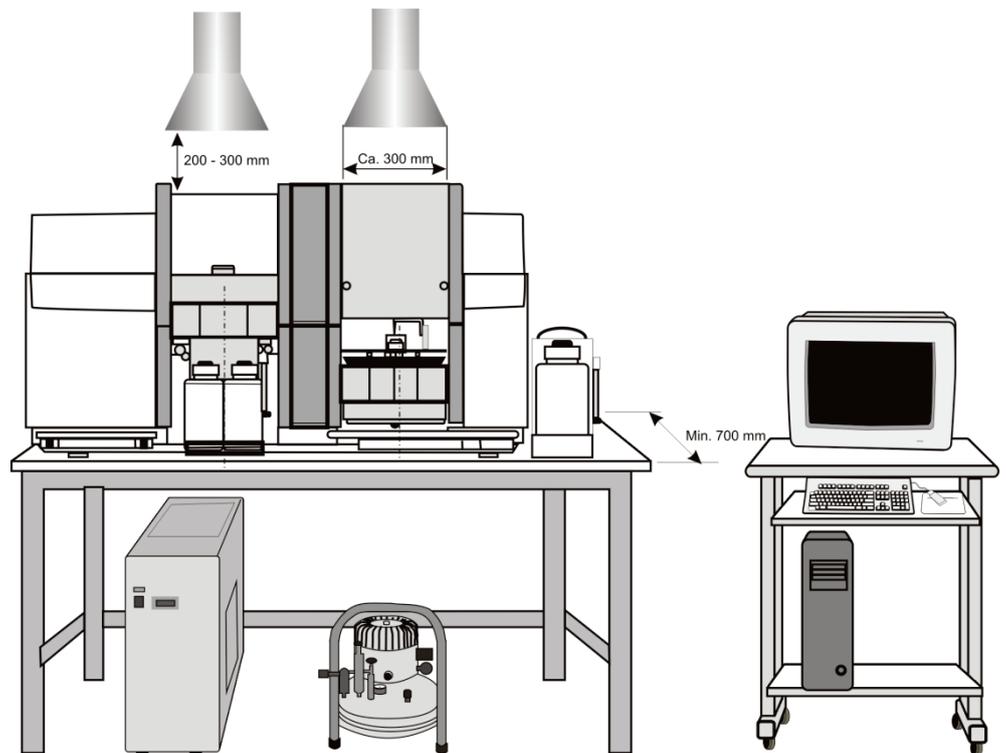


Bild 21 Aufstellskizze ZEEnit 700 P

## 4.2 Versorgungs- und Steueranschlüsse

Die Versorgungsleitungen werden bei der Aufstellung des ZEEnit 700 P durch den Kundendienst der Analytik Jena angeschlossen.

Der Netzschalter befindet sich auf der rechten Seite des ZEEnit 700 P. Ebenfalls auf der rechten Seite sind leicht zugänglich die Anschlüsse für PC und Zubehör angeordnet. Die Medienanschlüsse für Gas, Wasser und Strom sowie die Sicherungen befinden sich auf der Rückseite.

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



Bild 22 Netzschalter und Leiste für Versorgungs- und Steueranschlüsse

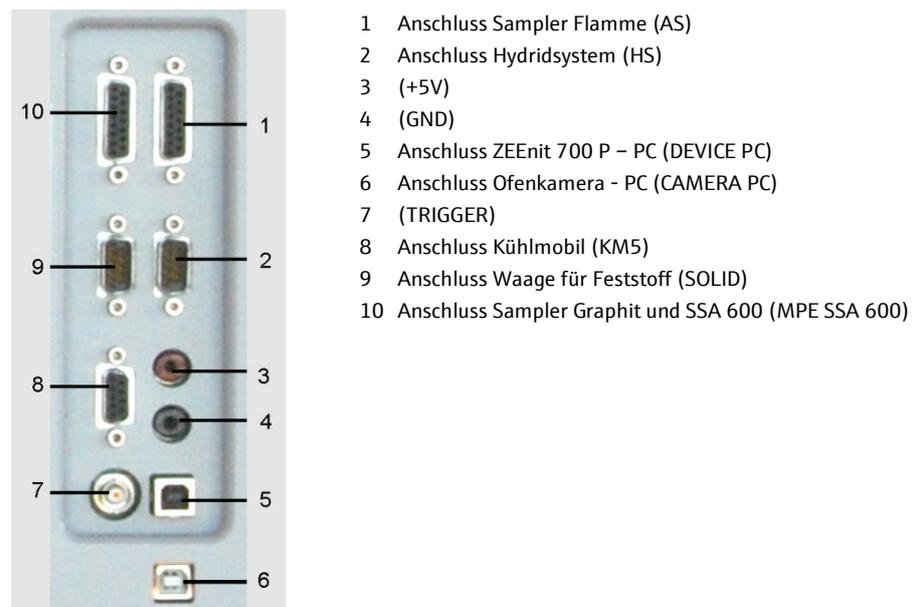


Bild 23 Leiste für Versorgungs- und Steueranschlüsse

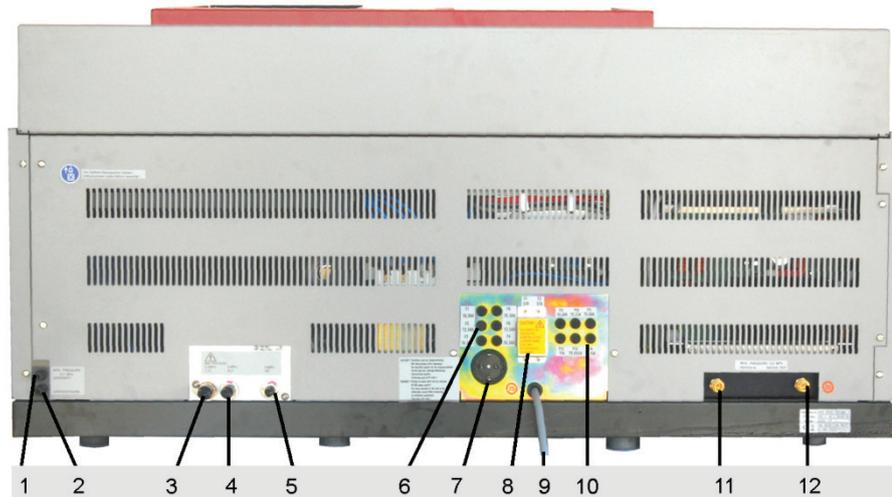


Bild 24 Rückansicht mit Anschlüssen für die Gas, Strom, Wasser

- |   |  |
|---|--|
| 1 Anschluss Inertgas                                  | 7 Netzanschluss für Zubehör (5fach-Steckdosenleiste) |
| 2 Anschluss Additionsgas                              | 8 Sicherungen F1, F2                                 |
| 3 Anschluss Brenngas (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> ) | 9 Netzanschlussleitung für ZEEnit 700 P              |
| 4 Anschluss Lachgas (N <sub>2</sub> O)                | 10 Sicherungen F9 ... F14                            |
| 5 Anschluss Luft                                      | 11 Kühlwasserzulauf "Water in"                       |
| 6 Sicherungen F3 ... F8                               | 12 Kühlwasserrücklauf "Water out"                    |

### 4.3 Transportsicherung entfernen



#### BEACHTEN

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



1 Transportsicherung

Bild 25 Transportsicherung am ZEEnit 700 P

1. Klemmstücke für Gerätehaube an der linken und rechten Seitenwand abschrauben (3, 4 in Bild 22).
2. Gerätehaube abnehmen.
3. Die rot markierte Transportsicherung aus dem Gitterhebel heraus-schrauben.

4. Gerätehaube aufsetzen und an der linken und rechten Seitenwand mit Klemmstücken befestigen.

## 4.4 Das ZEEnit 700 P aufstellen

### Hilfsmittel

- 4 Stopfen, Kunststoff
- Maulschlüssel 19 mm (im Lieferumfang)

### Arbeitsschritte

1. Vier Tragegriffe herausschrauben und aufbewahren.
2. Öffnungen mit Stopfen verschließen.
3. Gasversorgung installieren:
  - Gasanschluss Acetylen mit Maulschlüssel 19 mm festziehen. Linksgewinde!
  - Argonschlauch auf Schlauchverschraubung befestigen.
  - Luftschlauch auf Schlauchverschraubung arretieren.
  - Lachgasschlauch auf Schlauchverschraubung befestigen.
4. Gasanschlüsse auf Dichtheit prüfen (→ Abschnitt "Versorgungs- und Steueranschlüsse" S. 50).
5. Kühlmobil KM5 installieren (→ Abschnitt "Mobiles Kühlaggregat KM 5 installieren" S. 52).
6. ZEEnit 700 P elektrisch anschließen (→ Abschnitt "Energieversorgung" S. 44).
7. PC und ZEEnit 700 P mit USB-Kabel verbinden (5 in Bild 23).
8. Weitere Arbeitsschritte:
  - Software ASpect LS installieren.
  - ZEEnit 700 P nach der gewünschten Atomisierungstechnik komplettieren.

## 4.5 Mobiles Kühlaggregat KM 5 installieren

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

1. Mobiles Kühlaggregat KM 5 füllen (siehe Abschnitt "Mobiles Kühlaggregat KM 5" S. 106).
2. Kühlkreislauf herstellen: Schlauchstecker an ZEEnit 700 P und KM 5 stecken.  
Am KM5 (unten): „Wasservorlauf“ ► Am ZEEnit 700 P: „IN“  
Am KM5 (oben): „Wasserrücklauf“ ► Am ZEEnit 700 P: „OUT“
3. Steuerleitung des KM 5 am gekennzeichneten Stecker an der rechten Seitenwand des ZEEnit 700 P anschließen (siehe Bild 24).  
**Hinweis:** Die Service-Taste des KM 5 bleibt auf „AUS“, d. h. die grüne Betriebslampe leuchtet nicht. Nur so kann das mobile Kühlaggregat von der Steuersoftware des ZEEnit 700 P gesteuert werden.
4. Kühlkreislauf entlüften (→ Abschnitt "Mobiles Kühlaggregat KM 5" S.106).

## 4.6 Installation und Start des Programms ASpect LS

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

## 4.7 Bestückung des 8fach-Lampenwechslers und Lampenjustierung



### WARNUNG

Gefahr von Augen- und Hautschäden durch UV-Strahlung! HKL und D<sub>2</sub>-HKL senden Strahlung im UV-Bereich aus.

Vor Öffnen der Lampenraumtür Lampen über die Steuer- und Auswertesoftware ASpect LS ausschalten: Im Fenster SPEKTROMETER / KONTROLLE im Bereich OPTISCHE PARAMETER Lampenstrom in [mA] auf null setzen. In der Dropdown-Liste UNTERGRUNDKORREKTUR die Option KEIN UNTERGRUND auswählen. Auf [EINSTELLEN] klicken. Fehlermeldung verneinen.



### VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Vor dem Lampenwechsel Lampen abkühlen lassen.



### BEACHTEN

Gefahr von Lampenschäden!

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

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

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



Bild 26 Aufbau des Lampenwechslers

- |                          |  |
|--------------------------|--|
| 1 Hohlkathodenlampe      | 4 Position des Lampenwechslers zum Ein- und Ausbau der HKL |
| 2 Zugfeder               | 5 Sockelplatte mit Lampenfassung                           |
| 3 Auflageprismen für HKL |  |

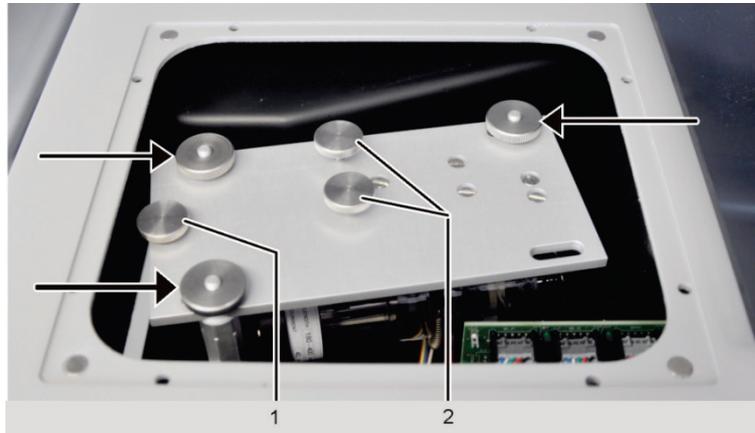
#### 4.7.1 Hohlkathodenlampe ein- und ausbauen

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

#### 4.7.2 Deuterium-Hohlkathodenlampe aus- und einbauen

1. Lampe über die Software ausschalten.
2. Abdeckplatte zum D2HKL-Halter von der Gerätehaube abnehmen.
3. Die drei Befestigungsmuttern (Pfeile in Bild 27) abschrauben und den Lampenhalter abnehmen.
4. Sicherungsschraube (6 in Bild 28) herausschrauben. Die Lampenfassung von der Lampe abziehen.
5. Lampe vorsichtig unter der Spannfeder (1 in Bild 28) herausziehen.
6. Neue Lampe vorsichtig unter die Spannfeder stecken und bis Anschlag (2 in Bild 28) schieben. **Hinweis:** Lampenfenster nicht berühren!
7. Fassung auf Lampe stecken. Sicherungsschraube einschrauben.

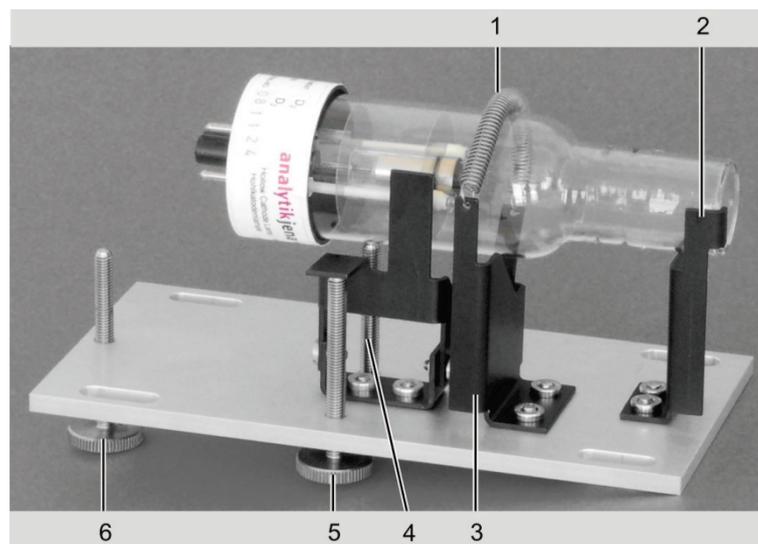
8. Lampenachse parallel zur Platte des Halters justieren (Augenmaß): Mit den langen Feinjustierschrauben die Lage der Lampe (4, 5 in Bild 28) verändern.
9. Halter aufsetzen und Befestigungsmuttern lose anschrauben. Sie werden erst nach der Justierung fingerfest angezogen.



**Bild 27** D2HKL-Halter, im Lampenraum eingebaut

Pfeile Befestigungsmuttern des Lampenhalters

- 1 Sicherungsschraube für Lampensteckfassung
- 2 Justierschrauben



**Bild 28** D2HKL mit Halter, aus Lampenraum ausgebaut und abgelegt

- |   |            |      |   |
|---|------------|------|---|
| 1 | Spannfeder | 4; 5 | Feinjustierschrauben                      |
| 2 | Anschlag   | 6    | Sicherungsschraube für Lampensteckfassung |
| 3 | Auflage    |      |   |

### 4.7.3 Lampenwechsler in ASpect LS einrichten

Codierte Lampen

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

Uncodierte Lampen



#### BEACHTEN

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

1. Mit dem Symbol das Fenster SPEKTROMETER aufrufen und auf die Karte KONTROLLE wechseln.
2. Mit Schaltfläche [LAMPENWECHSLER] das gleichnamige Fenster öffnen.
3. Die Position des Lampenwechslers in der Tabelle markieren, welche mit einer Lampe bestückt bzw. deren Bestückung geändert werden soll.
4. Mit [ÄNDERN] das Fenster LAMPE/ELEMENT AUSWÄHLEN öffnen.

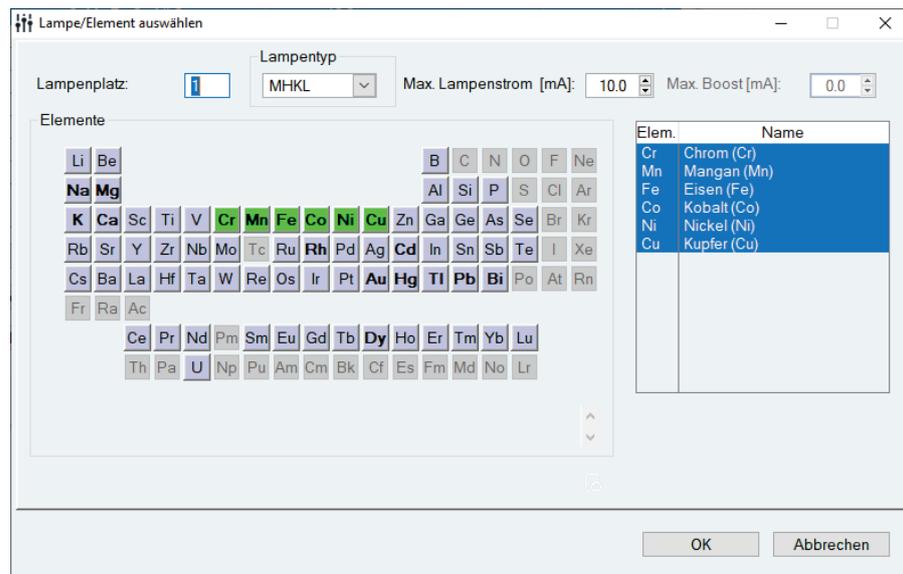


Bild 29 Fenster Lampe/Element auswählen

5. Folgende Werte eingeben:

Pos.	Zeigt Position im Lampenwechsler an. Kann nicht in diesem Fenster editiert werden.
Typ	Auswahl des Lampentyps. Diese Auswahl richtet sich nach der Lampenposition und der dort möglichen Lampentypen. S-HKL und S-MHKL sind nur auf den Positionen 5 bis 8 verfügbar. KEINE Position enthält keine Lampe. HKL Einelement-Hohlkatodenlampe M-HKL Mehrelement-Hohlkatodenlampe S-HKL Superhohlkatodenlampe mit einem Element S-MHKL Superhohlkatodenlampe mit mehreren Elementen

STROM	Maximalen Lampenstrom einstellen.
BOOST	Nur bei S-HKL und S-MHKL Maximalen Booststrom einstellen.
PERIODEN- SYSTEM	Mit Mausclick auf das Elementsymbol im Periodensystem Lampen- element auswählen: <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Blaue Schaltflächen kennzeichnen wählbare Elemente. Graue (in-aktive) Schaltflächen markieren Elemente, die mit AAS-Technik nicht analysierbar sind. Grüne Elementschaltflächen Symbole bezeichnen ausgewählten Elemente.</li> <li>▪ Bei M-HKL und S-MHKL können mehrere Elemente angeklickt werden. Ein erneuter Klick auf ein Elementsymbol annulliert die Auswahl. Ausgewählte Elemente werden in der nebenstehenden Tabelle angezeigt.</li> </ul>

6. Mit [OK] das Fenster LAMPE/ELEMENT AUSWÄHLEN verlassen und in das Fenster LAMPENWECHSLER zurückkehren.
  - ✓ Die Lampenspezifikation wird in die Tabelle des Fensters LAMPENWECHSLER eingetragen.

#### 4.7.4 Lampen justieren

Die Feinjustierung der Lampen wird in der Regel nur einmal nach Neuinstallation der Lampe vorgenommen.

Maximierung der  
Lampenlebensdauer

Die Lampenlebensdauer ist stark vom eingestellten Lampenstrom abhängig. Der empfohlene Betriebsstrom variiert von Lampentyp zu Lampentyp. Beachten Sie bei nachfolgender Einstellung die im Kochbuch der ASpect LS-Software gegebenen Hinweise, die eigenständigen Betriebsanleitungen der Analytik Jena zu den verschiedenen Lampen sowie die mit der Lampe mitgelieferten Informationen.

Linienstrahler

1. Mit dem Symbol  das Fenster SPEKTROMETER aufrufen und auf die Karte KONTROLLE wechseln.
2. Mit Schaltfläche [LAMPENWECHSLER] das gleichnamige Fenster öffnen.

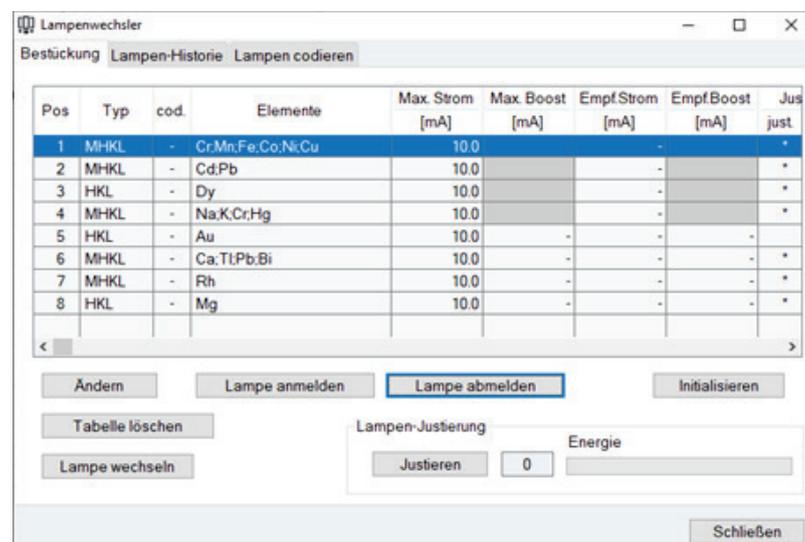


Bild 30 Fenster Lampenwechsler

3. Zu justierende Lampe in der Tabelle markieren.
4. Schaltfläche [JUSTIEREN] betätigen.

Deuterium-  
Hohlkathodenlampe

Die Lampe wird automatisch auf einem Kreisbogen justiert. Während der Justierung wird die Energie als BLAUER Balken im Bereich Lampenjustierung angezeigt.

1. Mit dem Symbol  das Fenster SPEKTROMETER aufrufen und auf die Karte KONTROLLE wechseln.
2. In der Auswahlliste UNTERGRUNDKORREKTUR die Option NUR D2HKL-UNTERGRUND wählen.
3. Spektrometerparameter mit [EINSTELLEN] anfahren.
4. Auf die Karte ENERGIE wechseln.

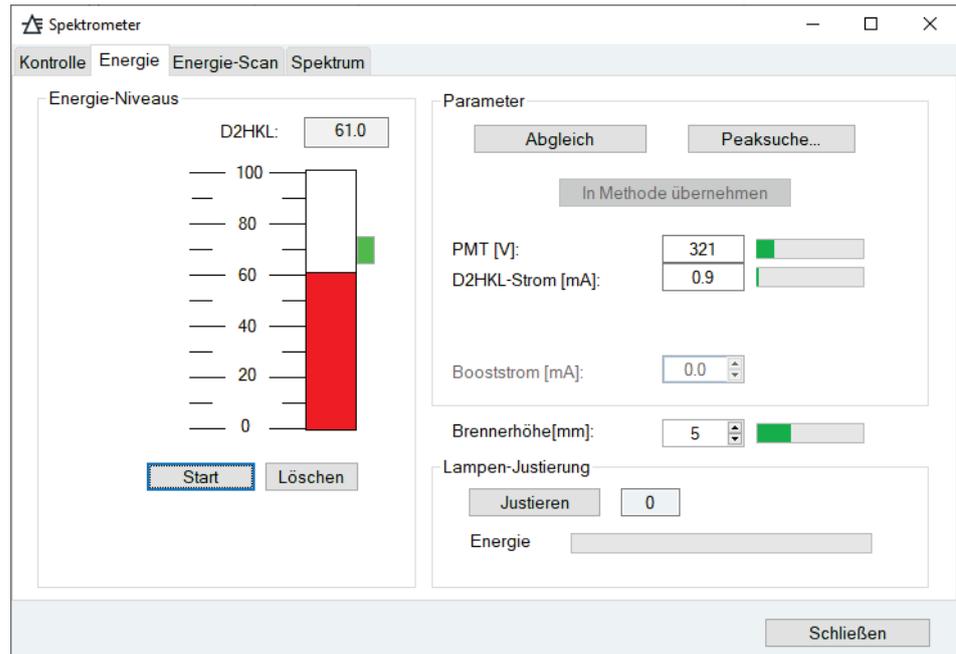


Bild 31 Fenster Spektrometer - Energie

5. Mit Schaltfläche [ABGLEICH] Spannung für den Photomultiplier PMT und den D2HKL-Strom abgleichen mit dem Ziel, das Energieniveau auf 65 bis 75 % einzustellen.
6. Mit Schaltfläche [START] Energiemessung beginnen  
Das Energie-Niveau (roter Balken) auf einen maximalen Wert einstellen:  
**Hinweis:** Die grünen Balken kennzeichnen das zuletzt erreichte Maximum und können mit der Schaltfläche [LÖSCHEN] gelöscht werden.
  - Durch Fokusverstellung: Lampenhalter in Achsrichtung von Hand leicht verschieben, dann die Feststellschrauben festziehen.
  - Durch Achsenjustierung: Feinjustierschrauben (2 in Bild 27 S. 55) verstellen.
7. Abhängig von eventuellen Fehleranzeigen bzw. dem D2-Strom fortfahren:
  - Weist eine Fehleranzeige zu wenig Energie für die D<sub>2</sub>-HKL aus, zuerst den D2-Strom kontrollieren. Steht er nach der Regelung nicht auf 35 mA, den Wert 35 mA eingeben und mit Schaltfläche [ABGLEICH] die Regelung wiederholen.
  - Steht der D2-Strom schon auf 35 mA, die BC-Verstärkung um eine Stufe (Stufen von 0 bis 4) erhöhen und mit Schaltfläche [ABGLEICH] die Regelung wiederholen.
  - Weist eine Fehleranzeige zu viel Energie für die D<sub>2</sub>-HKL aus (zu wenig Energie für die HKL), die HC-Verstärkung um eine Stufe (Stufen von 0 bis 4) erhöhen und mit Schaltfläche [ABGLEICH] die Regelung wiederholen.

## 4.8 Graphitrohrtechnik

### 4.8.1 Anschlüsse im Probenraum für Graphitrohrtechnik



Bild 32 Elemente im Probenraum für Graphitrohrtechnik

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

Der Graphitrohrfen ist ab Werk justiert. Die Anschlüsse für Gas und Kühlwasser sind fest am Graphitrohrfen installiert. Unter dem Ofen befindet sich hinter der Abdeckung der Lüfter für den Hochstromtransformator.

### 4.8.2 Voreinstellungen in der Software zur Graphitrohrtechnik

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

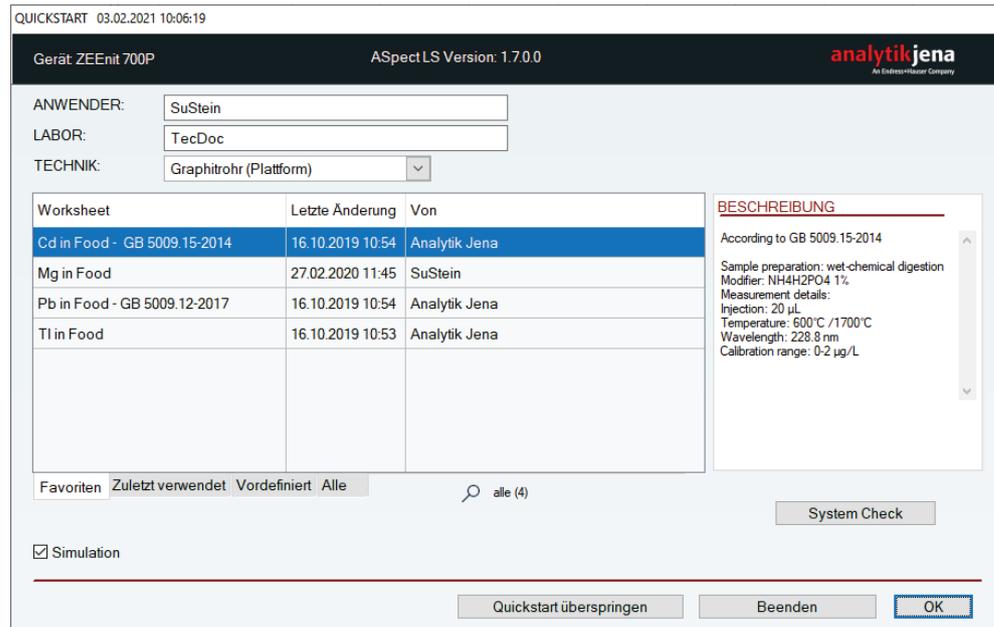


Bild 33 Vorschaltbild von ASpect LS mit Einstellungen zum Graphitrohr

### 4.8.3 Graphitrohr in den Graphitrohröfen einsetzen

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



#### BEACHTEN

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

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

Graphitrohr in den Graphitrohröfen einsetzen

1. Graphitrohröfen öffnen:

- Mit Schaltfläche  das Fenster OFEN – KONTROLLE öffnen.
- Schaltfläche [OFEN ÖFFNEN] betätigen.

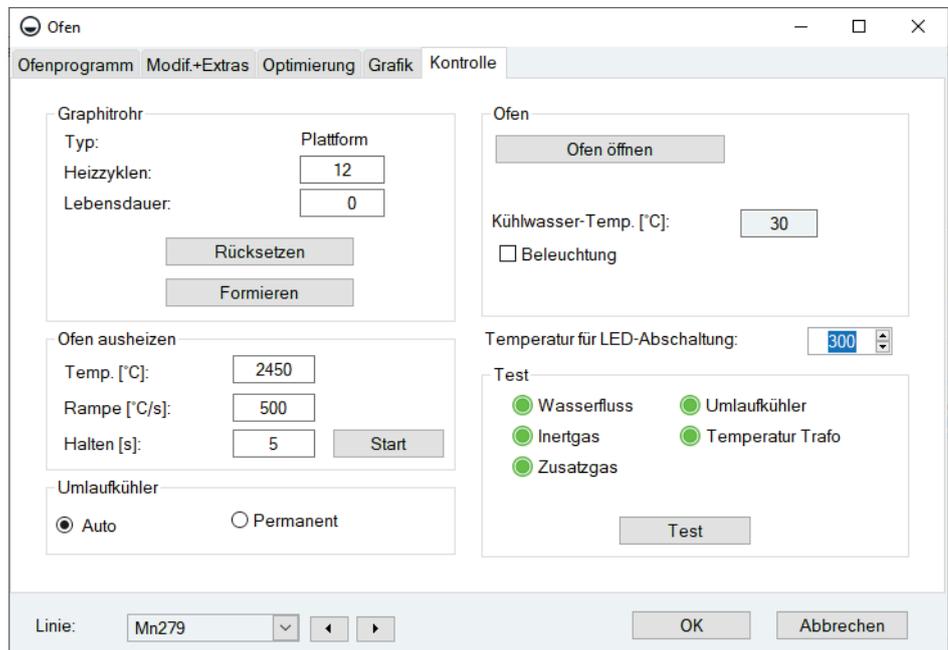
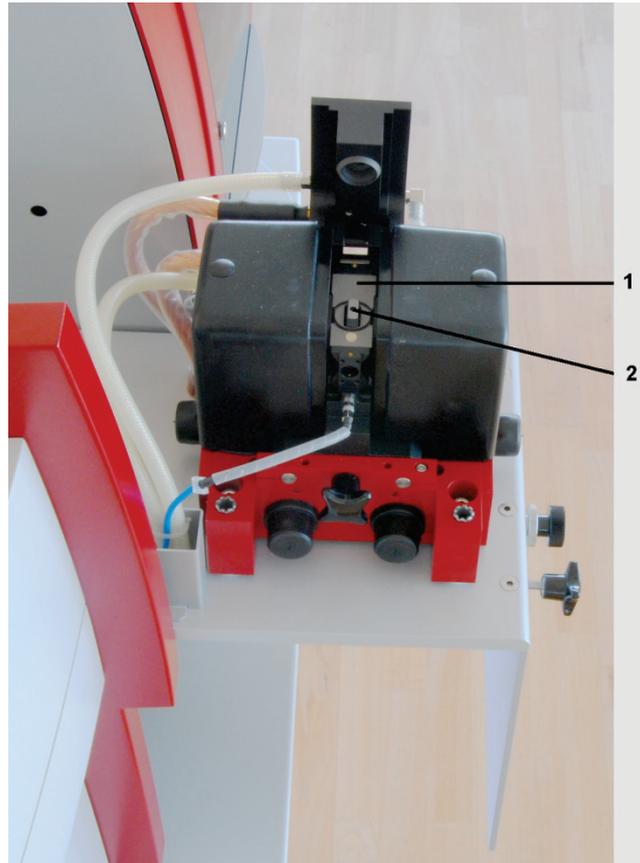


Bild 34 Fenster Ofen - Kontrolle

2. Bei Bedarf Ofenmantel und Elektroden reinigen (→ Abschnitt "Graphitrohröfen warten" S. 82).
3. Graphitrohr mit einer Pinzette oder von Hand, mit Zellstoff geschützt, so in den Graphitrohröfen einsetzen, dass es locker auf den Auflagen des Ofenmantels liegt und die Pipettieröffnung nach oben zeigt.  
Beim Graphitrohr für Feststoffanalytik ohne Pipettieröffnung gibt es keine Vorzugsrichtung.
4. Graphitrohröfen schließen mit Schaltfläche [OFEN SCHLIEßEN].
5. Im Bereich GRAPHITROHR die Parameter HEIZZYKLEN und LEBENSDAUER des eingesetzten Graphitrohres eingeben.
6. Graphitrohr formieren. Die Schaltfläche [FORMIEREN] betätigen (→ Abschnitt "Graphitrohr formieren" S. 63).



- 1 Ofenmantel
- 2 Graphitrohr, eingesetzt

Bild 35 Graphitrohrföfen geöffnert mit eingesetztem Graphitrohr

Graphitrohr aus Graphitrohrföfen entnehmen



### VORSICHT

Verbrennungsgefahr!

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



### BEACHTEN

Das Graphitrohr nie mit bloßen Fingern berühren!

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

1. Graphitrohrföfen mit Schaltfläche [OFEN ÖFFNEN] öffnen.
2. Graphitrohr mit einer Titanpinzette entnehmen, bei Entnahme von Hand Zellstoff benutzen.
3. Neues Graphitrohr einsetzen (siehe oben) und/oder Graphitrohrföfen schließen.

#### 4.8.4 Graphitrohr formieren

Mit dem Formieren des Graphitrohrs wird

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

Der Ofen muss jeweils formiert werden:

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

Das ablaufende Formierungsprogramm enthält neun fest programmierte Temperaturstufen.

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

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

1. Mit Schaltfläche  das Fenster OFEN – KONTROLLE öffnen (→ Bild 34 S. 61).
2. Im Fenster OFEN - KONTROLLE spezifische Daten zum aktuellen Graphitrohr eingeben:

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

3. Schaltfläche [FORMIEREN] betätigen.

### 4.8.5 Graphitrohr reinigen/ausheizen

1. Mit Schaltfläche  das Fenster OFEN – KONTROLLE öffnen (→ Bild 34 S. 61).
2. Im Bereich OFEN AUSHEIZEN folgende Parameter einstellen:

TEMP.[°C]	Während des Ausheizens zu erreichende Endtemperatur. Die Endtemperatur sollte ca. 50 °C höher sein als die vorherige Atomisierungstemperatur.
RAMPE [°C/s]	Aufheizrate
HALTEN [s]	Haltezeit einstellen

3. Ausheizen mit der Schaltfläche [START] im Bereich OFEN AUSHEIZEN starten. Das Ausheizen kann mehrfach wiederholt werden, gegebenenfalls mit höherer Temperatur wiederholen.

Iridium beschichtetes Graphitrohr ausheizen/abdampfen (HydrEA-Technik)

Folgendes Temperaturprogramm ist beim Iridium beschichteten Graphitrohr zu verwenden (siehe auch Betriebsanleitung des Zubehörs):

	Ausheizen	Abdampfen
TEMP. [°C]	2200 °C	2600 °C bzw. mehr
RAMPE [°C/s]	500 °C/s	500 °C/s
HALTEN [s]	10 s	10 s Haltezeit nicht höher wählen, da sonst der Ofen übermäßig belastet wird.

Das Ausheizen bzw. Abdampfen kann mehrmals wiederholt werden.

## 4.9 Probengeber AS-GF

### 4.9.1 Probengeber komplettieren und installieren



#### BEACHTEN

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

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

Wählen Sie einen sicheren Standort für die Komplettierung des AS-GF aus. Das Gerät kann leicht kippen.

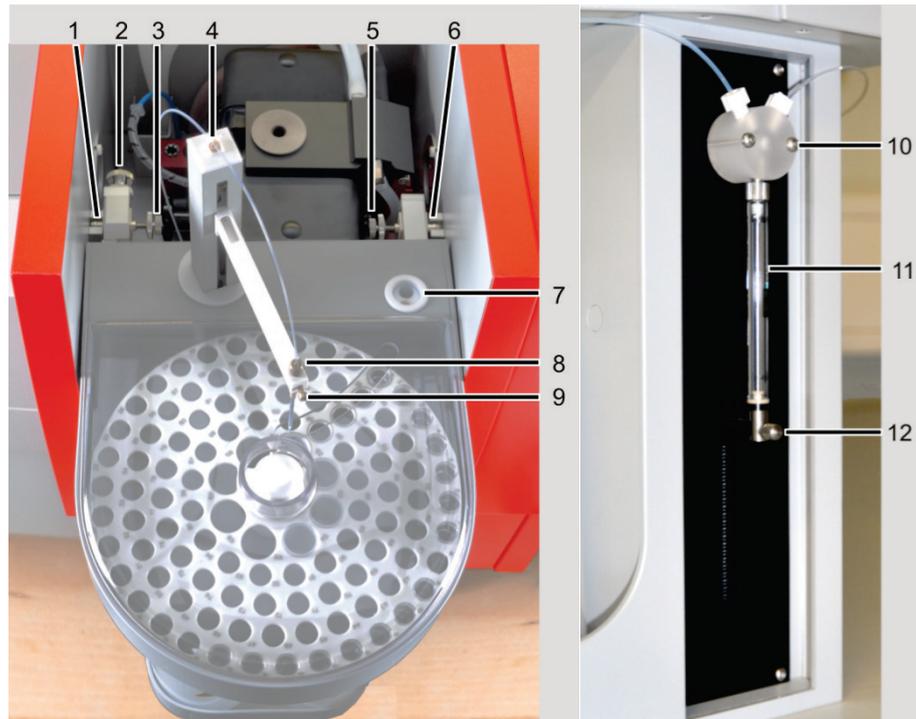


Bild 36 AS-GF installieren

- |  |                                   |
|--|-----------------------------------|
| 1 Linke Aufnahme im Probenraum         | 7 Spülgefäß                       |
| 2 Justierschraube 1 (für Y-Koordinate) | 8 Schlauchführung mit Klemmmutter |
| 3 Justierschraube 2 (für X-Koordinate) | 9 Arretierungsschraube            |
| 4 Schlauchhalter                       | 10 T-Ventil des Dosierers         |
| 5 Justierschraube 3 (für X-Koordinate) | 11 Dosierspritze                  |
| 6 Rechte Aufnahme im Probenraum        | 12 Klemmschraube für Kolbenstange |

- Das ZEEnit 700 P vor der Installation des AS-GF ausschalten!
- Schlauchführung (8 in Bild 36) am Probengeberarm des AS-GF installieren und mit der Arretierungsschraube befestigen.
- Dosierschlauch handfest in die rechte Öffnung des T-Ventils (10 Bild 36) am Dosierer schrauben. Dosierschlauch durch die Schlauchhalter auf der Rückseite des Probengebers und auf dem Probengeberarm fädeln. Dosierschlauch in die Schlauchführung (8 in Bild 36) einführen, bis das Schlauchende etwa 8 mm unten aus der Schlauchführung herausragt, Schlauch mit Klemmmutter befestigen.
- Steuerleitung in Buchse an Rückseite des AS-GF stecken und arretieren.  
Den AS-GF in die Aufnahmen des Probenraumes einhängen (1 und 6 in Bild 36). Mit Wasserwaage prüfen, ob Probengeber waagrecht hängt, ggf. Probengeber mit tiefenverstellbarem Anschlag im Probenraum ausrichten (4 in Bild 32 S. 59).
- Bei Bedarf AS-GF zum Ofen ausrichten (Grobjustierung):  
Probengeberarm manuell über die Dosieröffnung im Graphitrohr schwenken. Sollte der Dosierschlauch nicht die Öffnung treffen, muss die Einhängung des Probengebers nach vorn bzw. hinten verschoben werden. Dafür Probengeber aus dem Probenraum aushängen. Linke und rechte Einhängung mit Hilfe von Justierschraube 1 und der Stellschraube (2 und 4 in Bild 37) verschieben. Probengeber wieder einhängen.

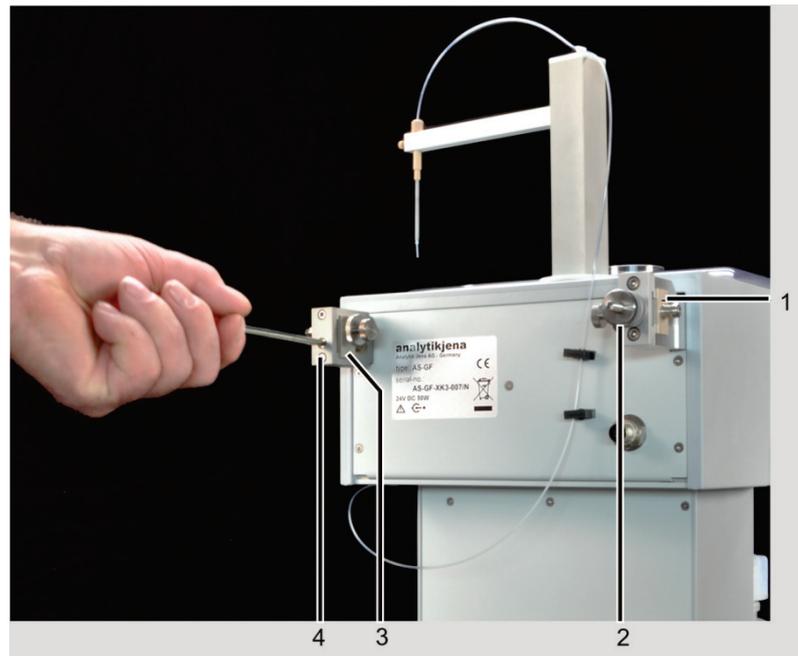


Bild 37 AS-GF mit Stellschraube und Justierschraube 1 zum Ofen ausrichten

- |                                    |                                     |
|------------------------------------|-------------------------------------|
| 1 Gleitstein mit linker Einhängung | 3 Gleitstein mit rechter Einhängung |
| 2 Justierschraube 1                | 4 Stellschraube                     |

6. Steuerleitung in Buchse an der Anschlussleiste des AAS-Gerätes auf der hinteren rechten Seite stecken (10 in Bild 23 S. 50).
7. Den Probenteller auf die Achse des AS-GF aufsetzen und einrasten.
8. Probenabdeckung so aufsetzen, dass sie in der Führungsschiene sitzt.
9. Computer und ZEEnit 700 P einschalten, Initialisierungsschritte abwarten, Software ASpect LS starten.
10. Gegebenenfalls Dosierspritze am Dosierer montieren (→ Abschnitt "Dosierspritze wechseln" S. 102).
11. Feinausrichtung des Probengebers durchführen (→ Abschnitt "AS-GF justieren" S. 67).

Probengeber für HydrEA-Technik vorbereiten

Vor Installation der HydrEA-Technik muss das Graphitrohr mit Iridium oder Gold beschichtet werden (siehe Handbuch Hydridsystem). Nutzen Sie dazu den im Graphit-Betrieb eingesetzten Dosierschlauch.

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

## 4.9.2 AS-GF justieren

Der AS-GF ist bereits gemäß Abschnitt "Probengeber komplettieren und installieren" im Graphitrohrföfen-Probenraum installiert. Die Feinausrichtung des AS-GF zum Ofen erfolgt softwareunterstützt.

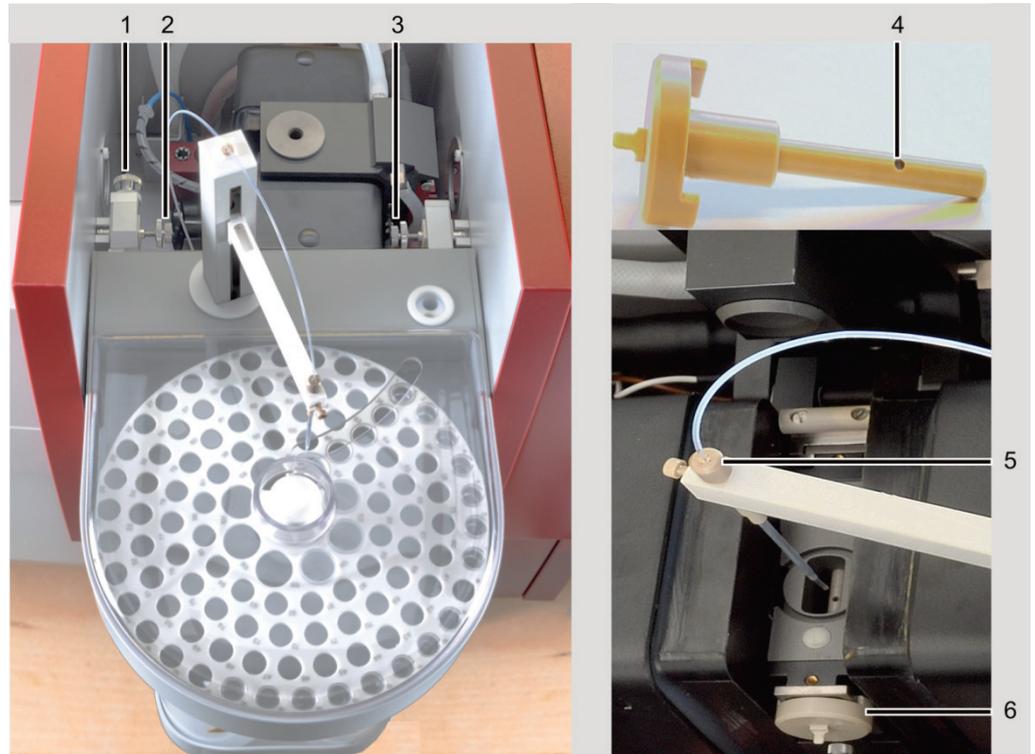


Bild 38 AS-GF justieren

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

- Software ASpect LS starten und mit Symbol  das Fenster PROBENGEBER öffnen, auf Karte TECHN. PARAMETER wechseln.
- Mit Schaltfläche [AS-GF ZUM OFEN AUSRICHTEN] die Justierung starten.
- Den Aufforderungen in den Dialogfeldern der Software folgen.

Im laufenden Programm erfolgt:

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

Folgende Arbeitsschritte werden nacheinander abgearbeitet:

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

- z-Richtung softwaregesteuert einstellen:  
Probengeberarm bis zur Oberkante der Justierhilfe absenken, sodass Dosierschlauch gerade in Dosieröffnung eintaucht.

Einstellungen für x- und z-Richtung werden in der Software gespeichert.

- Mit Kontermuttern Einstellung der Justierschrauben sichern.
- Justierhilfe entnehmen und Dosiertrichter einsetzen.

Injektionstiefe der Probe im Graphitrohr einstellen:

- Probengeberarm softwaregesteuert absenken. Dosierschlauch taucht in das Graphitrohr.
- Klemmmutter lockern, Dosierschlauch auf dem Rohrboden aufsetzen, ggf. Lage mit Ofenkamera prüfen und mit Klemmmutter fixieren.
- Probengeberarm softwaregesteuert auf die optimale Ablagetiefe fahren (ca. -0,8 mm für 20 µL Probenmenge).

Weitere Einstellungen des Probengebers siehe Bedienungsanleitung "ASpect LS" / Abschnitt "Technische Parameter des Probengebers".

Probenteller des AS-GF bestücken

1. Positionen des AS-GF in folgender Weise bestücken:

Positionen 1-100	1,5-mL-Probengefäße
Positionen 101 – 108	5-mL-Sondergefäße

2. Probenabdeckung passgenau aufsetzen.
3. Nächster Arbeitsschritt: Spülflasche füllen. Wenn nötig, Abfallflasche entleeren und Reste ordnungsgemäß entsorgen. Messen.

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

### 4.9.3 Probengeber AS-GF deinstallieren

1. Das ZEEnit 700 P ausschalten!
2. **Bei HydrEA-Kopplung:** Schlauch für Reaktionsgas von der Titankanüle ziehen. Titankanüle aus dem Probengeberarm ziehen, dazu Klemmmutter lösen.
3. Steuerleitung von der Buchse in der rechten Seitenwand des AAS-Gerätes abziehen (Anschluss Sampler Graphit).
4. Justierschraube 1 lösen und Probengeber AS-GF aushängen.

### 4.9.4 Hinweis zur Installation des Feststoffprobengebers



#### BEACHTEN

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

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

## 4.10 Flammentechnik

### 4.10.1 Anschlüsse im Probenraum für Flammentechnik



Bild 39 Anschlüsse am Brenner-Zerstäubersystem

- |   |   |
|---|---|
| 1 Automatische Zündeinheit  | 8 Höhenverstellung                              |
| 2 Brenner   | 9 Zufuhr Probenflüssigkeit                      |
| 3 Markierungen zur Ausrichtung am Mischkammerrohr und an Haltevorrichtung | 10 Abflussschlauch vom Siphon                   |
| 4 Stiftschraube zur Befestigung des Brenners                              | 11 Anschluss Oxidans (blauer Schlauch)          |
| 5 Einhängung für SFS6   | 12 Einhängung AS-F/AS-FD, links                 |
| 6 Einhängung AS-F/AS-FD, rechts   | 13 Anschluss Zusatzoxidans (schwarzer Schlauch) |
| 7 Anschlussbuchsen für Siphon-Sensor, SFS 6 und Scraper                   | 14 Anschluss Brenngas (roter Schlauch)          |
|   | 15 Befestigungsschraube für Haltebügel          |

### 4.10.2 Voreinstellungen in der Software zur Flammentechnik

Im Vorschaltbild der Software ASpect LS (Bild 33 S. 60) im Feld TECHNIK die Option FLAMME einstellen. Die Software-Oberfläche mit den Methoden- und Geräteparametern wird dementsprechend angepasst.

### 4.10.3 Installation für manuelle Probenzufuhr

Bei der manuellen Probenzufuhr wird die Probe direkt dem Brenner-Zerstäubersystem zugeführt. Die Verwendung des Injektionsschalters SFS6 ist möglich.

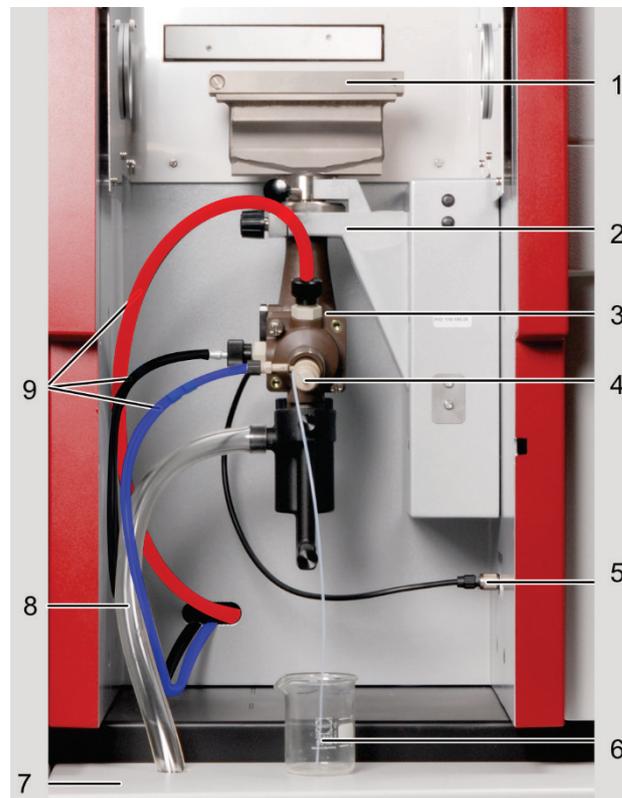


Bild 40 Flammentechnik, manuelle Probenzufuhr

- |  |                             |
|--|-----------------------------|
| 1 Brenner                                  | 6 Probengefäß               |
| 2 Haltevorrichtung an der Höhenverstellung | 7 Probentablett             |
| 3 Mischkammer-Zerstäuber-System            | 8 Ablaufschlauch vom Siphon |
| 4 Probenansaugschlauch am Zerstäuber       | 9 Gasanschlüsse             |
| 5 Anschlussleitung des Siphon-Sensors      |                             |



#### BEACHTEN

Das ZEEnit 700 P vor der Installation ausschalten! Durch das Stecken oder Ziehen von elektrischen Steckkontakten kann die empfindliche Elektronik beschädigt werden.

1. Rote Schutzkappe vom Mischkammerrohr abziehen.
2. Mischkammer-Zerstäuber-System ohne Brenner an der Haltevorrichtung der Höhenverstellung klemmen.  
Die weiße Markierung am Mischkammerrohr muss über der Kante der Haltevorrichtung liegen (3 in Bild 39 S. 69).
3. Auffangwanne unter das Brenner-Zerstäuber-System in den Probenraum schieben.
4. Probentablett in die Führungen unter dem Gerät einhängen.
5. Ablaufschlauch vom Stutzen des Siphons durch die Öffnung im Tablett auf den Stutzen bzw. in die betreffende Öffnung des Deckels der Auffangflasche stecken.

**Hinweis:** Ablaufschlauch mit durchgehendem Gefälle verlegen. Gegebenenfalls Schlauch kürzen. Schlauch darf nicht in die Flüssigkeit eintauchen.

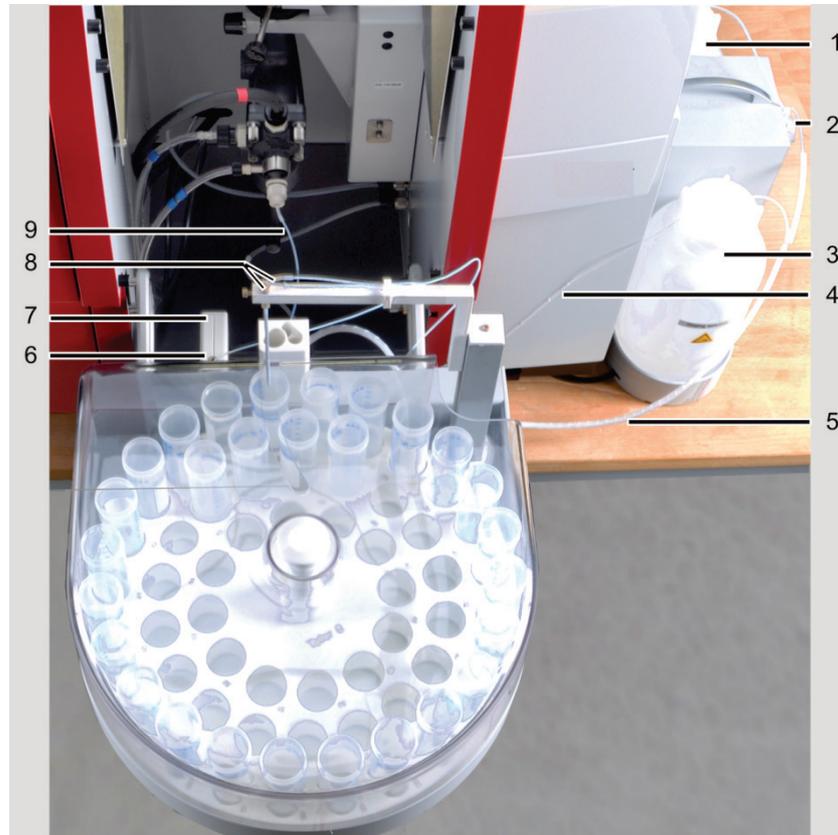
6. Siphon über das Mischkammerrohr mit Wasser füllen, bis Wasser über den Ablaufschlauch abfließt.
7. Gasversorgung anschließen:
  - Brenngas (roter Schlauch, 14 in Bild 39) anschließen.
  - Oxidans (blauer Schlauch, 11 in Bild 39) anschließen.
  - Zusatzoxidans (schwarzer Schlauch, 13 in Bild 39) anschließen.
8. Erforderlichen Brenner (50 mm oder 100 mm) entsprechend der Messaufgabe auf das Mischkammerrohr setzen, auf Anschlag drehen und klemmen. Auf korrekten Sitz des Brenners achten.
9. Stecker des Siphonsensors in Anschluss auf der rechten Seite des Probenraums stecken (7 in Bild 39) stecken.
10. Bei Verwendung des Scrapers dessen Stecker am entsprechenden Anschluss in der rechten Probenraumwand anschließen (7 in Bild 39).
11. Injektionsmodul SFS 6: Falls mit Injektionsmodul SFS 6 gearbeitet wird, Injektionsmodul SFS 6 installieren (→Abschnitt "Installation des Injektionsmoduls SFS 6" S. 75).
12. Proben- und Spülgefäße auf das Tablett stellen.
13. Ansaugschlauch auf die Zerstäuberkanüle aufstecken.
14. Sicherheitsscheibe einhängen und vor den Brenner schieben.
15. ZEEnit 700 P einschalten und Software starten.

#### Deinstallation

1. ZEEnit 700 P ausschalten.
2. Falls mit dem Injektionsmodul SFS 6 gearbeitet wurde, das Injektionsmodul SFS 6 außer Betrieb setzen (→Abschnitt "Installation des Injektionsmoduls SFS 6" S. 75).
3. Proben- und Spülgefäße vom Tablett entfernen.

#### 4.10.4 Installation für kontinuierliche Arbeitsweise/Probenezufuhr durch Probengeber

Bei der kontinuierlichen Arbeitsweise werden die Proben über den Probengeber AS-F oder AS-FD zugeführt.



**Bild 41** Flammenbetrieb, kontinuierlich mit Probengeber AS-FD und SFS 6

- |  |   |
|--|---|
| 1 Vorratsflasche für Verdünnungsmittel                           | 6 Schlauch vom Probengeberarm zum SFS 6   |
| 2 Fluidik-Modul mit Dosierer                                     | 7 Injektionsmodul SFS 6 (falls vorhanden)   |
| 3 Vorratsflasche für Spülflüssigkeit                             | 8 Schlauch für Verdünnungsmittel (dicke Kanüle) und Probenansaugschlauch (dünne Kanüle) |
| 4 Schlauch für Spülflüssigkeit zum SFS 6                         | 9 Probenansaugschlauch  |
| 5 ummantelte Schläuche für Spülflüssigkeit und Verdünnungsmittel |   |



#### BEACHTEN

Das ZEEnit 700 P vor der Installation ausschalten! Durch das Stecken oder Ziehen von elektrischen Steckkontakten kann die empfindliche Elektronik beschädigt werden.

Brenner-Zerstäuber-System installieren

1. ZEEnit 700 P ausschalten.
2. Rote Schutzkappe vom Mischkammerrohr abziehen.
3. Mischkammer-Zerstäuber-System ohne Brenner an der Haltevorrichtung der Höhenverstellung klemmen.  
Die weiße Mischkammer muss zur Höhenverstellung fluchten, die Markierung muss über der Kante der Haltevorrichtung liegen (3 in Bild 39 S. 69).
4. Auffangwanne unter das Brenner-Zerstäuber-System in den Probenraum schieben.
5. Ablaufschlauch vom Stutzen des Siphons auf den Stutzen bzw. in die betreffende Öffnung des Deckels der Auffangflasche stecken.

**Hinweis:** Ablaufschlauch mit durchgehendem Gefälle verlegen. Gegebenenfalls Schlauch kürzen. Schlauch darf nicht in die Flüssigkeit eintauchen.

6. Siphon über das Mischkammerrohr mit Wasser füllen, bis Wasser über den Ablaufschlauch abfließt.
7. Stecker des Siphon-Sensors in den Anschluss in der rechten Probenraumwand stecken (7 in Bild 39 S. 69).
8. Gasversorgung anschließen:  
 Brenngas (roter Schlauch, 14 in Bild 39) anschließen.  
 Oxidans (blauer Schlauch, 11 in Bild 39) anschließen.  
 Zusatzoxidans (schwarzer Schlauch, 13 in Bild 39) anschließen.
9. Erforderlichen Brenner (50 mm oder 100 mm) entsprechend der Messaufgabe auf den Stutzen setzen, auf Anschlag drehen und klemmen. Auf korrekten Sitz des Brenners achten.

Injektionsmodul SFS 6 installieren

Falls mit Injektionsmodul SFS 6 gearbeitet wird, Injektionsmodul SFS 6 installieren (→Abschnitt "Installation des Injektionsmoduls SFS 6" S. 75)

Probengeber installieren

1. Probengeber in die entsprechenden Aufnahmen des Probenraumes (6, 12 in Bild 39 S. 69) einhängen. Justierschraube an der rechten Einhängung so einstellen, dass der Probengeber nicht aus der Aufnahmebohrung rutschen kann (3 in Bild 42 S. 74).
2. Fluidik-Modul (für AS-FD) bzw. Vorratsflasche für Spülflüssigkeit (für AS-F) neben das AAS-Gerät stellen.
3. Die Steuerkabel zur Verbindung des Probengebers mit dem Fluidik-Modul und dem AAS-Gerät in die Anschlüsse auf der Rückseite des Probengebers stecken und arretieren (1 und 2 in Bild 42 S. 74).
4. Steuerkabel in den Anschluss "Sampler Flamme" an der rechten Seitenwand des ZEE nit 700 P (1 in Bild 23 S. 50) stecken und arretieren.
5. Ablaufschlauch auf den Ablaufstutzen des Probengebers (Rückseite, 4 in Bild 42 S. 74) aufstecken. Ablaufschlauch auf den Stutzen bzw. in die betreffende Öffnung des Deckels der Auffangflasche stecken.

**Hinweis:** Ablaufschlauch mit durchgehendem Gefälle verlegen. Gegebenenfalls Schlauch kürzen. Schlauch darf nicht in die Flüssigkeit tauchen.

6. Schlauch für Spülflüssigkeit an der Rückseite des Probengebers anschrauben (5 in Bild 42).

**Hinweis:** Beim AS-FD sind die Schläuche zur Verbindung von Probengeber und Fluidik-Modul durch eine Ummantelung miteinander verbunden und nummeriert. Die Schläuche werden mit der Befestigungslasche auf der Rückseite des Probengebers befestigt. Kennzeichnung Spülschlauch „2“.

7. Beim AS-FD Dosierschlauch für Verdünnungsmittel (Kennzeichnung „1“) durch die Schlauchführung am Probengeberarm führen und auf die dickere Kanüle des Probengeberarms stecken.

**Hinweis:** Der Probengeberarm kann im ausgeschalteten Zustand manuell bewegt werden.

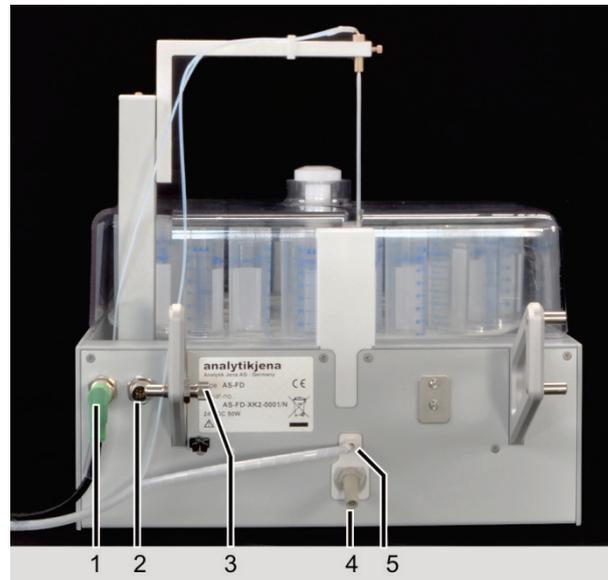
8. Probenansaugschlauch an den Zerstäuber stecken.

9. Probenansaugschlauch durch die Schlauchführung am Probengeberarm auf die dünne Kanüle des Probengeberarms stecken.

10. Probenteller auf Probengeber-Gehäuse aufsetzen, auf Einrasten achten.

**Hinweis:** Die Steuerung startet den Probengeber nicht bzw. stoppt automatisch, wenn kein Probenteller aufgesetzt ist.

11. Probenabdeckung so aufsetzen, dass sie in der Führungsschiene sitzt.



- 1 Anschluss Fluidik-Modul
- 2 Anschluss AAS
- 3 Einhängung mit Justierschraube
- 4 Stützen für Ablaufschlauch
- 5 Schraube für Spülschlauch

Bild 42 Rückseite des Probengebers AS-FD

Fluidik-Modul  
(für AS-FD) vorbereiten



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

Bild 43 Dosierer am Fluidik-Modul des AS-FD

1. Gegebenenfalls Dosierspritze am Dosierer montieren (→ Abschnitt "Dosierspritze wechseln" S. 102).
2. Vorratsflaschen für Spülflüssigkeit (links) und Verdünnungsmittel (rechts) in die Flaschenhalterungen des Fluidik-Moduls stellen.
3. Den kurzen Schlauch (Kennzeichnung am Schlauch „3“) in die Vorratsflasche für Verdünnungsmittel eintauchen. Zweites Schlauchende am Ventil anschrauben (2 in Bild 43 S. 74).

Probengeber  
deinstallieren

4. Dosierschlauch Verdünnungsmittel (ummantelt, Kennzeichnung „1“) an den zweiten Anschluss des Ventils schrauben (3 in Bild 43).
  5. Schlauch für Spülflüssigkeit (Kennzeichnung „2“) in die Vorratsflasche tauchen.
1. ZEEnit 700 P ausschalten. Probenansaugschlauch von der dünnen Kanüle des Probengeberarms lösen.
  2. Schlauch für Spülflüssigkeit an der Rückseite des Probengebers lösen.
  3. Beim AS-FD Dosierschlauch für Verdünnungsmittel von der dickeren Kanüle lösen. Die beiden ummantelten Schläuche aus der Befestigungsglasche auf der Rückseite des Probengebers ziehen.
  4. Ablaufschlauch vom Stutzen des Probengebers (Rückseite) abziehen.
  5. Beide Steuerkabel an der Rückseite des Probengebers lösen.
  6. Probengeber aus dem Probenraum nehmen.

Injektionsmodul SFS 6  
deinstallieren

Falls mit Injektionsmodul gearbeitet wurde, Injektionsmodul SFS 6 außer Betrieb setzen (→ Abschnitt "Installation des Injektionsmoduls SFS 6").

#### 4.10.5 Installation des Injektionsmoduls SFS 6

Injektionsmodul SFS 6  
installieren



Bild 44 SFS 6, für manuelle Probenzufuhr am ZEEnit 700 P installiert

- |  |  |
|--|--|
| 1 Schlauch zur Probe / zum Probengeber | 3 Anschlusskabel zur Steuerung des SFS 6 |
| 2 Schlauch zum Zerstäuber              | 4 Schlauch zur Spüllösung                |

1. Ansaugschläuche in die freien Anschlüsse des Injektionsmoduls schrauben:
  - kurzes Schlauchstück in den mittleren Anschluss - zum Zerstäuber
  - langes Schlauchstück in den oberen Anschluss - zur Spüllösung/Trägerlösung
  - mittellanges Schlauchstück in den unteren Anschluss - zum Probengeber/zur Probe

2. Injektionsmodul in die Einhängvorrichtung vorn an der Höhenverstellung einhängen.
3. In der Standardeinstellung (nicht bestromt) ist nun der Schlauch für Trägerlösung (Spüllösung) zum Durchfluss freigegeben.
4. Steuerkabel in die mittlere zweipolige Anschlussbuchse an der rechten Probenraumwand stecken und festdrehen.
5. Kurzes Schlauchstück auf die Zerstäuberkanüle stecken.
6. Schlauch für Spüllösung (langer Schlauch) in die Vorratsflasche mit Spüllösung tauchen.
7. Probenschlauch (mittlere Schlauchlänge) in das Probengefäß tauchen bzw. mit der Ansaugkanüle des Probengebers verbinden.

Injektionsmodul SFS 6  
außer Betrieb setzen

1. Ansaugschläuche aus Spülflüssigkeitsflasche und Probengefäß entnehmen (bei manuellem Betrieb) bzw. von der Ansaugkanüle des Probengebers abziehen, System leer saugen lassen.
2. Kurzes Schlauchstück von der Zerstäuberkanüle abziehen.
3. Steuerkabel des SFS 6 vom AAS lösen, Injektionsmodul entnehmen.

#### 4.10.6 Nachträgliche Installation des Scrapers

Bei Arbeiten mit der Lachgasflamme empfiehlt es sich, einen Scraper zu verwenden. Alternativ können Kohlenstoff-Ablagerungen manuell mit dem Schaber vom Brennerschlitz entfernt werden. Der Scraper wird auf Anfrage fertig installiert am 50 mm-Brenner ab Werk geliefert. Er kann jedoch auch an einem 50-mm-Brenner nachgerüstet werden.



#### BEACHTEN

Bei Brenngasflüssen > 250 NL/h auf festsitzende Ablagerungen achten. Diese ggf. entfernen, um Funktionsfähigkeit des Scrapers zu gewährleisten.

1. Schrauben aus der vorderen Brennerbacke (Pfeile in Bild 45) herausdrehen (auf der Seite der vorderen Brennerbacke befindet sich auch die Schraube zur Befestigung des Brenners auf dem Stutzen der Mischkammer).
2. Befestigungsschiene (1 in Bild 46) mit Rändelschrauben (3 in Bild 46) vom Scraper abschrauben. Die Rändelschrauben sind unverlierbar und bleiben in ihrer Halterung im Scraper.
3. Befestigungsschiene am Brennerkörper montieren. Dazu mitgelieferte längere Titanschrauben und Muttern verwenden. Schrauben durch vordere Brennerbacke stecken und Befestigungsschiene mit Muttern anschrauben.
4. Scraper auf die Führungsstifte der Befestigungsschiene (2 in Bild 46) stecken und mit Rändelschrauben (3 in Bild 46) festschrauben.

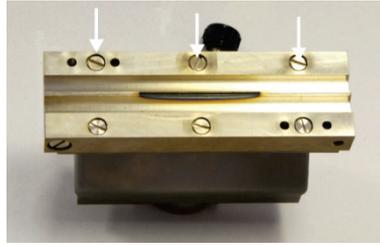


Bild 45 Schrauben an vorderer Brennerbacke

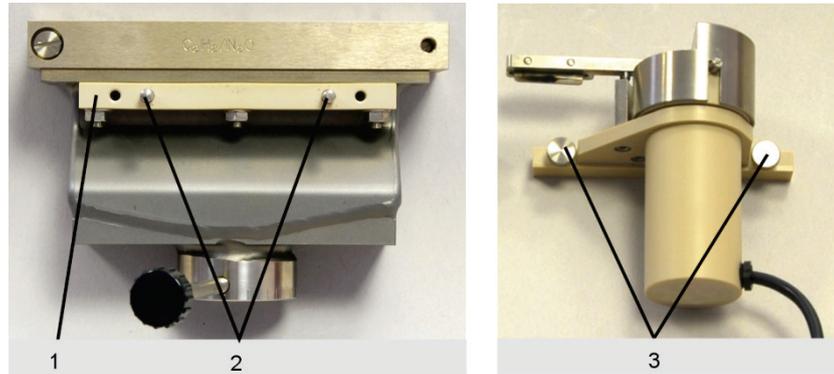


Bild 46 Befestigungsschiene am Brenner/Rändelschrauben am Scraper

- |   |                                 |   |                 |
|---|---------------------------------|---|-----------------|
| 1 | Befestigungsschiene für Scraper | 3 | Rändelschrauben |
| 2 | Führungstifte                   |   |                 |

#### 4.10.7 Brennerwechsel



#### VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Zum Abnehmen des heißen Brenners Brennergabel (optionales Zubehör) benutzen. Ansonsten Abkühlen des Brenners abwarten.

1. Sicherheitsscheibe nach oben schieben.
2. Feststellschraube des Brenners lockern und Brenner abnehmen. Falls vorhanden, Brennergabel verwenden.
3. Neuen Brenner auf den Stützen der Mischkammer setzen, gegen den Anschlag 0° drehen und mit Feststellschraube arretieren.

## 4.11 Inbetriebnahme des ZEEnit 700 P mit Zubehör

### 4.11.1 Einschaltreihenfolge, täglicher Arbeitsbeginn

1. PC einschalten und das Initialisieren des Computerprogramms abwarten: Auf dem Bildschirm erscheinen die Anwendungssymbole, unter ihnen das Symbol des ASpect LS-Programms.
2. Das ZEEnit 700 P einschalten: Den grünen EIN/AUS- Schalter an der rechten Seitenwand betätigen.
3. Das ASpect LS -Programm starten: Doppelklick des Mauszeigers auf das ASpect LS-Symbol.
4. Den Drucker und den Kompressor zuschalten, wenn sie gebraucht werden.

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



#### BEACHTEN

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

### 4.11.2 Ausschaltreihenfolge

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

## 5 Pflege und Wartung

---



### WARNUNG

Elektrischer Schlag!

Bei allen Wartungsarbeiten ZEEnit 700 P unbedingt ausschalten und Netzstecker ziehen. Nur durch das Ziehen des Netzsteckers wird das ZEEnit 700 P sicher vom Netz getrennt. Nach Ausschalten am Hauptschalter führen sowohl einige Bereiche des Spektrometers, als auch die Ausgangssteckdose weiterhin Netzspannung.

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

---



### WARNUNG

Gefahr von Augen- und Hautschäden durch UV-Strahlung!

HKL, D<sub>2</sub>-HKL, geheiztes Graphitrohr (T > 1000 °C) und Brennerflamme senden Strahlung im UV-Bereich aus. Nicht ohne UV-Schutzbrille in die Lampenstrahlung, in das Graphitrohr oder die Flamme blicken. Haut vor Strahlung schützen.

Vor Öffnen der Lampenraumtür Lampen über die Steuer- und Auswertesoftware ASpect LS ausschalten: Im Fenster SPEKTROMETER / KONTROLLE im Bereich OPTISCHE PARAMETER Lampenstrom in [mA] auf null setzen. In der Dropdown-Liste UNTERGRUNDKORREKTUR die Option KEIN UNTERGRUND auswählen. Auf [EINSTELLEN] klicken. Fehlermeldung verneinen.

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

---



### WARNUNG

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

---



### VORSICHT

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

Beachten Sie dabei die Hinweise im Abschnitt "Sicherheitshinweise" S. 11. Die Einhaltung der Sicherheitshinweise ist die Voraussetzung für einen störungsfreien Betrieb. Befolgen Sie stets alle Warnungen und Hinweise, die auf dem Gerät selbst angebracht sind oder vom Steuerprogramm ASpect LS angezeigt werden.

Um eine einwandfreie und sichere Funktion zu gewährleisten, sollte das ZEEnit 700 P jährlich durch den Kundendienst der Analytik Jena überprüft werden.

---



### VORSICHT

Verbrennungsgefahr an heißen Oberflächen! Beachten Sie vor Wartung des Graphitrohrfens und des Brenner-Zerstäuber-Systems Abkühlphasen.

---

## 5.1 Wartungsübersicht

Übersicht 8      Wartungsübersicht

Wartungsobjekt	Tätigkeit	Anlass, Fristen
<b>Grundgerät</b>		
Sicherung	Sicherung wechseln	Wenn notwendig
Probenräume	Von sublimierten Substanzen reinigen. Restflüssigkeiten in der Wanne entfernen.	Regelmäßig Wenn Rückstände in Wanne
	Fenster für Strahleintritt und -austritt im Probenraum reinigen.	Bei Sichtprüfung: Schlieren, Einbrennrückstände. Wenn Energieverluste auftreten.
Gasanschlüsse	Auf Dichtheit prüfen.	Wenn Anschlüsse neu verbunden wurden und wenn starker Druckabfall am Manometer erkennbar ist.
<b>Graphitrohrföfen</b>		
Graphitrohr	Reinigen durch Ausheizen über Reinigungsprogramm der Steuer- software.	Täglich
Iridium beschichtetes Graphitrohr	Iridiumschicht abdampfen.	Nach ca. 500 Atomisierungen oder für eine Neubeschichtung
Ofenfenster	Mit einem fussel- freien, alkoholgetränkten Tuch abwischen. Bei hartnäckigen Verschmutzungen mit einem milden Tensid reinigen.	Wöchentlich
Graphitelektroden	Kontaktflächen der Elektroden mit Wattetupfer, fussel- freiem alkoholgetränktem Tuch oder Fließpapier reinigen.	Regelmäßig
	Auf Verschleiß achten, ggf. ersetzen.	Halbjährlich
Pipettiereinsatz	Reinigen und spülen.	Kann täglich notwendig sein, abhängig von Art der Proben
<b>Autosampler AS-GF / AS-F und AS-FD</b>		
Dosierschlauch/ Kanülen	Auf Ablagerungsfreiheit, Knicke und Risse prüfen.	Regelmäßige Kontrolle, da Ablagerungen Messergebnisse verfälschen können.
Spülgefäß, Mischgefäß	Reinigen.	Regelmäßig
<b>Brenner-Zerstäuber-System</b>		
	Zerlegen und reinigen.	In Abhängigkeit vom Probenmaterial (z.B. Proben mit hohem Salzgehalt)
<b>Mobiles Kühlaggregat KM5</b>		
Wasserbehälter	Wasserstand im Wasserbehälter kontrollieren und mit ent- här- tetem Wasser auffüllen	Nach Leerung, sonst viertel- jährlich
Kühl- lamellen	Schmutzfrei halten	Ständig

Wartungsobjekt	Tätigkeit	Anlass, Fristen
<b>Kolbenkompressor</b>		
Druckbehälter, Flüssigkeitsabscheider am Filterdruckminderer	Kondenswassers ablassen	Wöchentlich
Ansaugfilter	Kontrollieren	Monatlich
	Reinigen, ggf. wechseln	Halbjährlich
Öl	Ölstand prüfen	Wöchentlich
	Öl wechseln	Jährlich

## 5.2 Grundgerät

### 5.2.1 Sicherungswechsel



#### WARNUNG

Gefahr von elektrischem Schlag!

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

Die Sicherungen befinden sich auf der Geräterückseite und sind beschriftet.

Sicherungen auf der Rückseite (siehe Bild 24)

Übersicht 9      Übersicht Sicherungen

Nummer der Sicherung	Typ	Gesicherter Stromkreis
F1	32 A/T	Netzeingang
F2	32 A/T	Netzeingang
F3	T 6,3 A/H	Steckdose für externes Zubehör
F4	T 6,3 A/H	Steckdose für externes Zubehör
F5	T 2,5 A/H	Primärseite Trafo, NTL
F6	T 2,5 A/H	Primärseite Trafo, NTL
F7	T 6,3 A/H	Magnetstromversorgung
F8	T 6,3 A/H	Magnetstromversorgung
F9	T 0,08 A	D2-HKL
F10	T 0,25 A	HKLs
F11	T 0,08 A	Booststrom
F12	T 1 A	Heizung für Booststrom
F13	T 0,032 A	Analog
F14	T 3,15 A	Glühwendel
F1 intern	TR5-T100 mA	Messleitung Zeeman-Graphitrohrföfen
F1 intern MagSV	FF 4 A/H	Magnetstromversorgung

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

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

## 5.2.2 Probenräume reinigen

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

## 5.3 Graphitrohrofen

### 5.3.1 Graphitrohrofen warten

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



---

#### VORSICHT

Verbrennungsgefahr am heißen Ofen!

Den Graphitrohrofen vor Pflege- und Wartungsarbeiten abkühlen lassen.

---

Ofenfenster reinigen:

---



#### BEACHTEN

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

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

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

---

1. Ofen abkühlen lassen.
2. Ofen öffnen und beide Ofenfenster aus ihrer Führung ziehen. (Das linke Ofenfenster kann auch bei geschlossenem Ofen entnommen werden.)
3. Ofenfenster mit einem fusselfreien alkoholgetränktem Tuch abwischen. Bei hartnäckigen Verschmutzungen mit einer milden Tensidlösung reinigen.
4. Die Ofenfenster wieder auf ihre Führung schieben, dabei die Dichtringe schonen.

Graphitoberflächen  
reinigen

Nach der täglichen Nutzung sind die Graphitoberflächen zu reinigen.

1. ZEEnit 700 P einschalten und Software ASpect LS starten (beweglicher Ofenteil muss zum Öffnen/Schließen mit Druck beaufschlagt sein).
2. Mit Schaltfläche  das Fenster OFEN öffnen. Auf die Karte KONTROLLE wechseln.
3. Ofen mit der Schaltfläche [OFEN ÖFFNEN] öffnen.
4. Pipettiereinsatz aus dem beweglichen Ofenteil nehmen und in 0,1 - 1 N HNO<sub>3</sub> reinigen. Anschließend gut mit schwach angesäuertem oder entmineralisiertem Wasser spülen.
5. Kontaktflächen der Elektroden mit watteverstärktem Tupfer, alkoholgetränktem fusselfreiem Tuch oder Fließpapier reinigen.
6. Innenliegende Flächen des Ofenmantels mit watteverstärktem Tupfer reinigen.

### 5.3.2 Graphitrohrofen vom Zeeman-Magnet trennen und wieder einfahren

Trennen

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

1. Die Arretierungsschraube (Kreuzgriffschraube, 7 in Bild 47) für den Graphitrohrofen lösen.



#### BEACHTEN

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

2. Graphitrohrofen aus dem Probenraum bis zum Anschlag herausziehen.

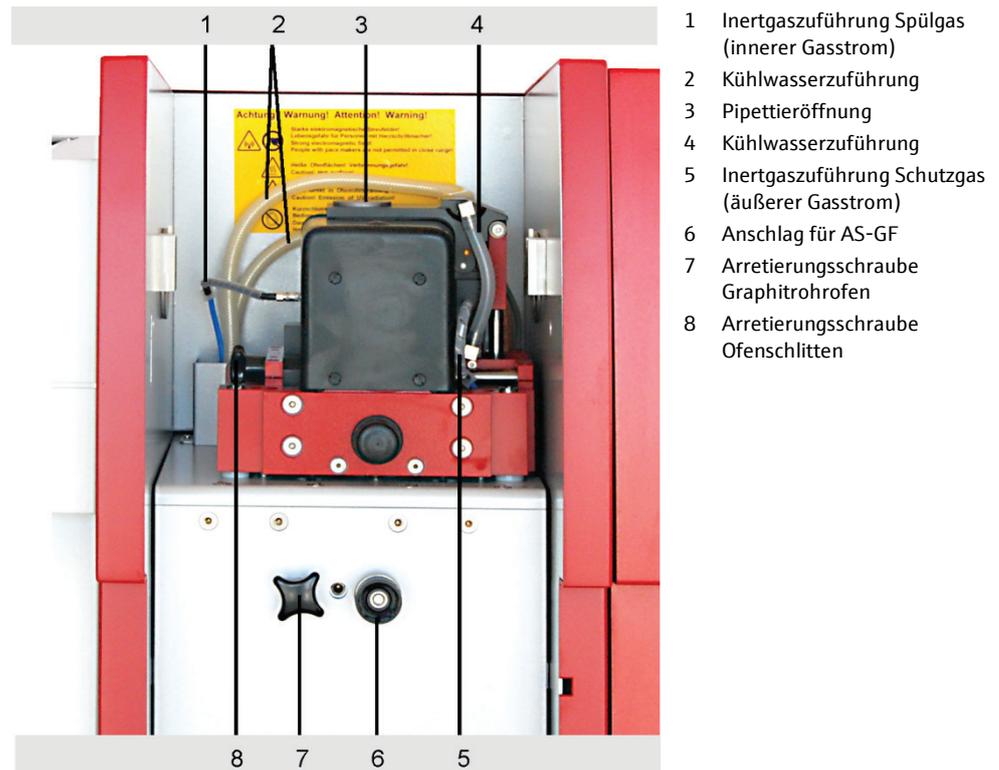
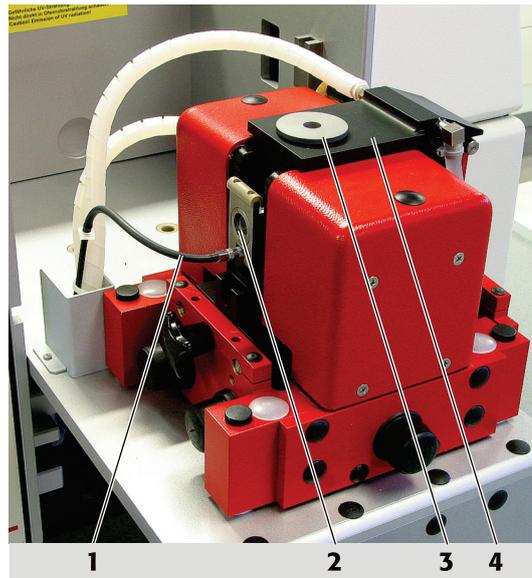


Bild 47 Arretierungsschrauben Graphitrohrfen



Bild 48 Ausgefahrener Ofen, rechte Seite

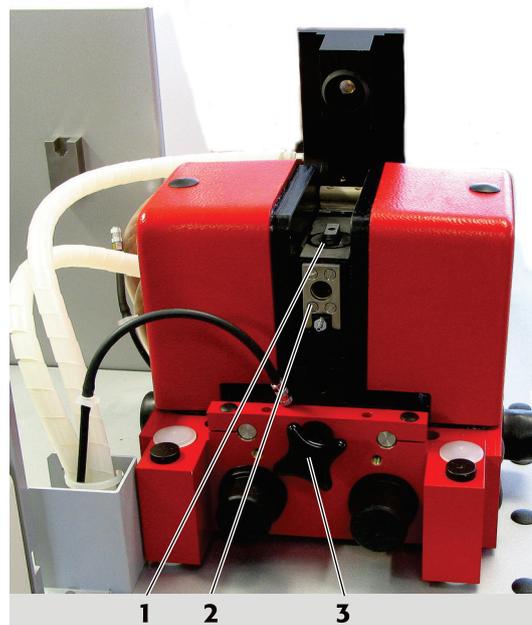
3. Das linke Ofenfenster (2 in Bild 49) nach oben herausziehen und den Gasschlauch (1 in Bild 49) vom Stutzen unterhalb des Ofenfensters abziehen.
4. Beide Schläuche rechts vom Ofen abziehen.
5. Pipettiereinsatz (3 in Bild 49) aus dem schwenkbaren Ofenteil herausnehmen.



- 1 Argonschlauch
- 2 Linkes Ofenfenster
- 3 Stopfen (hier: Pipettiereinsatz)
- 4 Schwenkbares Ofenteil

Bild 49 Ausgefahrener Ofen

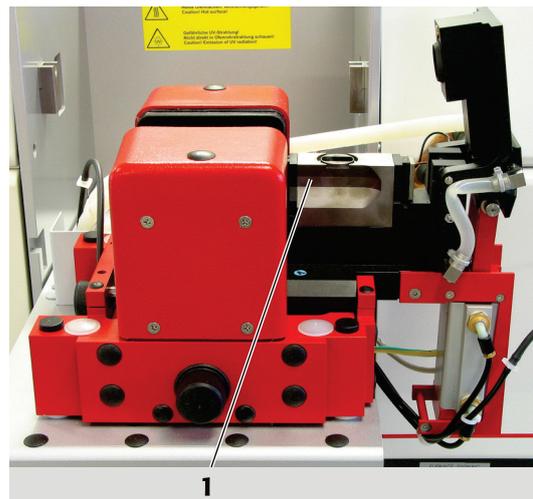
6. Mit Schaltfläche [OFEN ÖFFNEN] im Fenster SPEKTROMETER – KONTROLLE Graphitrohrfen öffnen.
7. Graphitrohr herausnehmen.



- 1 Graphitrohr
- 2 Dichtungsplatte linkes Ofenfenster
- 3 Kreuzgriffschraube Ofenschlitten

Bild 50 Ausgefahrener Ofen, offen, linke Seite

8. Die Dichtungsplatte (2 in Bild 50) für das linke Ofenfenster abschrauben (4 Schlitzschrauben aus Titan).
9. Kreuzgriffschraube (3 in Bild 50) links vom Ofenschlitten lösen.
10. Ofenschlitten vorsichtig von Hand nach rechts aus dem feststehenden Magneten herausdrücken.



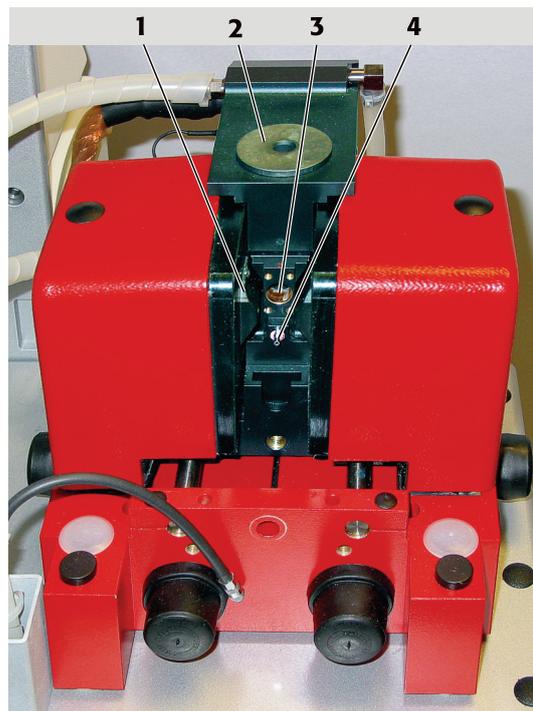
1 Ofenmantel

Bild 51 Ausgefahrener Ofenschlitten

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

Arbeitsschritte Ofen in Arbeitsposition bringen

1. Ofenschlitten von Hand zwischen die Polschuhe (2 in Bild 52) des Zeeman-Magneten zurückdrücken.
2. Ofenschlitten mit Kreuzgriffschraube (3 in Bild 50) fingerfest anschrauben.



- 1 Polschuh
- 2 Abdeckung und Pipettiereinsatz
- 3 Ofenöffnung ohne Fenster
- 4 Gaseintrittsstutzen

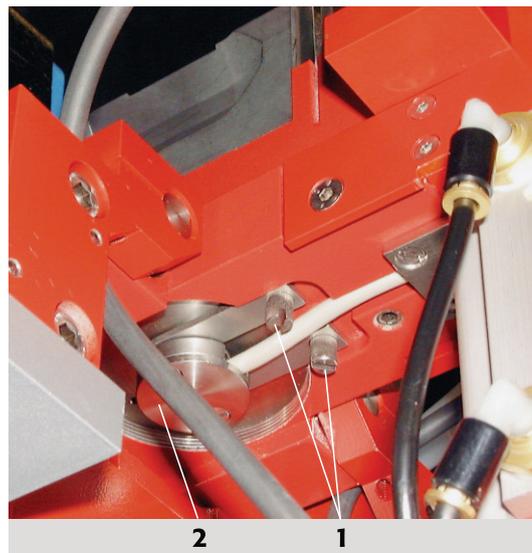
Bild 52 Ofen teilweise aus Zeeman-Magnet herausgedrückt

3. Die Dichtungsplatte für das linke Ofenfenster anschrauben.
4. Den Gasschlauch auf den Stutzen (4 in Bild 52) unterhalb des Ofenfensters aufstecken (Schnellverschluss).
5. Beide Gasschläuche auf der rechten Ofenseite anstecken (Bild 48).
6. Das linke Ofenfenster in die Führung am Ofen einsetzen.
7. Graphitrohrofen bis zum Anschlag in den Probenraum schieben und arretieren.

### 5.3.3 Temperatursensorgruppe ausbauen und reinigen

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

1. Die zwei Rändelschrauben (1 in Bild 53) an der Unterseite des Ofens lösen.
2. Sensorgruppe (2 in Bild 53) aus der Halterung herausziehen. Dabei darauf achten, dass der Dichtring auf dem Sensor nicht verloren geht.
3. Front des Strahlungssensors mit fusselfreiem, alkoholgetränktem Tuch reinigen.



- 1 Rändelschrauben
- 2 Sensorgruppe

Bild 53 Blick von unten auf Ofen mit Strahlungssensorgruppe

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

### 5.3.4 Obere Elektrode wechseln

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

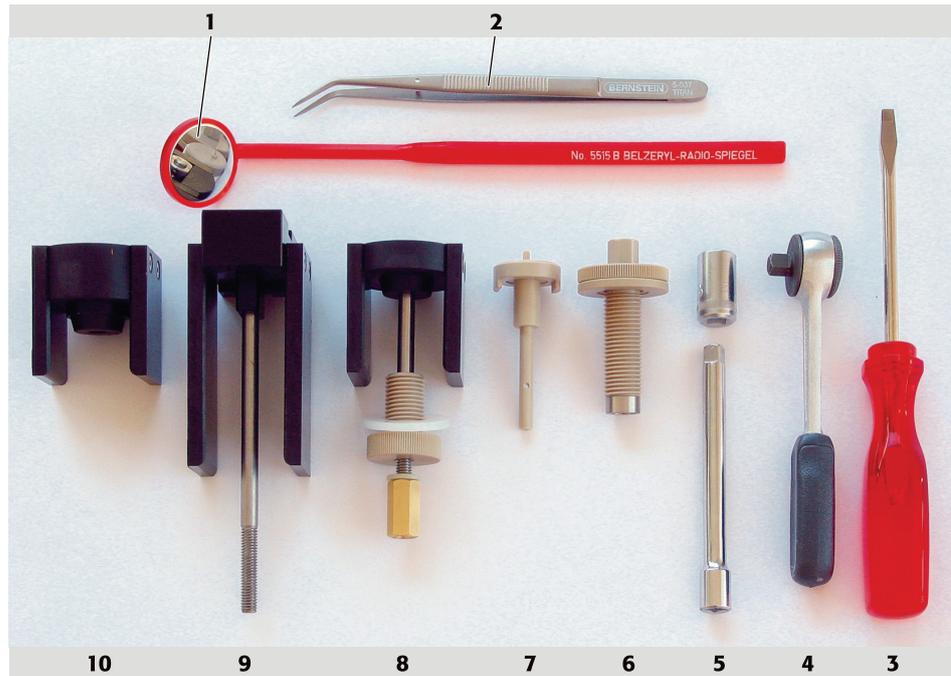
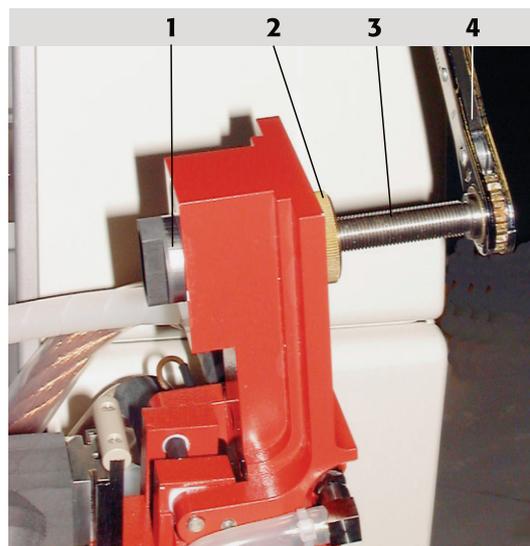


Bild 54 Ofenwerkzeug

- |  |   |
|--|---|
| 1 Handspiegel                                    | 7 Graphitrohr-Justierhilfe  |
| 2 Pinzette                                       | 8 Druckstück für untere Elektrode mit kurzer Spindel, Flanschmutter und Spindelmutter |
| 3 Schraubendreher                                | 9 Druckstück für Ofenmantel mit langer Spindel  |
| 4 Ratschenschlüssel für Sechskantbit             | 10 Druckstück für obere Elektrode   |
| 5 Sechskantbit und Verlängerung                  |   |
| 6 Ausdrückwerkzeug für Elektroden und Ofenmantel |   |

1. Obere Elektrode mit Ausdrückwerkzeug ausdrücken:

Die Ausdrückvorrichtung (6 in Bild 54) bis zum Anschlag in die Ofenbacke schrauben, mittels Ratschenschlüssel (4 in Bild 54) das Ausdrückwerkzeug vorsichtig weiter eindrehen, bis die Elektrode aus dem Elektrodenhalter herausfällt. Ausdrückvorrichtung aus der Backe herausschrauben.



- |                     |
|---------------------|
| 1 Elektrode         |
| 2 Flanschmutter     |
| 3 Spindel           |
| 4 Ratschenschlüssel |

Bild 55 Elektrode teilweise herausgedrückt

2. Flanschmutter (3 in Bild 56) der Einziehwerkzeuge bis zum Anschlag in die Ofenbacke einschrauben.



## BEACHTEN

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

- Die kürzere Spindel in das Druckstück „obere Elektrode“ einführen. Eine neue Elektrode über die Spindel führen.

Druckstück „obere Elektrode“ mit Spindel und Elektrode in die Ofenbacke einführen, Druckstück über die Ofenbacke schieben und dabei die Elektrode ausrichten.

Spindelmutter mit aufgesetzter Unterlegscheibe von Hand bis zum Anschlag auf das freie Spindelende schrauben.

Die Elektrode mittels Spindelmutter und Ratschenschlüssel bis zur festen stirnseitigen Anlage in die Ofenbacke einziehen.

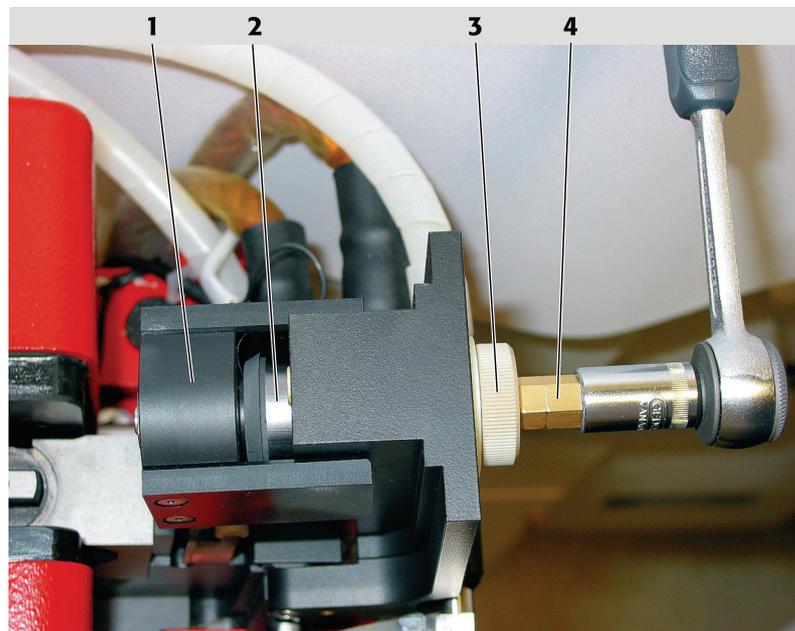


Bild 56 Elektrode mit Einziehwerkzeug an die Backe angesetzt

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

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

### 5.3.5 Graphitrohrföfenmantel und untere Elektrode wechseln

Graphitrohrföfenmantel und die untere Elektrode sind zu wechseln:

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

Die Elektroden immer paarweise wechseln!

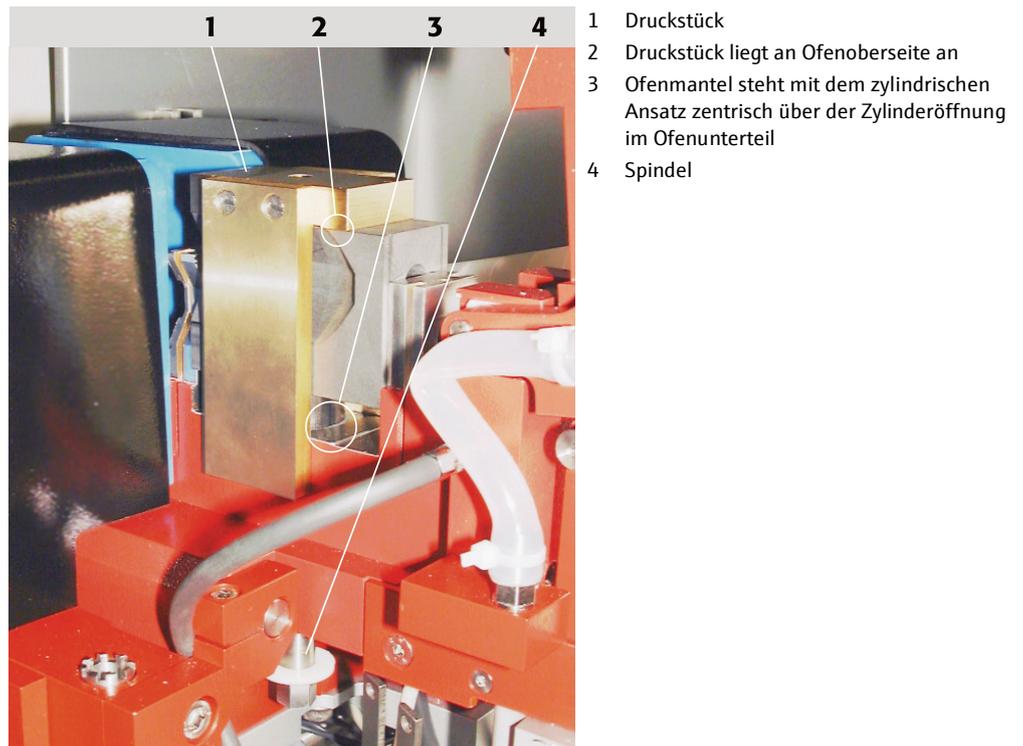
1. Den Graphitrohrföfen vom Zeeman-Magneten trennen (→ Abschnitt "Graphitrohrföfen vom Zeeman-Magnet trennen und wieder einfahren" S. 83).
2. Die Temperatursensorgruppe ausbauen (→ Abschnitt "Temperatursensorgruppe ausbauen und reinigen" S. 87)
3. Die Ausdrückvorrichtung (6 in Bild 54) an Stelle des ausgebauten Temperatursensors bis Anschlag einschrauben.



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

Bild 57 Ofenmantel, teilweise herausgedrückt

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



- 1 Druckstück
- 2 Druckstück liegt an Ofenoberseite an
- 3 Ofenmantel steht mit dem zylindrischen Ansatz zentrisch über der Zylinderöffnung im Ofenunterteil
- 4 Spindel

Bild 58 Ofenmantel, bereit zum Einziehen



### BEACHTEN

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

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



### BEACHTEN

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

15. Spindelmutter mit Ratschenschlüssel einschrauben und dabei den Ofenmantel bis zum Anschlag einziehen.
16. Spindelmutter lockern und entfernen. Druckstück und Spindel abnehmen. Abgeriebenen Graphitstaub absaugen oder wegblasen. Flanschmutter herausschrauben.
17. Den gereinigten Strahlungssensor einbauen. Die beiden Rändelschrauben fingerfest anschrauben.
18. Ein Graphitrohr mit Pinzette einsetzen.
19. Mit Schaltfläche [OFEN ÖFFNEN] im Fenster SPEKTROMETER – KONTROLLE Graphitrohröfen öffnen.
20. Graphitrohröfen gemäß Abschnitt "Graphitrohröfen vom Zeeman-Magnet trennen und wieder einfahren" S. 83 in die Ausgangslage zurückbringen

### 5.3.6 Graphitrohr reinigen und wechseln

#### Graphitrohre reinigen

Standard-Graphitrohr reinigen:

- Täglich
- Arbeitsschritte siehe Kapitel „Graphitrohr reinigen/ausheizen“ S.64.

Iridium beschichtetes Graphitrohr reinigen:

- Täglich
- Arbeitsschritte siehe Kapitel „Graphitrohr reinigen/ausheizen“ S.64.

Iridiumschicht im Graphitrohr abdampfen:

- Nach ca. 500 Atomisierungen oder für Neubeschichtung.
- Arbeitsschritte siehe Kapitel „Graphitrohr reinigen/ausheizen“ S.64.

#### Graphitrohr wechseln

Das Graphitrohr zeigt deutlichen Abbrand, die Pyrolyseschicht ist verbraucht.

Bei einem Formierungsfaktor  $>+10\%$  erfolgt keine automatische Temperaturkorrektur mehr, das Graphitrohr ist nur noch bedingt verwendbar. Es sollte gewechselt werden oder die Temperatur manuell im Ofenprogramm angepasst werden.

Arbeitsschritte siehe Kapitel "Graphitrohr in den Graphitrohröfen einsetzen" S.60.

## 5.4 Brenner-Zerstäuber-System

Das Brenner-Zerstäuber-System ist regelmäßig zu reinigen, wenn Folgendes auftritt:

- Einbrüche im Flammensaum der Brennerflamme. Spülen mit verdünnter Säure im aktiven Programm und Ausblasen des Brenners führt zu keiner Verbesserung.
- Die im Kochbuch angegebene Empfindlichkeit für ein Einzelelement wird nicht erreicht trotz Veränderung der Gaszusammensetzung.
- Im Brennerspalt gebildete Verkrustungen, die bei der Analyse stark salzhaltiger Lösungen entstehen, lassen sich nicht mehr mit dem Reinigungsstab entfernen.



### VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Den Brenner vor Pflege- und Wartungsarbeiten abkühlen lassen.

Folgende Wartungsarbeiten sind am Brenner-Zerstäuber-System auszuführen:

- Brenner-Zerstäuber-System zerlegen.
- Brenner reinigen.
- Zerstäuber reinigen.
- Siphon reinigen.
- Mischkammer reinigen.
- Brenner-Zerstäuber-System zusammenbauen und Empfindlichkeit optimieren.

### 5.4.1 Brenner-Zerstäuber-System zerlegen



**Bild 59 Brenner-Zerstäuber-System ausbauen und zerlegen**

- |   |   |
|---|---|
| 1 Stiftschraube am Brenner              | 6 Siphon  |
| 2 Mischkammerrohr                       | 7 Abflussschlauch vom Siphon                                |
| 3 Mischkammer-Verschraubungen (4 Stck.) | 8 Schlauchverschraubungen am Mischkammerkopf und Zerstäuber |
| 4 Anschluss des Siphonsensors           | 9 Sicherheitsstopfen  |
| 5 Arretierungsring für Zerstäuber       | 10 Rändelschraube am Haltebügel                             |

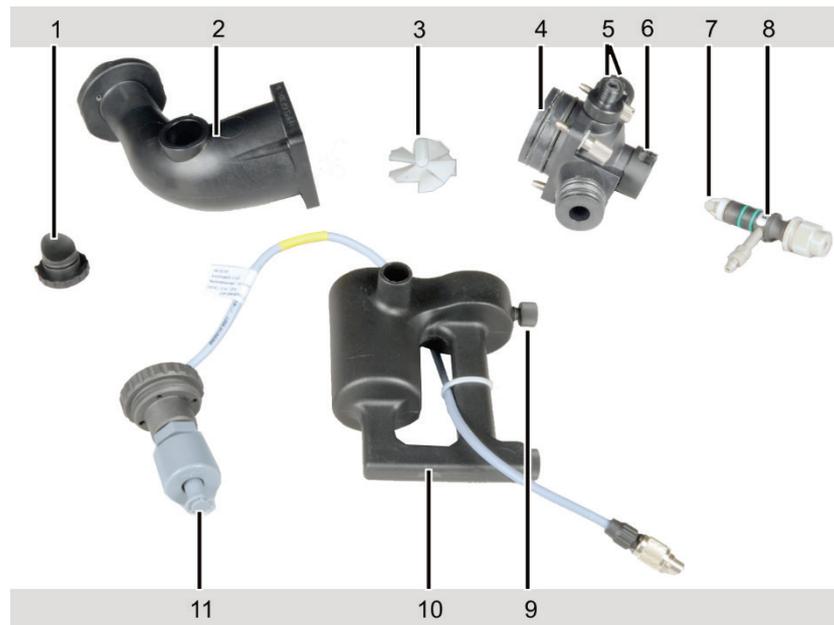


Bild 60 Mischkammer und Zerstäuber zur Reinigung zerlegt

- |   |  |
|---|--|
| 1 Sicherheitsstopfen  | 7 Prallkugel   |
| 2 Mischkammerrohr   | 8 Zerstäuber mit Anschluss für Oxidans und Probeschlauch |
| 3 Flügelrad   | 9 Schraube zur Befestigung des Siphons                   |
| 4 Mischkammerkopf mit Anschlüssen für Gase, Zerstäuber und Siphon | 10 Siphon  |
| 5 Anschluss für Brenngas und Zusatzoxidans                        | 11 Siphon-Sensor   |
| 6 Anschluss Zerstäuber mit Arretierungsring                       |  |



Bild 61 Zerstäuber aus der Mischkammer herausziehen

#### Arbeitsschritte

1. Stiftschraube (1 in Bild 59 S. 93) am Brenner lösen und Brenner vom Brennerhals abnehmen.
2. Schlauchverschraubungen am Mischkammerkopf und Zerstäuber (8 in Bild 59) abschrauben und Schlauch von Zerstäuberstutzen abziehen.
3. Arretierungsring des Zerstäubers (5 in Bild 59) drehen, so dass sich die Verriegelung öffnet. Zerstäuber aus Mischkammerkopf herausziehen, dabei den Zerstäuber in der Nut anfassen (Bild 61).

**Achtung:** Stutzen für Gasanschluss kann abbrechen, wenn daran gezogen wird.

4. Anschluss des Siphon-Sensors (4 in Bild 59) am Schwenkarm abschrauben und abziehen.
5. Ablaufschlauch vom Ablaufstutzen des Siphons (7 in Bild 59) abziehen.
6. Rändelschraube des Siphons (9 in Bild 60 S. 94) lösen, Siphon nach unten abziehen.
7. Siphon entleeren.  
**Achtung!** Die Lösung im Siphon ist säurehaltig.
8. Einsatz des Siphonsensors abschrauben, Sensor aus Siphon (11 in Bild 60) ziehen.
9. Das System festhalten, Rändelschraube am Haltebügel des Mischkammerrohrs (10 in Bild 59) abschrauben, Haltebügel nach hinten schwenken und System herausnehmen.
10. Sicherheitsstopfen (1 in Bild 60) aus der Mischkammer ziehen.
11. Die vier Verschraubungen der Mischkammer (3 in Bild 59) lösen und Mischkammer in Kammerkopf und Kammerrohr zerlegen.
12. Flügelrad (3 in Bild 60) aus dem Kammerrohr nehmen.
13. Gasanschlüsse für Brenngas und Zusatzoxidans abschrauben.

#### 5.4.2 Brenner reinigen

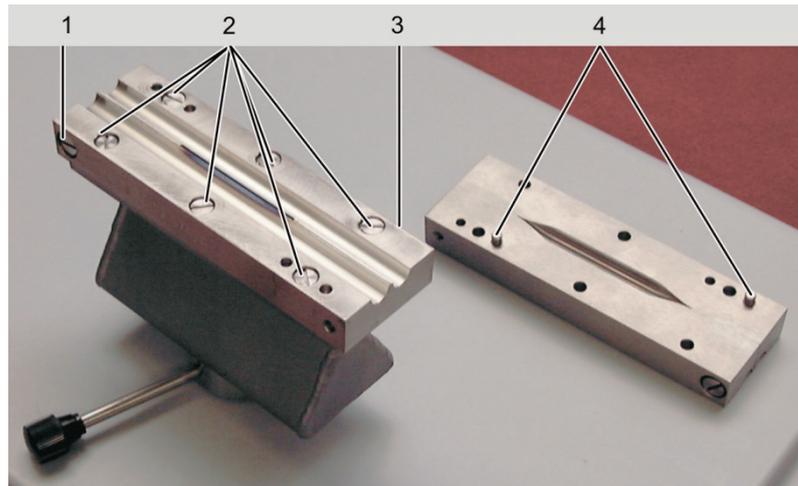
Bei hartnäckigen  
Verkrustungen

1. Brenner unter fließendem Wasser reinigen.
2. Brenner mit Brennerbacken nach unten im Ultraschallbad für 5 – 10 min mit 0,1%er  $\text{HNO}_3$  reinigen.
1. Verschraubungen (2 in Bild 62) der Brennerbacken auf Brennerkörper lösen und Brennerbacken abnehmen.
2. Verschraubungen der Brennerbacken gegeneinander lösen (1 und 3 in Bild 62).
3. Verkrustungen mit Brennerreiniger (Holzkeile) entfernen.
4. Brennerbacken reinigen in 0,1 N  $\text{HNO}_3$ , anschließend mit destilliertem Wasser spülen.
5. Brennerbacken zusammenschrauben, auf bündigen Abschluss der Distanzplättchen in der Brennerschlitzverlängerung und an den Stirnflächen achten.  
**Achtung:** Die Distanzplättchen dürfen nicht über die Oberseite der Brennerbacken hinausragen (Pfeile in Bild 64)! Bei Verwendung eines Scrapers bleibt dieser daran hängen.
6. Brennerbacken auf Brennerkörper aufschrauben, Passstifte (4 in Bild 62) an den Brennerbacken sorgen für richtigen Sitz.



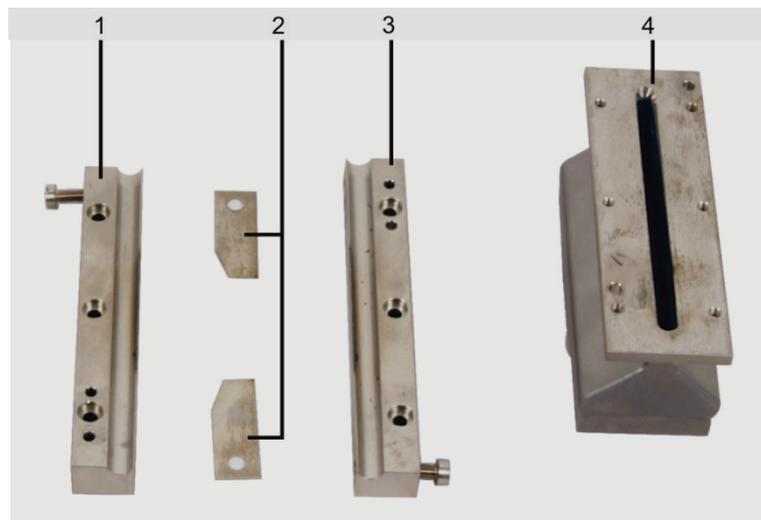
#### BEACHTEN

Zerstörungsgefahr für Scraper! Wenn die Distanzplättchen über die Oberseite der Brennerbacken hinausragen, kann der Scraper daran hängenbleiben und abbrennen.



**Bild 62 Versraubungen des Brenners**

- 1;3 Verschraubungen der Brennerbacken gegeneinander
- 2 Verschraubungen der Brennerbacken mit Brennerkörper
- 4 Passstifte auf der Unterseite der Brennerbacken



**Bild 63 Brenner, zerlegt**

- |                    |                 |
|--------------------|-----------------|
| 1 Brennerbacke     | 3 Brennerbacke  |
| 2 Distanzplättchen | 4 Brennerkörper |



**Bild 64 Distanzplättchen in Brennerbacken eingesetzt**

### 5.4.3 Zerstäuber reinigen

1. Den Zerstäuber für mehrere Minuten in ein Ultraschallbad mit ca. 1%iger Salpetersäure oder organischem Lösungsmittel (Isopropanol) legen.
2. Prallkugel (7 in Bild 60 S. 94) leicht drehen und vom Zerstäuber ziehen. Sollte die Prallkugel festsitzen, den Zerstäuber noch einmal für mehrere Minuten in das Ultraschallbad legen.
3. Reinigungsdraht in Zerstäuberkanüle führen und durch mehrmaliges Hin- und Herbewegen die Kanüle reinigen.
4. Prallkugel auf den Zerstäuber stecken und durch leichtes Drehen arretieren.

### 5.4.4 Mischkammer reinigen

Mischkammer – Kammerrohr und Kammerkopf:

1. Mit Salpetersäure, verdünnter Mineralsäure oder je nach analysierten Substanzen mit entsprechenden Lösungsmitteln reinigen.
2. Wird die Mischkammer mit einer verdünnten Mineralsäure gereinigt, anschließend gründlich mit destilliertem Wasser spülen.

### 5.4.5 Siphon reinigen

1. Mit Salpetersäure, verdünnter Mineralsäure oder je nach analysierten Substanzen mit entsprechenden Lösungsmitteln reinigen. Kanäle mit Rundbürste säubern.
2. Wird der Siphon mit einer verdünnten Mineralsäure gereinigt, anschließend gründlich mit destilliertem Wasser spülen.
3. Schwimmerbehälter spülen.

### 5.4.6 Brenner-Zerstäuber-System zusammenbauen



#### WARNUNG

Explosionsgefahr bei undichten Gasanschlüssen!

Bei Anschluss der Versorgungsschläuche auf Richtigkeit des Anschlusses achten. Dichtringe einsetzen und Dichtheit prüfen. Alle Verschraubungen nur handfest anziehen.



#### VORSICHT

Niemals die Acetylen-Lachgas-Flamme für die Justierung des Brenner-Zerstäuber-Systems verwenden! Wenn die Gasflussrate verändert wird, kann die Flamme mit einem lauten Knall in die Mischkammer zurückschlagen.

Arbeitsschritte Zusammenbauen

1. Alle Dichtringe auf Kammerkopf, Anschlüssen und Zerstäuber prüfen, verschlissene Dichtringe austauschen, Dichtringe aufziehen, auf korrekten Sitz achten.
2. Flügelrad am Griff halten und in das Mischkammerrohr einsetzen. Durch leichten Druck arretieren.
3. Mischkammerteile (Kammerrohr und Kammerkopf) zusammenstecken, Seiten fluchtend ausrichten und verschrauben (3 in Bild 59 S. 93).

4. Siphonsensor (11 in Bild 60 S. 94) in den Siphon schrauben. Siphon an Kammerkopf stecken, Seiten fluchtend ausrichten, mit Rändelschraube (9 in Bild 60) befestigen.
5. Sicherheitsstopfen (1 in Bild 60) am Kammerrohr stecken.
6. Anschlüsse für Brenngas und Zusatzoxidans (5 in Bild 60) in den Mischkammerkopf mit Dichtringen einschrauben.
7. Zerstäuber (8 in Bild 60) in den Kammerkopf stecken und mit dem Arretierungsring befestigen.

**Hinweis:** Lässt sich der Zerstäuber nur schwer in den Kammerkopf stecken, die Dichtringe leicht mit dem mitgelieferten Fett (Apiezon-Fett) fetten.

8. Mischkammer-Zerstäuber-System an der Höhenverstelleinheit mit dem Haltebügel befestigen (10 in Bild 59). Die Markierung muss über der Kante der Haltevorrichtung liegen. Rändelschraube am Haltebügel fest anschrauben.
9. Kabel des Siphon-Sensors (4 in Bild 59) in den Anschluss (auf Nase achten) und festschrauben.
10. Brenner auf das Mischkammerrohr aufsetzen und gegen Anschlag 0° drehen. Mit Stiftschraube klemmen.
11. Schlauch für Brenngas (rot) an Stutzen schrauben.
12. Schlauch für Zusatzoxidans (schwarz) an Stutzen schrauben.
13. Schlauch für Oxidans (blau) an Zerstäuberstutzen anschließen.

#### Empfindlichkeitskontrolle Justierung

1. In der Software ASpect LS mit der Schaltfläche  das Fenster FLAMME - KONTROLLE aufrufen.
2. Das Verhältnis Oxidans/Brenngas einstellen.  
**Vorsicht!** Die Justierung niemals mit  $C_2H_2 - N_2O$  durchführen. Wenn die Gasflussrate verändert wird, kann die Flamme mit einem lauten Knall in die Mischkammer zurückschlagen.
3. Den Brennerkopf in Höhe und Parallelität zur optischen Achse ausrichten.
4. Mit der Schaltfläche [FLAMME ZÜNDEN] die Flamme zünden.
5. Die Karte Manuelle Optimierung öffnen.
6. Eine Testlösung, z.B. Cu (2 mg/L) über den Zerstäuber ansaugen lassen, die fortlaufende Messwertanzeige starten. Signal bewerten.
7. Falls die Empfindlichkeit nicht erreicht wird, Zerstäuber nachjustieren: Kontermutter (3 in Bild 65) lösen.  
Kanüle mit Verstellmutter (4 in Bild 65) in der Tiefe verstellen.
8. Nach Abschluss des Justiervorgangs Einstellung mit Kontermutter (3 in Bild 65) sichern.

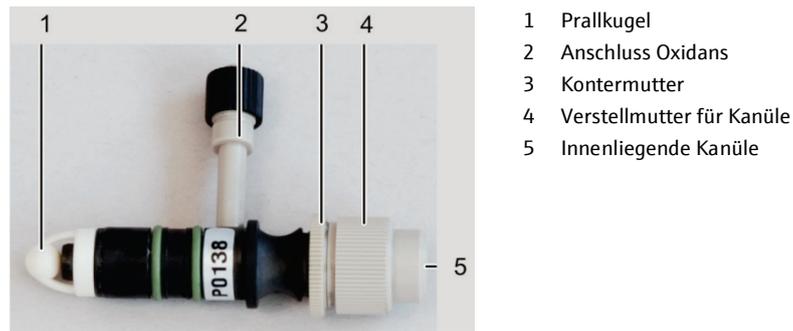


Bild 65 Einzelteile des Zerstäubers

### 5.4.7 Sensor für Brenner-Erkennung reinigen

Über eine Sensorik wird überwacht, ob der Brenner vor dem Zünden der Flamme auf dem Mischkammerhals aufgesetzt ist. Die Öffnungen in der Sensorik sind zu reinigen, wenn

- sich Ablagerungen in den Öffnungen befinden (z. B. Salzverkrustungen)
  - das Programm eine Fehlermeldung ausgibt, obwohl der Brenner auf dem Mischkammerrohr montiert ist.
1. Brenner-Zerstäuber-System festhalten, Rändelschraube am Haltebügel des Mischkammerrohrs (10 in Bild 59) abschrauben, Haltebügel nach hinten schwenken, System herausnehmen und sicher abstellen.
  2. Sensoröffnung vorsichtig mit einer kleinen Bürste (z. B. Zahnbürste) mit Alkohol, z. B. Isopropanol, reinigen.
  3. Sensoröffnung trocknen lassen.
  4. Brenner-zerstäuber-System wieder in der Höhenverstellung montieren.

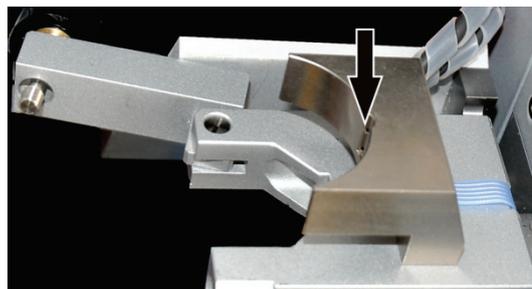


Bild 66 Öffnungen der Sensorik für die Brenner-Erkennung

## 5.5 Probengeber AS-GF

Folgende Wartungsarbeiten sind am AS-GF auszuführen:

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

### 5.5.1 Dosierschlauch spülen

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

1. ZEEnit 700 P einschalten und Software ASpect LS starten.
2. In ASpect LS mit  das Fenster PROBENGEBER öffnen.
3. Spülvorgang mit der Schaltfläche [SPÜLEN] starten.

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

4. Im Fenster FUNKTIONSTEST Schaltfläche [PROBENGEBER AUSRICHTEN] aktivieren.

Im Bereich ZU JUSTIERENDE POSITION die Option SPÜLPOSITION aktivieren.

Im Bereich JUSTIERUNG SPÜLPOSITION Tauchtiefe im Listenfeld eingeben (ca. 40 mm). Ausrichtung des Schwenkarms mit den Pfeiltasten korrigieren. Einstellungen speichern und Fenster schließen.

**Achtung:** Beim erneuten Aufrufen des Fensters [PROBENGEBER AUSRICHTEN] erscheint unter TIEFE der Wert 13 MM, nicht der gespeicherte Wert.

5. Spülvorgang gegebenenfalls mehrfach wiederholen.

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

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

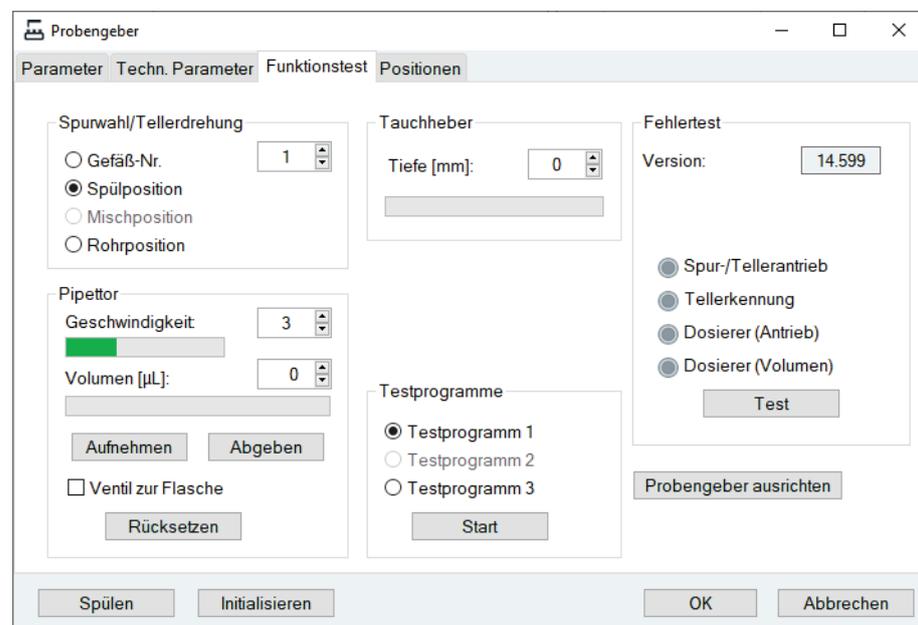


Bild 67 Fenster "Probengeber / Funktionstest" in der Software ASpect LS

## 5.5.2 Dosierschlauch warten

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

Wartungsarbeiten sind:

- Dosierschlauch reinigen
- Dosierschlauch kürzen
- Dosierschlauch wechseln

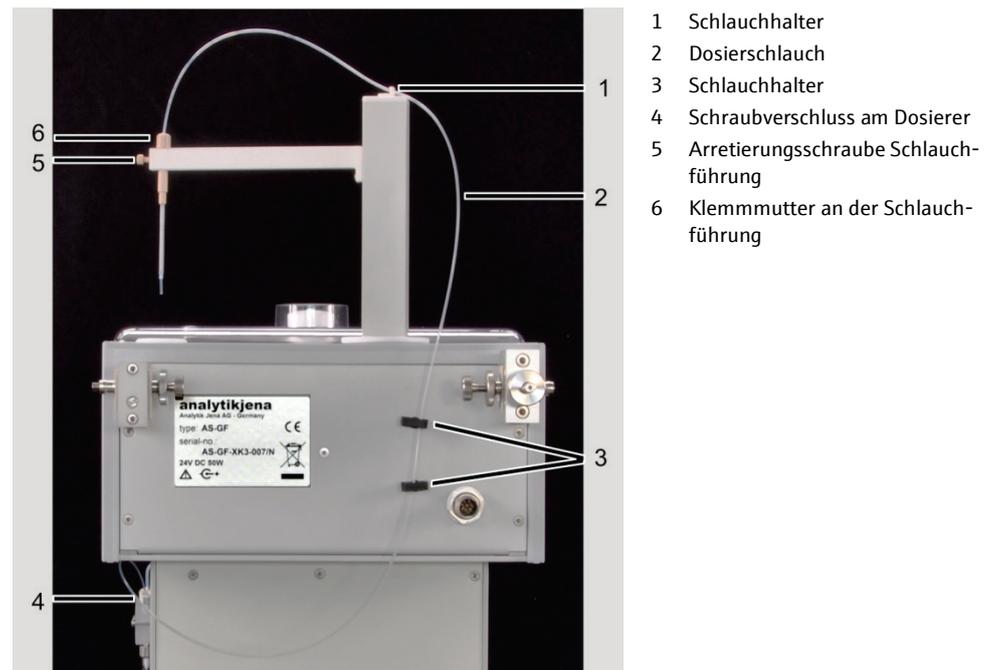


Bild 68 Dosierschlauch am AS-GF

### Dosierschlauch reinigen

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

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

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

1. Natriumhypochlorit-Lösung in ein 5-mL-Sondergefäß füllen und die Probentellerposition 101 damit bestücken.
2. ZEEnit 700 P einschalten und Software ASpect LS starten.
3. In ASpect LS mit  das Fenster PROBENGEBER öffnen. Auf die Karte FUNKTIONSTEST (Bild 67 S. 100) wechseln.
4. Im Bereich SPURWAHL/TELLERDREHUNG im Listenfeld "101" eingeben und die Option GEFÄß-NR. aktivieren. Der Probengeberarm bewegt sich zur Pos. "101".
5. Im Bereich TAUCHHEBER im Listenfeld TIEFE mit den Pfeiltasten den Probengeberarm in das Sondergefäß absenken (ca. 50 mm).

**Hinweis:** Probengeber senkt sich nur bei Betätigen der Pfeiltasten ab. Deshalb nach direkter Werteingabe in das Listenfeld noch einmal Pfeiltasten betätigen!

6. Im Bereich PIPETTOR im Listenfeld VOLUMEN [ $\mu\text{L}$ ] mit den Pfeiltasten das aufzunehmende Volumen einstellen (ca. 100 - 200  $\mu\text{L}$ ). Das Volumen kann in 50  $\mu\text{L}$ -Schritten eingestellt werden.
7. Schaltfläche [AUFNEHMEN] betätigen. Der Probengeber füllt den Dosierschlauch mit der Reinigungsflüssigkeit.
8. Reinigungsflüssigkeit ca. 20 min einwirken lassen.
9. Im Bereich SPURWAHL/TELLERDREHUNG die Option SPÜLPOSITION aktivieren.
10. Probengeberarm bewegt sich zum Spülgefäß.
11. Im Bereich TAUCHHEBER im Listenfeld Tiefe mit den Pfeiltasten den Probengeberarm in das Spülgefäß absenken (ca. 40 mm). Bei direkter Werteingabe in das Listenfeld noch einmal Pfeiltasten betätigen.
12. Mit Schaltfläche [ABGEBEN] den Dosierschlauch in das Spülgefäß entleeren.
13. 5 Spülzyklen starten. (5 x Schaltfläche [SPÜLEN] betätigen).

Dosierschlauch des AS-GF kürzen

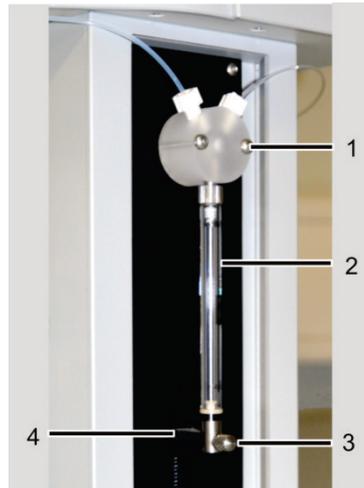
1. Klemmmutter an der Schlauchführung (6 in Bild 68) lockern und Dosierschlauch nach oben herausziehen.
2. Dosierschlauch mit einer Rasierklinge oder Skalpell im Winkel von 10° bis 15° schräg abschneiden.
3. Dosierschlauch so weit in Schlauchführung schieben, bis der Dosierschlauch ca. 8 mm unten herausragt.
4. Dosierschlauch mit Klemmmutter arretieren.
5. Injektionstiefe der Probe neu justieren (→ Abschnitt "AS-GF justieren" S. 67).

Dosierschlauch des AS-GF wechseln

1. Klemmmutter an der Schlauchführung (6 in Bild 68) lockern und Schlauch herausziehen. Schlauch aus den Schlauchhaltern am Probengeberarm und an der Rückseite des Probengebers (1 und 3 in Bild 68) herausnehmen.
2. Schraubverschluss am T-Ventil des Dosierers (4 in Bild 68) lösen.
3. Neuen Dosierschlauch am Ventil festschrauben und durch die Schlauchhalter führen.
4. Dosierschlauch so weit in die Schlauchführung schieben, bis er 8 mm unten herausragt, mit Klemmmutter arretieren.
5. Injektionstiefe der Probe neu justieren (→ Abschnitt "AS-GF justieren" S. 67).

### 5.5.3 Dosierspritze wechseln

Die folgenden Ausführungen gelten für die Probengeber AS-GF (Graphitrohr) und AS-FD (Flamme). Die Dosierer unterscheiden sich lediglich in der Größe der Dosierspritze (500 bzw. 5000  $\mu\text{L}$ ).



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

Bild 69 Dosierer an AS-GF und AS-FD

1. ZEEnit 700 P einschalten und Software ASpect LS starten. Im Fenster QUICKSTART Technik auswählen: GRAPHITROHR (AS-GF) oder FLAMME (AS-FD).
2. Mit  das Fenster PROBENGEBER öffnen. Auf die Karte FUNKTIONSTEST wechseln.
3. Im Bereich PIPETTOR im Listenfeld VOLUMEN [µL] mit den Pfeiltasten ein aufzunehmendes Volumen einstellen (AS-GF: 500 µL; AS-FD 5000 µL).

Geschwindigkeit auf 6-7 erhöhen.

4. Schaltfläche [AUFNEHMEN] betätigen. Der Kolben der Dosierspritze bewegt sich nach unten.
5. Befestigungsschraube (3 in Bild 69) abschrauben.
6. Dosierspritze (2 in Bild 69) vom Ventil abschrauben und entnehmen.
7. Neue Dosierspritze am Ventil anschrauben.
8. Kolben vorsichtig nach unten ziehen, bis die Öse am Kolbenende deckungsgleich mit dem Loch in der Antriebsstange ist.
9. Kolben mit der Befestigungsschraube fingerfest an die Antriebsstange schrauben.  
**Achtung:** Materialschäden bei zu großer Kraftaufwendung! Schraube nicht zu fest anziehen.
10. Im Fenster **Probengeber** auf Schaltfläche [INITIALISIEREN] klicken.  
Der Kolben des Dosierers bewegt sich in die Ausgangsstellung zurück.

#### 5.5.4 Reinigen nach Gefäßüberlauf

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

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

## 5.6 Autosampler AS-F, AS-FD

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

- Probenwege spülen
- Mischgefäß spülen
- Kanüle(n) am Probengeberarm wechseln
- Ansaugschlauch und Dosierschlauch wechseln
- Dosierspritze wechseln wie bei AS-GF (→ Abschnitt "Dosierspritze wechseln" S. 102)
- Reinigung, nachdem Spülgefäß oder Mischgefäß übergelaufen sind

### 5.6.1 Probenwege spülen

1. In der Software ASpect LS mit  das Fenster FLAMME öffnen; Flamme zünden.
2. Mit  das Fenster PROBENGEBER öffnen.
3. Auf der Karte PARAMETER im Eingabefeld SPÜLZEIT SPÜLGEFÄß ca. 60 s einstellen.
4. Spülvorgang mit der Schaltfläche [SPÜLEN] starten.

Die Kanüle des Probengebers taucht in das Spülgefäß. Die Spülflüssigkeit wird durch das System gesaugt.

### 5.6.2 Mischgefäß des AS-FD spülen

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

Mischgefäß vor und nach der Messung spülen

1. In ASpect LS mit  das Fenster PROBENGEBER öffnen.
2. Auf der Karte PARAMETER in der Gruppe SPÜLEN MISCHGEFÄß ein Volumen von 25 mL eingeben.
3. Mit der Schaltfläche [START] den Spülvorgang starten.
4. Den Spülvorgang gegebenenfalls mehrmals wiederholen.

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

System vor längerer Außerbetriebnahme spülen

Wurden dem Verdünnungsmittel (bidestilliertes oder angesäuertes bidestilliertes Wasser) Salze zugegeben, müssen Dosierer und Ventil vor längerer Außerbetriebnahme mit Methanol oder Ethanol gespült werden. Andernfalls kann es auch hier zu Verkrustungen und damit Verstopfungen kommen.

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

### 5.6.3 Kanülen mit Führung am Probengeberarm wechseln

Kanülen am Probengeberarm AS-FD wechseln

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

1. Schläuche von den Kanülen abziehen.
2. Feststellschraube am Probengeberarm lockern.
3. Kanülenführung mit Kanülen nach oben herausziehen.
4. Führung mit den neuen Kanülen in den Probengeberarm einführen und mit der Feststellschraube befestigen.

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

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

Kanüle am Probengeberarm des AS-F wechseln

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

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

**Bruchgefahr!** Höhe der Kanülen so einstellen, dass sie 1-2 mm oberhalb des Spülgefäßes enden.

4. Ansaugschlauch auf die neue Kanüle stecken.

### 5.6.4 Ansaugschlauch wechseln

Ist der Ansaugschlauch kontaminiert, muss er gewechselt werden.

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

### 5.6.5 Schlauchset für Verdünnungsmittel und Spülflüssigkeit am AS-FD wechseln

1. Dosierschlauch für Verdünnungsmittel von der dickeren Kanüle am Probengeberarm abziehen und durch die Schlauchführung fädeln (8 in Bild 41 S. 72).
2. Schlauch für Spülflüssigkeit an der Rückseite des Probengebers lösen (5 in Bild 42 S. 74).
3. Die ummantelten Schläuche aus der Befestigungslasche auf der Rückseite des Probengebers ziehen.
4. Schlauch für Spülflüssigkeit aus der Vorratsflasche ziehen.
5. Dosierschlauch vom Umschaltventil abschrauben (3 in Bild 43 S. 74).
6. Neues Schlauchset mit Dosierschlauch (Kennzeichnung „1“) am Umschaltventil anschrauben und ummantelte Schläuche mit der Befestigungslasche auf der Rückseite des Probengebers befestigen.

7. Den Schlauch mit der Kennzeichnung „2“ in die Vorratsflasche für Spülflüssigkeit einführen.
8. Den Schlauch für Spülflüssigkeit an der Rückseite des Probengebers festschrauben.
9. Das zweite Ende des Dosierschlauchs durch die Schlauchführung auf die dickere Kanüle des Probengeberarms schieben.

### 5.6.6 Reinigen nach Gefäßüberlauf

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

1. Messablauf sofort stoppen.
2. Flüssigkeit mit Zellstoff oder Wischtuch aufsaugen. Oberfläche trocken wischen.
3. **Spülgefäß:** Selbstständigen Abfluss herstellen, d.h. Knickstelle im Ablaufschlauch beseitigen bzw. Eintauchen des Ablaufschlauchs in die Flüssigkeit in der Abfallflasche verhindern.
4. **Mischgefäß (nur bei AS-FD):**  
Mit  das Fenster PROBENGEBER öffnen. Auf die Karte FUNKTIONSTEST wechseln. Im Bereich PUMPEN Kontrollkästchen MISCHGEFÄßPUMPE aktivieren, um Pumpe zu starten.

Pumpe laufen lassen, bis die Flüssigkeit abgepumpt ist.

Kontrollkästchen MISCHGEFÄßPUMPE deaktivieren, um Pumpe zu stoppen.

## 5.7 Mobiles Kühlaggregat KM 5

**Hinweis:** Beachten Sie die Wartungs- und Pflegehinweise in der separaten Bedienungsanleitung „Kühlmobil KM 5“.

Wartungsarbeiten

- Vierteljährlich Füllstand und Sauberkeit der Kühlflüssigkeit prüfen.
- Bei auftretenden Luftblasen im Kühlkreislauf (erkennbar an Geräuschen) den Wasserstand prüfen.

Leeren

1. Ein 5 Liter fassendes Auffanggefäß bereithalten.
2. Bei ausgeschaltetem ZEEnit 700 P den Rücklaufschlauch des KM 5 (Anschluss ist am KM 5 gekennzeichnet) in das Auffanggefäß halten.
3. KM 5 einschalten.
  - ✓ Der Umlaufkühler wird leergepumpt.

Füllen und entlüften

1. Deckel am KM 5 öffnen und Verschluss der Einfüllöffnung abnehmen.
2. Mit Einfülltrichter 5 L enthärtetes Wasser (bis ca. 5 cm unterhalb des Deckels) einfüllen.
3. Den Rücklaufschlauch in den Kühlmittelbehälter des KM 5 stecken.
4. KM 5 einschalten. Pumpe der Umlaufkühlung so lange laufen lassen, bis das rückfließende Wasser frei von Luft ist. Gegebenenfalls das KM 5 mehrmals aus- und einschalten.

5. KM 5 ausschalten. Rücklaufschlauch wieder an KM 5 stecken. Einfüllöffnung und Deckel des KM 5 schließen.

## 5.8 Kompressor

**Hinweis:** Beachten Sie die Wartungs- und Pflegehinweise in der separaten Bedienungsanleitung „Kompressor JUN-AIR 6/S“.

Wartungsarbeiten

- Druckbehälter und Flüssigkeitsabscheider am Filterdruckminderer:  
Wöchentlich durch Öffnen des Entwässerungshahnes öliges Kondenswasser aus dem Druckbehälter (Kessel) ablassen.  
Wöchentlich durch Drücken des Stiftes am Boden des Flüssigkeitsabscheiders öliges Kondenswasser aus dem Filterdruckminderer ablassen.



### VORSICHT

Spritzgefahr! Der Kessel steht unter Druck. Um ein Spritzen zu vermeiden, Schlauch auf den Hahn stecken, Hahn langsam öffnen und Flüssigkeit vorsichtig in eine Abfallflasche ablassen.

- Ansaugfilter reinigen:  
Ein verschmutzter Ansaugfilter vermindert die Leistung des Kompressors. Filter monatlich kontrollieren, halbjährlich reinigen bzw. auswechseln.
- Öl nachfüllen/Ölwechsel:  
**Hinweis:** Nur Spezialöl SE-32 verwenden! Altöl vorschriftsmäßig entsorgen!  
Ölstand am Sichtfenster wöchentlich kontrollieren. Bei Bedarf Öl nachfüllen. Alle 12 Monate Öl wechseln.
  - Dazu Rippendeckel nach Lösen der 4 Schrauben entfernen.
  - Behälter so weit neigen, dass Öl vollständig ablaufen kann. Dabei Motorblock mit einer Hand gegen Herausfallen sichern.
  - Verunreinigungen aus dem Gehäuse entfernen.
  - O-Ring am Rippendeckel prüfen, ggf. ersetzen; Dichtflächen reinigen.
  - Etwa 0,6 L Öl (SE-32) auffüllen.
  - Rippendeckel montieren. Im Betrieb Dichtigkeit des Rippendeckels prüfen.

## 5.9 Injektionsmodul SFS 6

Die Schläuche des Injektionsmoduls austauschen,

- wenn Kontaminationen auftreten
  - bei verminderter Empfindlichkeit durch verminderte Ansaugrate.
1. PTFE-Schläuche aus dem Ventil herausschrauben.
  2. Neue PTFE-Schläuche zugeordnet einschrauben.

## 5.10 Versorgungsanschlüsse

Gasanlage auf Dichtheit prüfen:

- Wöchentlich als Sicherheitsüberprüfung.
  - Wenn in der Gasversorgungsanlage nach Schließen des Sperrhahns das nachgeschaltete Manometer deutlichen Druckabfall zeigt.
  - Wenn bei erneuter Inbetriebnahme ein Gasanschluss geöffnet wurde.
1. Anschlüsse mit stark schäumender Flüssigkeit einpinseln (z. B. Seifenlösung). Bilden sich bei Inbetriebnahme Schaumbläschen an den Gasanschlüssen, ZEEnit 700 P ausschalten und Gaszufuhr abstellen.
  2. Gasanschlüsse abschrauben und auf Sitz überprüfen. Sind Dichtungsringe vorhanden, diese überprüfen. Verschlissene Dichtungsringe wechseln.
  3. Gasanschlüsse fest anschrauben, dabei auf korrekten Sitz achten und erneut auf Dichtheit prüfen.

## 6 Transport und Lagerung

Hilfsmittel

- 4 Tragegriffe
- Maulschlüssel 19 mm (im Lieferumfang)



### VORSICHT

Verletzungsgefahr! Das ZEEnit 700 P wiegt 225 kg. Gerätetransport nur mit 4 Personen und fest eingeschraubten Tragegriffen.



### VORSICHT

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



### BEACHTEN

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

Transportieren Sie das ZEEnit 700 P nur in der Originalverpackung. Sichern Sie darüber hinaus den Monochromator mit der Transportsicherung.

1. Alle Komponenten deinstallieren, siehe Kapitel "Installation und Inbetriebnahme" S. 43. Sicherstellen, dass der Ablaufschlauch aus dem Probenraum entfernt wurde.
2. Probenraumtür Flamme entfernen.
3. Die Gasversorgung vor den Geräteanschlüssen schließen.
4. Die Gasanschlüsse an der Rückseite des ZEEnit 700 P lösen:
5. Argonschlauch, Luftschlauch und Lachgasschlauch von Oliven lösen.
  - Für Gasanschluss Acetylen Maulschlüssel 19 mm verwenden. Linksgewinde!
  - Für Gasanschluss Acetylen Maulschlüssel 19 mm verwenden. Linksgewinde!
6. Schnellverschlüsse der Kühlmittelschläuche lösen.
7. Elektrische Anschlüsse lösen.



### BEACHTEN

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

8. Mobiles Kühlaggregat leeren (→ Abschnitt "Mobiles Kühlaggregat KM 5" S. 106)
9. Vier Stopfen aus den Bohrungen für Tragegriffe auf beiden Geräteseiten entfernen und aufbewahren.
10. Vier Tragegriffe fest bis Anschlag in die Bohrungen einschrauben.

## 7 Entsorgung

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

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

Das ZEEnit 700 P mit seinen elektronischen Komponenten ist nach Ablauf der Lebensdauer nach den geltenden Bestimmungen als Elektronikschrott zu entsorgen.

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

## 8 Spezifikationen

### 8.1 Technische Daten

#### 8.1.1 Daten zum ZEEnit 700 P

Techniken	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Graphitrohrtechnik gelöster und fester Proben im Einstrahlbetrieb mit Zeeman- oder Deuterium-Untergrundkorrektur.</li> <li>▪ Flammentechnik im Einstrahl- oder Zweistrahlbetrieb mit Deuterium-Untergrundkorrektur.</li> <li>▪ Hydrid- und Hg-Kaltdampftechnik im Einstrahlbetrieb mit Deuterium-Untergrundkorrektur.</li> <li>▪ HydrEA-Technik im Einstrahlbetrieb mit Deuterium-Untergrundkorrektur.</li> </ul>						
Untergrundkorrektur	<p>Zeeman-Untergrundkorrektur: Transversal angeordnetes und mikroprozessormoduliertes, unipolares Magnetfeld mit 3 Korrekturmodi:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ 2-Feld-Technik: Der maximale Feldwert ist in Stufen zwischen 0,5 und 1 Tesla wählbar.</li> <li>▪ 3-Feld-Technik: Feldwerte sind in Stufen zwischen 0,1 und 0,95 Tesla wählbar.</li> <li>▪ Dynamik-Mode</li> </ul> <p>Deuterium-Untergrundkorrektur mit strom geregelter D2HKL</p>						
Photometer	<p>Einstrahlanordnung mit Zweistrahl-Basislinienstabilität oder Zweistrahlanordnung mit Strahlteiler und rotierendem Sektorspiegel zur Einkopplung des Referenzstrahlenganges</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Hohe Lichtausbeute</li> <li>▪ Quarzvergütete Spiegeloptik</li> <li>▪ Weitbereichs-Photovervielfacher R928, 9-stufig</li> <li>▪ Quarzpolarisator mit Antireflexbeschichtung und UV-optimierter Transmission, aus dem Strahlengang herausfahrbar</li> </ul>						
Monochromator	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="padding: 5px;">Aufstellung</td> <td style="padding: 5px;">Modifizierte Czerny-Turner-Anordnung mit ebenem Hologitter, automatische Einstellung von Wellenlänge und Spaltbreite</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Wellenlängenbereich</td> <td style="padding: 5px;">185 bis 900 nm</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Spaltbreite</td> <td style="padding: 5px;">0,2 nm, 0,5 nm, 0,8 nm, 1,2 nm</td> </tr> </table>	Aufstellung	Modifizierte Czerny-Turner-Anordnung mit ebenem Hologitter, automatische Einstellung von Wellenlänge und Spaltbreite	Wellenlängenbereich	185 bis 900 nm	Spaltbreite	0,2 nm, 0,5 nm, 0,8 nm, 1,2 nm
Aufstellung	Modifizierte Czerny-Turner-Anordnung mit ebenem Hologitter, automatische Einstellung von Wellenlänge und Spaltbreite						
Wellenlängenbereich	185 bis 900 nm						
Spaltbreite	0,2 nm, 0,5 nm, 0,8 nm, 1,2 nm						

Lampenwechsler für HKL	PC-gesteuerter 8fach-Lampenwechsler für vollautomatischen Betrieb mit einer Schreib-Lese-Einheit für den Einsatz codierter Lampen.	
Hohlkatodenlampen HKL, codiert	Lampentyp: Glimmentladungslampen für 68 Elemente mit Linienstrahlung im UV/VIS-Bereich; der Einsatz uncodierter Lampen ist möglich.	
	Lampenstrom	2 bis 20 mA
	Betriebsart	elektrische Taktung <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ im Zeemann-Betrieb 2-und 3-Feld-Mode 200 Hz</li> <li>▪ im D<sub>2</sub>-Graphitbetrieb und Hydrid-Betrieb 100 Hz</li> <li>▪ im Flammen-Betrieb 50 Hz</li> </ul>
	Stromversorgung	2 Netzteile, stromstabilisiert <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ für aktive Lampe</li> <li>▪ zum Vorheizen</li> </ul>
Super-Hohlkatodenlampen, codiert	<b>Achtung!</b> Nur 10 V Superhohlkathodenlampen der Analytik Jena verwenden! Lampentyp: Glimmentladungslampen mit Zusatzentladung. Linienstrahler im UV/VIS-Bereich; der Einsatz uncodierter Lampen ist möglich.	
	Lampenstrom	2 bis 20 mA
	Booststrom	0 bis 50 mA
	Betriebsart	elektrische Taktung <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ im Zeemann-Betrieb 2-und 3-Feld-Mode 200 Hz</li> <li>▪ im D<sub>2</sub>-Graphitbetrieb und Hydrid-Betrieb 100 Hz</li> <li>▪ im Flammen-Betrieb 50 Hz</li> </ul>
Deuterium-Hohlkatodenlampe D2HKL	Lampentyp: Glimmentladungslampe mit Kontinuumstrahlung im UV-Bereich	
	Lampenstrom	5 bis 35 mA
	Betriebsart	elektrische Taktung <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ im Graphitbetrieb und Hydrid-Betrieb 100 Hz</li> <li>▪ im Flammen-Betrieb 50 Hz</li> </ul>
Analytische Betriebsarten in Absorption	Gesamtabsorption spezifische und unspezifische Absorption	
Anzeigebetriebsarten	Extinktion	-0,01 bis 3,00
	Konzentration	Wertebereich 5-stellig (0,001 bis 99999), Einheit frei wählbar
	Emission	0 bis 1; im Flammenbetrieb möglich
	normierte Energie	0 % bis 100 %

Messwertverarbeitung	Messfrequenz (Einzelwertfolge)	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ im Zeeman-Betrieb 2-Feld-Mode 150 Hz</li> <li>▪ im Zeeman-Betrieb 3-Feld-Mode 200Hz</li> <li>▪ im D<sub>2</sub>-Graphit-Betrieb und Hydrid-Betrieb 100 Hz (korrigierte Einzelwerte)</li> <li>▪ Flammen-Betrieb 100 Hz (korrigierte Einzelwerte)</li> </ul>
	Signalerfassung	Auf Signal-Rausch-Verhältnis optimiertes Mikroprozessor-Messwernerfassungssystem auf Basis der Correlated Double Sampling Technik (CDS-Technik)
	Signalauswertung, Integrationsart	Mittelwert Wiederholter Mittelwert Maximalwert: Maximalwert der Extinktion Integralwert: zeitintegrierte Extinktion
	Integrationszeit	0,1 bis 600 s
	Nullabgleich (AZ- Messzeit)	0,1 bis 600 s
	Verzögerung	0 bis 600 s
	Energie-Messzeit	0,3 s
	Glättung	3-stufig: aus, schwach, stark
	Arten der Messwertdar- stellung	Extinktion, Emission, Konzentration
	Anzahl der Digits	3, 4 oder 5
	Einheiten der Konzentra- tion	mg/L, µg/mL, ng/mL, µg/L, ng/L oder anwenderdefiniert
	Ergebnisanzeige Fenster	Alphanumerische Werte Balkendarstellung integrierter Werte (Bargraph) Zeitlicher Verlauf des Einzel-Peaks Überlagernde Peak-Grafik Überblick über Peak-Verläufe
	Spezielle Fenster	Temperatur-Zeit-Programm (Ofenprogramm) Optimierung des Ofenprogramms Hg/Hydrid-Report Konzentrationswerte in der Bezugskurve Peak-Verläufe mit variablen Integrationsgrenzen
	QC- Fenster (Quality Check)	QC-Blindwert – Leerwert -Regelkarte QC-Kontrollproben – Mittelwert-Regelkarte – Wiederfindungs-Regelkarte QC-Doppelbestimmung Probe/Matrix – Differenzen-Regelkarte (Trend-Regelkarte) – Spannweite-Regelkarte (Range-Regelkarte) – Präzisions-Regelkarte (SD-Regelkarte) QC-Aufstocken Probe – prozentuale Wiederfindungsrate-Regelkarte
Statistik-Methoden	Sigma-Statistik – Mittelwertbildung mit Standardabweichung (SD), Relativer	

		Standardabweichung (RSD) Median-Statistik – Medianwert mit Spannweite (R) und relativer Spannweite (R %)
	Vertrauensintervall	wahlweise: absolut, relativ oder abschaltbar wählbarer Vertrauensbereich: 68,3 % (1 $\sigma$ ) 90 % (1,6 $\sigma$ ) 95,4 % (2 $\sigma$ ) 99 % (2,6 $\sigma$ ) 99,7 % (3 $\sigma$ ) 99,9 % (3,6 $\sigma$ )
Kalibrierung	Kalibrierverfahren	Standard-Kalibrierung (Rekalibrierung) Eingabelungsverfahren Standard-Addition (für Feststofftechnik 3-D-Darstellung) Additions-Kalibrierung
	Anpassen der Bezugskurve	linear, variable Gewichtsfunktionen nichtlinear, variable Gewichtsfunktionen
	Anzahl Standards	1 bis 30
	Anzahl Additions- Konzentrationen	1 bis 30
	Rekalibrierung	Zwei-Punkt-Rekalibrierung mit Angabe des Rekalibrierfaktors
	Stromversorgung	Versorgungsspannung
Frequenz		50/60 Hz
Netzabsicherung installa- tionsseitig im Gebäude		Schmelzsicherung 35 A träge Keine Sicherungsautomaten!
Mittlere typische Leis- tungsaufnahme		2100 VA
Maximale Strom- aufnahme		52 A über 8 s bzw. 85 A über 1 s
Ausgangssteckdose		wie Eingangssteckdose (230 V ~) zum Anschluss des Zubehörs: PC, Drucker, Hydridsystem
Überspannungskategorie		II nach DIN EN 61010-1
Verschmutzungsgrad		2 nach DIN EN 61010-1
Schutzklasse		I
	Schutzart	IP 20
Gerätesicherungen	Netzeingangssicherung: Die Netzeingangssicherungen dürfen nur durch den Kunden- dienst der Analytik Jena oder durch von der Analytik Jena autorisierte Personen ge- wechselt werden.	

gL-G-Sicherungseinsätze (10×38 mm<sup>2</sup>) nach 60947-3.

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

G-Sicherungseinsätze (5×20 mm<sup>2</sup>) nach IEC 60127.

Nummer der Sicherung	Typ	Gesicherter Stromkreis
F3 / F4	T 6,3 A/H	Steckdose für externes Zubehör
F5 / F6	T 2,5 A/H	Primärseite Trafo, NTL
F7 / F8	T 6,3 A/H	Magnetstromversorgung
F9	T 0,08 A	D2-HKL
F10	T 0,25 A	HKLs
F11	T 0,08 A	Booststrom
F12	T 1 A	Heizung für Booststrom
F13	T 0,032 A	Analog
F 14	T 3,15	Glühwendel

Interne Sicherungen

Nummer der Sicherung	Typ	Gesicherter Stromkreis
F1 intern	TR5-T 100 mA	Messleitung ZEEmanofen
F1 intern MagSV	FF 4 A/H	Magnetstromversorgung

Umgebungsbedingungen

nach DIN ISO 90022-2:2003 / 01

Korrosionsschutz	Gegen die zum Einsatz kommenden Analyseproben ist das Gerät korrosionsfest
Arbeitstemperatur	+10 °C bis +35 °C
Luftfeuchte im Betrieb	Max. 90 % bei +30 °C
Lagertemperatur	-40 °C bis +70 °C (Trockenmittel verwenden)

Maße und Gewichte

Masse	225 kg
Abmessungen (B x H x T):	1180 mm x 650 mm x 735 mm
Gerätetransport	Nur mit zugehörigen, fest eingeschraubten Transportgriffen möglich

### 8.1.2 Mindestanforderungen der Software ASpect LS

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

### 8.1.3 Daten zur Graphitrohrtechnik

Graphitrohrföfen	Probenart	Gelöst Fest
	Rohrtyp	IC-Rohr (Wandatomisierung) IC-Rohr mit 1-PIN-Plattform IC-Rohr Feststoff Alle Rohrtypen sind pyrobeschichtet.
	Volumen	max. 50 µL
	Temperatureinstellung	Temperatur zwischen Raumtemperatur und 3000 °C, in Schritten von 1 °C einstellbar
	Temperatur-Zeit-Programmierung (Ofenprogramm)	bis zu 20 Schritte innerhalb festgelegter Grenzen frei programmierbar, 0 bis 999 s/Schritt, in Abständen von 1 s Temperaturanstieg: 1 °C/s bis 3000 °C/s linear und maximale nichtlineare Rampen (Full Power FP / No Power NP) Regelung von Inertgas und Zusatzgas Einfügen von Injektions- und Anreicherungsschritten Festlegen des Startpunktes für Auto-Zero und Integration
	Kühlwasser	min. 2,5 L/min, sedimentfrei 20 °C bis 40 °C
	Inertgas	Argon 4.8 und besser Zulässige Bestandteile: Sauerstoff ≤ 3 ppm Stickstoff ≤ 10 ppm Kohlenwasserstoffe ≤ 0,5 ppm Feuchte ≤ 5 ppm Verbrauch: max. 2 L/min (abhängig vom Temperatur-Zeit-Programm) Eingangsdruk: 600 ... 700 kPa
	Sicherheitskreise für Schutz vor	Überhitzung Trafo der Ofenheizung Überhitzung der Magnetspulen Graphitrohrbruch Überhitzung des Graphitrohrföfens Betrieb bei geöffnetem Graphitrohrföfen Betrieb mit zu geringem Kühlwasserfluss Betrieb mit zu geringem Eingangsdruk Inertgas Fehlfunktionen des Magnetsteuer- und Versorgungssystems
	Probengeber AS-GF	Probengeber mit Verdünnungsfunktion, komplette PC-Steuerung
	Probenteller	108 Positionen
ProbengefäÙe	100 Stück, 1,5 mL	
SondergefäÙe	8 Stück, 5 mL	
Pipettiervolumen	1 bis 50 µL	
Spülvolumen	0,5 mL, Anzahl Spülvzyklen wählbar	
Programm-Methoden	Standard, Modifikator, Verdünnung, Addition, Automatische Anreicherung	
Masse	7,2 kg	

Mobiles Kühlaggregat KM 5	Luftkühler mit Thermostat; FCKW-frei	
	Tankinhalt	5 L
	Fördermenge	3 L/min
Zubehör für direkte Feststoffanalyse	SSA 600	Feststoff-Probengeber für automatische Betriebsart
	SSA 6	Feststoff-Probengeber für manuelle Betriebsart

### 8.1.4 Daten zur Flammentechnik

Flammenarten	Acetylen/Luft	Einschlitzbrenner 50 mm, kodiert (Standard) Einschlitzbrenner 100 mm, kodiert (optional)
	Acetylen/Lachgas	Einschlitzbrenner 50 mm, kodiert
Oxidans	Druckluft und N <sub>2</sub> O (Lachgas)	Eingangsdruck: 400 ... 600 kPa
	Zerstäuberfluss	
	Luft	400 ... 600 NL/h
	N <sub>2</sub> O	320 ... 480 NL/h
	Zusatzoxidans (Luft oder N <sub>2</sub> O)	
	Luft	3 Stufen: 75 / 150 / 225 NL/h
N <sub>2</sub> O	3 Stufen: 60 / 120 / 180 NL/h	
Brenngas	Acetylen	Eingangsdruck: 80 ... 160 kPa Verbrauch: 40 ... 315 NL/h
	Zerstäuber	
Zerstäuber	Wirkprinzip	Pneumatischer Ringspaltzerstäuber
	Material	Platin/Rhodium-Kanüle, Düse aus PEEK
	Zerstäuber 0,7	Durchsatz 4 bis 7 mL/min
Siphonüberwachung	Wirkprinzip	Schwimmer, korrosionsfest
Brennereinstellung	Höhe	5 bis 15 mm, automatisiert
	Drehung	0 bis 90 grad, manuell
Sicherheitskreise	Überwachung von	Brenner und Brennertyp Brenngasdruck Eingangsdruck Oxidans (Luft und N <sub>2</sub> O) Siphonfüllstand Flamme
Autosampler AS-F	Probengeber ohne Verdünnungsfunktion, komplett PC-gesteuert	
	Probenteller 139/15	
	Probengefäße	129 Stück, 15 mL
	Sondergefäße	10 Stück, 50 mL
	Probenteller 54/ 50	
Probengefäße	54 Stück, 50 mL	

	Stromversorgung	über AAS-Grundgerät
	Spülflasche	2 L
	Masse	6,5 kg
	Probenteller 139/15	
	Probengefäße	129 Stück, 15 mL
	Sondergefäße	10 Stück, 30 mL
Autosampler AS-FD	Probengeber mit Verdünnungsfunktion, komplett PC-gesteuert	
	Probenteller 139/15	
	Probengefäße	129 Stück, 15 mL
	Sondergefäße	10 Stück, 50 mL
	Probenteller 54/ 50	
	Probengefäße	54 Stück, 50 mL
	Dosierer im Fluidik-Modul	5 mL
	Stromversorgung	über AAS-Grundgerät
	Spülflasche	2 L
	Flasche für Verdünnungs- lösung	2 L
	Masse (Gesamt)	10,0 kg
	Probengeber	6,5 kg
	Fluidik-Modul	3,5 kg
Injektionsmodul SFS 6	PC-gesteuert	
	Probenvolumen für Einzel- bestimmung	300 µL (Minimalvolumen)
	Stromversorgung	über AAS-Grundgerät
Kolbenkompressor	Tankinhalt	15 L
	Abmessungen (Durchmesser × Höhe)	400 mm × 480 mm
	Stromversorgung	230 V, 50 Hz oder 230 V, 60 Hz
	Masse	27 kg
	Max. Betriebsdruck	800 kPa
Scraper	PC-gesteuert	
	Stromversorgung	über AAS-Grundgerät

### 8.1.5 Hg-/ Hydridsysteme

HS 60 modular, HS 55 modular, HS 50 für Hydrid- und HydrEA-Technik, siehe Bedienungsanleitung Hg-Hydridsysteme.

## 8.2 Richtlinien und Normen

Schutzklasse, Schutzart	Das ZEEnit 700 P hat die Schutzklasse I. Das Gehäuse hat die Schutzart IP 20.
Gerätesicherheit	Das ZEEnit 700 P erfüllt die Sicherheitsnormen <ul style="list-style-type: none"><li>▪ DIN EN 61010-1 (VDE 0411T.1; IEC 61010-1)</li><li>▪ DIN EN 61010-2-061 (IEC 61010-2-061)</li></ul>
EMV-Verträglichkeit	Das ZEEnit 700 P ist auf Funk-Entstörung, Störfestigkeit und Störaussendung geprüft und erfüllt die Anforderungen nach <ul style="list-style-type: none"><li>▪ DIN EN 61326</li></ul>
Umweltverträglichkeit	Das ZEEnit 700 P ist auf Umweltverträglichkeit geprüft und erfüllt die Anforderungen nach <ul style="list-style-type: none"><li>▪ DIN ISO 9022-3:2000</li><li>▪ DIN ISO 9022-32-03-0</li><li>▪ DIN ISO 9022-2:2003/01</li></ul>
Richtlinien für China	Das Gerät enthält reglementierte Substanzen (nach Richtlinie "Management Methods for the Restriction of the Use of Hazardous Substances in Electrical and Electronic Products"). Analytik Jena garantiert, dass diese Stoffe bei bestimmungsgemäßer Verwendung in den nächsten 25 Jahren nicht austreten und damit innerhalb dieser Periode keine Gefahr für Umwelt und Gesundheit darstellen.
EU-Richtlinien	Das ZEEnit 700 P wird nach Normen gebaut und geprüft, die die Anforderungen der EU-Richtlinien 2014/35/EU sowie 2014/30/EU einhalten.  Das Gerät verlässt das Werk in sicherheitstechnisch einwandfreiem Zustand. Um diesen Zustand zu erhalten und einen gefahrlosen Betrieb sicherzustellen, muss der Anwender die Sicherheitshinweise und Arbeitshinweise beachten, die in diesem Handbuch enthalten sind. Für mitgeliefertes Zubehör und Systemkomponenten anderer Hersteller sind deren Bedienungsanleitungen maßgebend.

## 9 Index

- Acetylen
  - Sicherheitshinweise 17
- AS-GF 32
  - Installieren 65
  - Justieren 67
- ASpect CS 53
- ASpect LS
  - Graphitrohrtechnik 59
- Atomisierungstechnik
  - elektrothermischer Atomisator 24
- Aufstellbedingungen 43
- Ausheizen 64
- Ausschalten 78
- automatische Brennerkopfreiniger 40
- Autosampler AS-F – technische Daten 117
- Autosampler AS-FD – technische Daten 118
- Betriebstemperatur 44
- Brenner
  - Arten 37
- Brenner reinigen 95
- Brennereinstellung 117
- Brennerwechsel 77
- Brenner-Zerstäuber-System
  - Sensoren 37
  - Zerlegen 94
- Brenngas 117
- Dekontaminationsmaßnahmen 18
- Druckgasbehälter 17
- Einschalten 78
- EMV-Verträglichkeit 119
- Feststoffprobengeber
  - SSA 600 33
  - SSA 6Z 33
- Flamme
  - Arten 37
- Flammenarten 117
- Flammenbetrieb 20
- Flammensystem 34
- Flammentechnik
  - Probengeber 38
- Flüssiggasanlage 17
- Formieren
  - Graphitrohr 63
- Formierungsfaktor 63
- Gasdruck 45
- Gasströme 28
- Gerätesicherheit 119
- Gerätesicherungen 115
- Graphitrohr
  - Ausheizen 64
  - Formieren 63
- Graphitrohr einsetzen 60
- Graphitrohröfen warten 80, 82
- Graphitrohröfenmantel wechseln 90
- Graphitrohrtechnik
  - Anschlüsse 59
- Graphitrohrvarianten 29
- Handbuchkonventionen 9
- Hg/Hydridsysteme 41
- Inertgas 45
- Injektionsmodul – installieren 75
- Injektionsmodul SFS 6 – technische Daten 118
- Injektionsmodul SFS 6, pflegen und warten 107
- KM 5 installieren 52
- KM 5, pflegen und warten 106
- Kolbenkompressor
  - Technische Daten 118
- Kompressor
  - Pflegen und warten 107
- Lampen justieren 57
- Lampenwechsel D2HKL 54
- Lampenwechsel HKL 54
- Maße und Gewichte 115
- Messprinzip
  - bei Deuterium-Untergrundkorrektur 23
  - bei Zeeman-Untergrundkorrektur 23
- Mischkammer reinigen 97
- Netzanschluss 44
- Notfall
  - Verhalten 19
- Obere Elektrode wechseln 87
- Ofenprogramm 24
- Oxidans 117
- Ozon 16
- Personal 13
- Photometer, technische Daten 111
- Probengeber AS-GF 32
- Probengeber AS-GF, technische Daten 116
- Reparatur 19
- Rohrtyp 116
- Schutzart 119
- Schutzklasse 119
- Scraper
  - Funktion 40
  - Installieren 76
- SFS 6 – installieren 75
- Sicherheitshinweise
  - Absaugeinrichtung 16
  - Betrieb 14

- Elektrik 15
- Explosionsschutz 14
- Gasversorgung 17
- Gefahrstoffe 17
- Graphitrohr-/Flammentechnik 15
- Transport 14
- Wartung und Reparatur 19
- Sicherheitskreise 117
- Siphon reinigen 97
- Siphonüberwachung 117
- Steueranschlüsse 50
- Steuerrechner 115
- Strahlungssensor 31
- Strombelastung 44
- Symbole
  - Gerät 11
- Handbuch 9
- Techniken, technische Daten 111
- Temperatur
  - Betrieb 44
- Temperatursensor (Ofen) reinigen 87
- Umgebungsbedingungen 115
- Untere Elektrode wechseln 90
- Untergrundkorrektur, technische Daten 111
- Versorgungsanschlüsse 50
- Vertrauensintervall 114
- Verwendung 10
- Zeeman-Magnet, Beschreibung 27
- Zerstäuber 117
- Zerstäuber – reinigen 97