

## Manuel d'instructions

HS 55 modular

Batch système Hg/Hydrures

Batch système HydrEA



---

Fabricant                   Analytik Jena GmbH  
Konrad-Zuse-Str.1  
07745 Jena · Allemagne  
Téléphone               + 49 3641 / 77 70  
Fax                       + 49 3641 / 77 92 79  
Courriel                  info@analytik-jena.com

Service après-vente       Analytik Jena GmbH  
Konrad-Zuse-Str. 1  
07745 Jena · Allemagne  
Téléphone               + 49 3641 / 77-7407 (permanence téléphonique)  
Courriel                  service@analytik-jena.com



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

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

Copyrights et marques déposées   contrAA et novAA sont en Allemagne des marques déposées d'Analytik Jena GmbH. Microsoft et Windows sont des marques déposées de Microsoft Corp. Dans ce manuel, aucun marquage ® ou TM n'est utilisé.

Edition                    B (01/2021)

Conception de la documentation   Analytik Jena GmbH

© Copyright 2021, Analytik Jena GmbH

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Informations élémentaires</b> .....	<b>5</b>
1.1	Remarques sur les instructions d'utilisation .....	5
1.2	Utilisation conforme .....	5
<b>2</b>	<b>Caractéristiques techniques</b> .....	<b>6</b>
<b>3</b>	<b>Consignes de sécurité</b> .....	<b>8</b>
3.1	Consignes de base .....	8
3.2	Normes et directives .....	8
3.3	Symboles et mots-clés utilisés .....	8
3.4	Marquage de sécurité sur le HS 55 modular .....	9
3.5	Etat technique .....	9
3.6	Exigences posées au personnel d'utilisation .....	10
3.7	Consignes de sécurité pour le transport et le montage .....	11
3.8	Consignes de sécurité pour l'exploitation .....	11
3.8.1	Généralités .....	11
3.8.2	Consignes de sécurité relatives à la protection antidéflagrante et à la protection anti-feu .....	12
3.8.3	Consignes de sécurité relatives à l'électricité .....	12
3.8.4	Consignes de sécurité relatives aux bonbonnes et installations de gaz sous pression .....	13
3.8.5	Manipulation des matières auxiliaires et d'exploitation .....	13
3.8.6	Consignes de sécurité relatives à la maintenance et aux réparations .....	15
3.9	Marche à suivre en cas d'urgence .....	15
<b>4</b>	<b>Description technique</b> .....	<b>17</b>
4.1	Techniques et aperçu des systèmes d'analyse Hg-hydrures .....	17
4.2	Structure fondamentale du système .....	19
4.3	Structure du HS 55 modular .....	20
4.3.1	Pompe tubulaire à 1 canal .....	20
4.3.2	Module Batch .....	21
4.3.3	Groupe de 4 valves pour le contrôle du gaz .....	22
4.3.4	Module "Hg Plus" .....	22
4.4	Séquences de mesure .....	23
4.4.1	Fonctionnement discontinu sans enrichissement .....	23
4.4.2	Fonctionnement discontinu avec enrichissement de Hg .....	24
<b>5</b>	<b>Mise en service</b> .....	<b>25</b>
5.1	Conditions d'installation et de transport .....	25
5.2	Etapes d'installation des techniques d'analyse des hydrures et d'analyse Hg en vapeur froide .....	25
5.2.1	Installer l'unité de cuvette sur le brûleur du col .....	25

5.2.2	Installer le HS 55 modular sur l'appareil AAS.....	28
5.2.3	Changement de mode de fonctionnement .....	29
5.3	Transformation du HS 55 modular .....	30
5.3.1	Compléter l'appareil à l'aide du module "Hg Plus" .....	31
5.3.2	Conversion du HS 55 modular du module de fonction Batch en module injection de flux et inversement .....	33
5.4	Etapes d'installation de la technique HydrEA.....	35
5.4.1	Recouvrir le tube en graphite d'iridium ou d'or .....	35
5.4.2	Installer le HS 55 modular pour le mode HydrEA.....	36
5.4.3	Régler le distributeur d'échantillons à canule en titane .....	37
5.4.4	Nettoyer le tube graphite avec revêtement .....	39
5.4.5	Procéder à l'évaporation de la couche d'iridium ou d'or dans le tube en graphite .....	39
<b>6</b>	<b>Maintenance et entretien.....</b>	<b>40</b>
6.1	Consignes de sécurité .....	40
6.2	Travaux de maintenance quotidiens .....	40
6.3	Remplacement des fusibles .....	41
6.4	Effectuer la maintenance des tuyaux du réducteur .....	41
6.5	Remplacer le tuyau de séchage .....	42
6.6	Contrôler et changer le joint de la bride dans le module Batch.....	42
6.7	Remplacer le collecteur en or.....	42
6.8	Nettoyer les fenêtres de cuvette et les cuvettes.....	43
<b>7</b>	<b>Matières auxiliaires et d'exploitation .....</b>	<b>45</b>
<b>8</b>	<b>Transport et stockage .....</b>	<b>47</b>
8.1	Transport .....	47
8.2	Stockage.....	47
<b>9</b>	<b>Résolution des pannes .....</b>	<b>48</b>
<b>10</b>	<b>Mise au rebut.....</b>	<b>48</b>

---

## Figures

Image 1 HS 55 modular avec AAS novAA 400 P.....	18
Image 2 HS 55 modular (Vue de face).....	19
Image 3 Schéma fonctionnel du HS 55 modular.....	20
Image 4 Module Batch.....	21
Image 5 Collecteur en or .....	22
Image 6 Séquence de mesure du mercure ; fonctionnement discontinu .....	23
Image 7 Séquence de mesure du mercure ; fonctionnement discontinu avec enrichissement .....	24
Image 8 Broche de sécurité au niveau de la plaque du four sur le ZEE nit 650 P.....	26
Image 9 Logement et unité de cuvette pour le système d'analyse sur le ZEE nit 650 P .....	26
Image 10 Cuvettes pour les techniques d'analyse des hydrures et d'analyse Hg en vapeur froide.....	27
Image 11 Unité de cuvette à cuvette en quartz (pour la technique d'analyse des hydrures)	27
Image 12 HS 55 modular – Raccords disposés sur le côté droit .....	28
Image 13 Câblage sur la plaque avant du module Batch.....	30
Image 14 Raccords au niveau du collecteur en or .....	43



# 1 Informations élémentaires

## 1.1 Remarques sur les instructions d'utilisation

Le HS 55 modular est conçu pour être utilisé par un personnel qualifié dans le respect de ces instructions d'utilisation.

Ces instructions d'utilisation vous informent sur la construction et le fonctionnement du HS 55 modular et donnent au personnel d'exploitation familiarisé avec l'analyse élémentaire les connaissances indispensables à une manipulation sûre de l'appareil et de ses composants. Les instructions d'utilisation donnent de plus des consignes de maintenance et d'entretien de l'appareil ainsi que sur les causes possibles d'éventuels dysfonctionnements et la manière d'y remédier.

### *Conventions du manuel*

**Les instructions** nécessitant de suivre un ordre chronologique sont numérotées, résumées en unités de procédure et le résultat correspondant est mentionné.

**Les énumérations** sans ordre chronologique sont indiquées par des points et les sous-énumérations par des tirets.

**Les consignes de sécurité** sont indiquées par des symboles et un mot-clé. Le type, l'origine et les conséquences du danger sont mentionnés et des consignes sont données pour l'éviter. La signification des symboles et mots-clés utilisés est expliqués au chapitre « Consignes de sécurité ».

Les éléments du logiciel de commande et d'évaluation sont désignés comme suit :

- Les termes relatifs au programme sont écrits en PETITES MAJUSCULES
- Les boutons sont représentés par des crochets (par ex. bouton [OK])
- Les rubriques du menu sont séparées par des flèches (par ex. FICHIER ► OUVRIR)

## 1.2 Utilisation conforme

Le HS 55 modular ne peut être utilisé qu'en combinaison avec un spectromètre d'absorption atomique d'Analytik Jena. Toute utilisation s'écartant de l'utilisation conforme décrite dans ce document entraîne des restrictions de garantie et de responsabilité du fabricant en cas de dommage.

Lorsque les consignes de sécurité ne sont pas respectées lors du maniement du HS 55 modular, cette utilisation est considérée comme non conforme. Les consignes de sécurité sont apposées en particulier sur l'appareil, sont indiquées dans le paragraphe 3 "Consignes de sécurité" S. 8 et dans la description des étapes de travail correspondantes.

## 2 Caractéristiques techniques

<b>Caractéristiques techniques</b>	
Désignation / Type	HS 55 modular
Techniques (en fonction de la configuration installée)	Technique d'analyse des hydrures Technique d'analyse du Hg en vapeur froide sans enrichissement (=Hg cold vapor technique without enrichment) Technique d'analyse du Hg en vapeur froide avec enrichissement Technique HydrEA
Modes d'exploitation	Discontinu (mode Batch)
Éléments pouvant être déterminés	As, Bi, Hg, Sb, Se, Sn, Te
Dimensions (L x H x P)	360 × 370 × 270 mm
Masse	Env. 14 kg
<b>Réactifs</b>	
Réducteurs	Borohydrure de sodium NaBH <sub>4</sub> mélangé à de l'hydroxyde de sodium NaOH (proportion 3:1) Valeur indicative de la concentration : 1,0 % NaBH <sub>4</sub> + 0,3 % NaOH Chlorure d'étain (II) SnCl <sub>2</sub> en tant qu'alternative pour la détermination du Hg
<b>Principaux groupes de fonction</b>	
Pompe tubulaire à 1 canal pour le transport de l'échantillon	Équipement : Tuyau en isoprène de diamètre intérieur = 2,06 mm ; butoir : violet Vitesse de la pompe : 4 niveaux
Unité de réaction	Module Batch : Récipient PTFE à fond de forme conique
Module "Hg Plus"	Collecteur en or : Alliage or-platine 0,5 g AuPt 10 fonctionnant en tant que filet à mailles serrées Température de chauffage : réglée à 630 °C Refroidissement : ventilateur axial
Unité de cuvette	Chauffage : électrique Température pour les éléments générateurs d'hydrures : 600 °C à 950 °C Température du Hg : température ambiante ou 150 °C Stabilité de la température : ±10 °C de la température de consigne
Cuvettes d'absorption	Cuvette en quartz à fenêtres de quartz amovibles : longueur 140 mm, diamètre intérieur 15 mm Cuvette Hg : longueur 200 mm
Gaz inerte (argon)	Pureté : min. 99,999 Vol.% Pression d'entrée : 600 kPa Pression de travail : 150 kPa Débit de gaz : purge gas (gaz de balayage) : F2 = 15 L/h, transp. gas (gaz de transport) : F3 = 6 L/h, F4 = 25 L/h, F3+F4 = 31 L/h

Temps de fonctionnement	<p>Wash time 1 (durée de pré-rinçage) : Temps nécessaire au rinçage du récipient der réaction de l'air AZ wait time : Temps d'attente immédiatement avant la compensation zéro.</p> <p>Pump time : Temps au cours duquel la pompe à 1 canal pompe le réducteur dans le récipient.</p> <p>Wash time 2,3 : Temps nécessaires au transport du gaz de réaction dans le flux d'argon.</p> <p>Heat. time collector : Temps pendant lequel le chauffage du collecteur en or est activé.</p> <p>Cool time collector : Temps pendant lequel le ventilateur du collecteur en or est activé.</p>
<b>Paramètres électriques</b>	
Alimentation électrique	Selon le module de base : 220-230 V ou 100-110 V
Protection	Cartouches de fusibles G (5 x 20 mm) conf. à CEI 60127/250V Fusible F1/F2 : T3,15 A/H pour 230 V, T6,3 A/H pour 110 V
Puissance absorbée lors du chauffage	650 VA
Puissance absorbée lors d'un fonctionnement de longue durée	400 VA
<b>Conditions environnantes</b>	
Température de transport et de stockage	-40 °C à +50 °C selon DIN 58390-2
Température d'exploitation	+10 °C à +35 °C
Humidité de l'air	90 % max. à +30 °C
Traitement anti-corrosion	Résistant à la corrosion provoquée par les échantillons d'analyse
Altitude maximale recommandée	2000 m

## 3 Consignes de sécurité

### 3.1 Consignes de base

Pour votre propre sécurité, lire ce chapitre avant la mise en service afin d'assurer le bon fonctionnement du HS 55 modular.

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



---

#### IMPORTANT

Les risques spéciaux, qui peuvent se produire en cas de travaux effectués avec l'appareil AAS, sont indiqués dans des instructions d'utilisation séparées.

---

### 3.2 Normes et directives

Le HS 55 modular est conçu selon les règles techniques et de sécurité actuellement en vigueur.

L'appareil a été construit selon les exigences de sécurité et sanitaires de base des lois, normes et directives concernées. La sécurité de l'appareil est attestée par le marquage CE et la déclaration de conformité.

Toutes les consignes de sécurité se réfèrent aux règlements en vigueur de l'Union européenne. Dans les autres pays, respecter les lois et règlements qui s'appliquent.

Outre les consignes de sécurité de ces instructions d'utilisation et les règles de sécurité locales s'appliquant à l'utilisation de l'appareil, respectez les consignes générales de prévention des accidents ainsi que les consignes de protection du travail et de l'environnement.

Les consignes sur les dangers possibles ne remplacent pas les prescriptions sur la prévention des accidents du travail !

### 3.3 Symboles et mots-clés utilisés

Les symboles et mots-clés suivants sont utilisés dans les instructions d'utilisation pour indiquer des dangers ou des consignes. Les consignes de sécurité se trouvent avant l'action concernée.



#### AVERTISSEMENT

Indique une situation potentiellement dangereuse.

Si elle n'est pas évitée, elle peut entraîner la mort ou de graves blessures (mutilations).



#### ATTENTION

Indique une situation potentiellement dangereuse.

Si elle n'est pas évitée, elle peut entraîner des blessures graves ou légères ainsi que des dommages matériels.



### ATTENTION

Indique une situation potentiellement dangereuse.

Si elle n'est pas évitée, elle peut entraîner un endommagement du produit ou d'un élément dans son environnement.



### IMPORTANT

Indique des conseils d'utilisation et autres informations particulièrement utiles dans des cas où il n'y a pas de dangers ni de risques de dommages.

## 3.4 Marquage de sécurité sur le HS 55 modular

Sur le HS 55 modular et ses accessoires figurent des symboles de sécurité dont la signification doit absolument être observée.

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

Les symboles de sécurité suivants figurent sur le HS 55 modular et ses accessoires :



Mise en garde contre un danger



Avertissement, surface chaude



Attention ! Débranchez la fiche secteur avant de monter, démonter ou d'ouvrir l'appareil.

## 3.5 Etat technique

La structure et la construction du HS 55 modular sont conformes aux réglementations techniques en vigueur. Toute transformation ou modification est fondamentalement interdite, en particulier si elle a une incidence sur la sécurité du personnel ou l'environnement.

**Respectez les consignes suivantes :**

- Toute manipulation des dispositifs de sécurité est interdite !
- Toute manipulation des dispositifs de sécurité est considérée en cas d'accident comme relevant d'une intention délictueuse.
- L'exploitant est tenu de n'utiliser l'appareil que s'il est dans un état parfait et sûr. L'état technique de l'analyseur doit à tout moment satisfaire aux exigences et consignes en vigueur.
- L'appareil doit avant chaque utilisation être examiné à la recherche de dommages ou d'état incorrect.
- Toute modification constatée sur l'appareil risquant d'avoir une incidence sur la sécurité doit être immédiatement communiquée à l'exploitant par le personnel de service.

- Les composants de l'appareil doivent exclusivement être connectés aux conduites d'alimentation prévues et conçues à cet effet.
- Tous les dispositifs de sécurité et de verrouillage doivent être aisément accessibles et leur bon fonctionnement contrôlé régulièrement.

### 3.6 Exigences posées au personnel d'utilisation

Le HS 55 modular doit être utilisé uniquement par du personnel qualifié et formé à sa manipulation. Cette formation doit également comprendre la transmission des contenus de ces instructions d'utilisation et des instructions d'utilisation des autres composants du système ou appareils complémentaires.

Le HS 55 modular peut être source de danger s'il est utilisé par un personnel non formé, de manière incorrecte ou de manière non conforme.

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

Il est recommandé à l'utilisateur de faire attester par écrit au personnel d'utilisation la bonne prise de connaissance du contenu des instructions d'utilisation. L'exploitant de l'appareil ou le personnel spécialisé qu'il a autorisé est responsable en dernière instance du fonctionnement sûr de l'appareil.

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

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

#### **Respectez les consignes suivantes :**

- L'appareil doit être mis en service, utilisé et maintenu uniquement par un personnel formé, y compris en matière de sécurité.
- L'utilisation de l'appareil par des mineurs ou des personnes sous l'influence de l'alcool, de drogues ou de médicaments n'est pas autorisée.
- S'assurer que seul le personnel autorisé utilise l'appareil.
- Le personnel d'utilisation doit connaître les dangers des échantillons à analyser et des matières auxiliaires et d'exploitation utilisées. Utilisez des protections corporelles adéquates.
- Se laver et se protéger la peau de manière adéquate avant les pauses et à la fin du travail.
- Il est interdit de manger, boire, fumer ou de manipuler des flammes nues sur le lieu d'installation du système d'analyse Hg/Hydrures !

## 3.7 Consignes de sécurité pour le transport et le montage

Le montage du HS 55 modular doit fondamentalement être effectué par le service après-vente d'Analytik Jena ou par un personnel spécialisé autorisé et formé par elle.

Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation soi-même. Une installation incorrecte peut entraîner des dangers considérables.

**Respectez les consignes suivantes :**

- Il y a risque de blessures si des pièces ne sont pas fixées correctement ! Attacher les composants de l'appareil conformément aux instructions d'utilisation lors du transport.
- Transportez l'appareil uniquement dans son emballage d'origine ! Veillez à ce que tous les modules soient fermement fixés les uns aux autres et que l'appareil soit entièrement vidé. Rincez le tuyau de pompage et de dosage afin d'éviter toute projection de solution d'agent réducteur. Cette solution est agressive et peut attaquer les vêtements.
- Afin d'éviter toute blessure, observez les points suivants lorsque vous soulevez et portez l'appareil dans le laboratoire :
  - Le système d'analyse Hg/Hydrures possède une masse de 14 kg. Comme l'appareil n'a pas de poignée, saisissez-le fermement des deux mains au niveau de la plaque continue du module de base.
  - Respectez les valeurs indicatives et les valeurs légales relatives à la levée et au port de charges sans moyen auxiliaire.

## 3.8 Consignes de sécurité pour l'exploitation

### 3.8.1 Généralités

L'utilisateur du HS 55 modular est tenu de s'assurer avant chaque mise en service du bon état de l'appareil, y compris de ses dispositifs de sécurité. Cela vaut en particulier après chaque modification, extension ou réparation de l'appareil.

**Respectez les consignes suivantes :**

- L'appareil ne doit être utilisé que si tous les dispositifs de sécurité (par ex. capots) sont présents, correctement installés et parfaitement fonctionnels.
- Contrôler régulièrement le bon état des dispositifs de protection et de sécurité. Remédier immédiatement à tout défaut.
- Les dispositifs de protection et de sécurité ne doivent jamais être retirés, modifiés ni mis hors service pendant l'exploitation.
- Pendant l'exploitation, assurez toujours une bonne accessibilité de l'interrupteur secteur sur le côté droit du boîtier.

- ❑ Les modifications, transformations et extensions réalisées sur l'appareil ne peuvent être effectuées qu'après avoir consulté Analytik Jena. Toute modification non autorisée peut limiter la sécurité d'utilisation de l'appareil et entraîner des limitations de garantie et d'accès au service après-vente.
- ❑ Les dispositifs de ventilation de l'appareil doivent être en état de marche. Les grilles et les fentes de ventilation recouvertes, etc. peuvent entraver le bon fonctionnement de l'appareil ou l'endommager.
- ❑ Lors de la mise en service de l'appareil, l'unité de cuvette peut être corrodée en raison de restes éventuels d'acide dans le siphon. Pour cette raison, il convient de rincer le siphon de l'appareil AAS sur la tubulure de la chambre de mélange à l'aide de 0,5 L d'eau avant de poser l'unité de cuvette sur la tubulure de la chambre de mélange.
- ❑ Des températures élevées se produisent dans une unité de cuvette chauffée. Ne pas toucher les pièces chaudes pendant ou immédiatement après l'utilisation de l'appareil. Il convient de tenir compte des temps de refroidissement à la température ambiante (1h).
- ❑ Attention lors de la manipulation des objets en verre. Risque de bris de verre et de blessure !
- ❑ Maintenir les substances inflammables à distance de l'écart de l'unité de cuvette.

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

Il est interdit d'utiliser le HS 55 modular dans un environnement à fort risque d'explosion. Il est interdit de manger, boire, fumer ou de manipuler des flammes nues sur le lieu d'installation du système d'analyse Hg/Hydrures !

Le personnel d'utilisation doit connaître l'emplacement des extincteurs dans la pièce de l'appareil.

### 3.8.3 Consignes de sécurité relatives à l'électricité

Les travaux sur les composants électriques du HS 55 modular ne doivent être effectués que par un électricien conformément aux règlements électrotechniques en vigueur. L'appareil est alimenté par une tension d'alimentation. Il en résulte des tensions électriques très dangereuses.

Respectez les consignes suivantes :

- ❑ Toujours éteindre le HS 55 modular avant de le connecter ou de le séparer du réseau. La multiprise livrée avec l'appareil AAS est à utiliser pour le raccordement.
- ❑ Seul le personnel du service après-vente d'Analytik Jena et des professionnels désignés sont autorisés à démonter le capot du module de base.
- ❑ Avant de procéder aux travaux sur l'installation électrique, il est absolument nécessaire de retirer la fiche secteur de la prise !

- Les composants électriques doivent être régulièrement contrôlés par un électricien. Remédier immédiatement à tout défaut, comme des connexions desserrées, des câbles défectueux ou endommagés.
- En cas de défaut des composants électriques, éteignez immédiatement l'appareil grâce à l'interrupteur secteur (sur le côté droit du boîtier) et retirez la fiche secteur de la prise.

### 3.8.4 Consignes de sécurité relatives aux bonbonnes et installations de gaz sous pression

Le gaz inerte (argon) provient de bonbonnes sous pression ou d'une installation de gaz sous pression locale. Respecter le degré de pureté exigé pour le gaz porteur (voir chapitre 2 "Caractéristiques techniques" page 6) !

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

**Respectez les consignes suivantes :**

- Les consignes de sécurité et les directives en vigueur sur le lieu d'exploitation de - l'appareil pour l'utilisation de bouteilles de gaz sous pression et d'installations de distribution de gaz doivent être respectées dans leur intégralité.
- Les conduites sous pression et les détendeurs ne doivent être utilisés que pour les gaz auxquels ils sont affectés.
- Contrôler régulièrement toutes les conduites, tuyaux et raccords à vis à la recherche de fuites et de dommages visibles. Remédier immédiatement aux fuites et aux dommages.
- Avant les travaux d'inspection, de maintenance et de réparations, couper l'alimentation en gaz.
- Une fois la réparation et la maintenance effectuées sur les composants des bonbonnes ou installations de gaz sous pression, contrôler le bon fonctionnement du HS 55 modular avant de le remettre en service !
- Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation soi-même.

### 3.8.5 Manipulation des matières auxiliaires et d'exploitation

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

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

Les consignes générales suivantes ne remplacent pas les consignes particulières locales ni les consignes données dans les fiches de données de sécurité CE du fabricant des matières auxiliaires et d'exploitation.

**Respectez les consignes suivantes :**

- Le HS 55 modular ne peut être utilisé qu'en combinaison avec un appareil AAS situé sous une hotte active d'aspiration du gaz.
- Pour toutes les matières auxiliaires ou d'exploitation utilisées dans le cadre de l'exploitation ou de la maintenance du HS 55 modular, respecter les consignes correspondantes données dans les fiches de sécurité CE du fabricant relatives au stockage, à la manipulation, à l'utilisation et à la mise au rebut.
- D'une manière générale, les matières d'exploitation et auxiliaires ne doivent jamais être conservées dans des réservoirs ou récipients destinés à des produits alimentaires. Toujours utiliser des réservoirs homologués pour le matériau concerné et les marquer en conséquence. Respecter les indications figurant sur les étiquettes !
- Lors de la manipulation de réactifs, toujours porter des lunettes et des gants de protection.
  - Le borohydrure de sodium ( $\text{NaBH}_4$ ) et l'hydroxyde de sodium ( $\text{NaOH}$ ) sont fortement corrosifs, hygroscopiques et extrêmement agressifs en solution. Eviter toute projection de la solution d'agent réducteur.
  - Les travaux de nettoyage réalisés avec de l'acide fluorhydrique et de l'acide chlorhydrique concentré doivent être effectués sous une hotte aspirante. Il convient de porter un équipement de protection individuelle adapté (tablier en caoutchouc, gants et masque facial).
- Les échantillons biologiques doivent être traités conformément aux spécifications locales sur le maniement du matériel infectieux.
- Ne pas jeter les matières auxiliaires et d'exploitation ni leurs récipients avec les ordures domestiques ; ils ne doivent pas parvenir dans les égouts ni sous terre. Pour la mise au rebut de ces matières, observer précisément les consignes correspondantes.
- En cas de mesures sur un matériel à base de cyanure, il faut s'assurer que de l'acide cyanhydrique (acide prussique) n'est pas contenu dans le flacon de décharge.
- Toujours veiller à une bonne aération de la pièce.

**AVERTISSEMENT**

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

- En fonctionnement, ne pas retirer le récipient de réaction pendant la durée de réaction et de mesure.

- La cuvette ainsi que les fenêtres doivent toujours être fermées hermétiquement afin d'empêcher une intrusion de gaz. Celle-ci doit être remplacée dès l'apparition de petits débordements au niveau des surfaces avant de la cuvette.
- Conduire le gaz de la sortie de la cuvette au dispositif d'aspiration.

### 3.8.6 Consignes de sécurité relatives à la maintenance et aux réparations

La maintenance du système d'analyse Hg-hydrures doit fondamentalement être effectuée par le service après-vente d'Analytik Jena ou par un personnel spécialisé autorisé et formé par elle.

Une maintenance effectuée de votre propre chef peut dérégler ou endommager l'appareil. C'est pourquoi l'utilisateur ne doit fondamentalement effectuer que les actions décrites dans le chapitre « Maintenance et entretien ».

**Respectez les consignes suivantes :**

- Le nettoyage extérieur du système d'analyse ne doit être effectué qu'après avoir éteint l'appareil et avec un chiffon légèrement humide ne s'égouttant pas.
- Effectuez tous les travaux de maintenance et de réparation sur l'appareil uniquement quand celui-ci est hors tension (dans la mesure où rien d'autre n'est mentionné).
- Effectuez les travaux de maintenance et le remplacement des composants du système (par ex. démontage de la cuvette) uniquement après avoir suffisamment laissé refroidir l'appareil.
- Couper l'alimentation en énergie et en gaz et purger l'air de l'appareil avant d'effectuer les travaux de maintenance et de réparation !
- Utilisez exclusivement des accessoires et pièces de rechange d'origine d'Analytik Jena. Observez les consignes stipulées au chapitre « Maintenance et entretien », p. 40.
- Immédiatement après la fin des travaux de maintenance et de réparation, remonter correctement tous les dispositifs de sécurité et vérifier leur bon fonctionnement !
- Après un changement des blocs de fonction (Batch/Injection de flux), le système d'analyse Hg/Hydrures peut seulement être remis en service lorsque le nouveau module de fonction et le module de base ont été correctement vissés.

## 3.9 Marche à suivre en cas d'urgence

- S'il n'y a aucun risque de blessure, éteignez immédiatement l'interrupteur secteur situé sur le côté droit en cas de danger et retirez la fiche secteur de la prise de courant. Fermez l'alimentation en gaz après avoir désactivé l'appareil.

Comme la rapidité de réaction peut sauver des vies, les conditions suivantes s'imposent :

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

## 4 Description technique

### 4.1 Techniques et aperçu des systèmes d'analyse Hg-hydrures

#### *La technique d'analyse des hydrures*

La technique des hydrures permet la détermination sans matrice des éléments As, Bi, Sb, Se, Sn et Te. Elle est basée sur la formation d'hydrures métalliques gazeux obtenus par la réduction des échantillons acides par le borohydrure de sodium  $\text{NaBH}_4$ . Les hydrures métalliques sont transportés jusqu'à la cuvette en quartz par le gaz porteur et l'hydrogène libéré. Ils s'y décomposent alors progressivement par des processus de collision entre des particules de verre et la paroi du verre à des températures de 850 °C à 950 °C. Les atomes métalliques libres absorbent le rayonnement primaire sur la ligne de résonance.

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

#### *La technique à vapeur froide*

La technique à vapeur froide permet de procéder à la détermination du mercure. En plus du borohydrure de sodium  $\text{NaBH}_4$ , le chlorure d'étain (II)  $\text{SnCl}_2$  peut également être utilisé en tant que réducteur. Au cours de la réaction avec la solution d'échantillon acide, une vapeur de mercure atomique apparaît, qui est transportée vers la cuvette Hg grâce au gaz porteur, l'argon. Les atomes libres de mercure absorbent le rayonnement primaire sur la ligne de résonance. Le chauffage de la cuvette de la température ambiante à une température de 150 °C diminue les perturbations de fond par l'humidité.

#### *La technique HydrEA*

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

Le système d'analyse Hg/Hydrures produit les hydrures métalliques gazeux ou la vapeur atomique de Hg. Le distributeur d'échantillons graphite (AS-GF) les transmet dans le four à tube graphite grâce au gaz porteur, l'argon. Ils vont alors s'enrichir à une température de préchauffage de 300 °C sur le tube couvert d'iridium ou à 65 °C sur le tube standard couvert d'or pour l'atomisation murale. Les hydrures métalliques fixés ou les atomes de Hg fixés atomisent à des températures de 2100 °C ou 950 °C. Le nuage de vapeur atomique absorbe le rayonnement primaire sur la ligne de résonance.

#### *Aperçu des systèmes d'analyse Hg/Hydrures*

La palette des systèmes d'analyse Hg/Hydrures s'étend du simple système Batch pour les utilisateurs munis d'un faible débit d'échantillons aux appareils entièrement automatisés à injection de flux.

- HS 50 Le système Batch le plus simple avec principe de réaction pneumatique. La cuvette en quartz est réchauffée par la flamme d'acétylène-air.
- HS 55 modular Système Batch avec unité de cuvette à chauffage électrique avec ou sans module "Hg Plus" pour la détermination de Hg. La solution d'agent réducteur est dosée par une pompe tubulaire à 1 canal.
- HS 60 modular Système d'analyse Hg/Hydrures pour le fonctionnement en injection de flux à unité de cuvette à chauffage électrique avec ou sans module "Hg Plus"

Les systèmes d'analyse Hg/Hydrures peuvent être utilisés indépendamment du niveau du degré d'équipement pour les techniques décrites précédemment.

### ***Le système d'analyse Hg/Hydrures HS 55 modular***

Le HS 55 modular se compose d'un module de base, d'un module de fonction Batch et du module "Hg Plus" en tant qu'accessoire en option. Les trois modules sont imbriqués les uns sur les autres et reliés électriquement par des connecteurs mixtes. L'utilisateur a la possibilité de les changer ou de compléter son équipement en mains propres.

Le HS 55 modular 5 peut être combiné aux appareils AAS suivants :

- ZEEnit 700 P / ZEEnit 650 P
- novAA 400 P / novAA 350
- contrAA 700 / contrAA 600 / contrAA 300

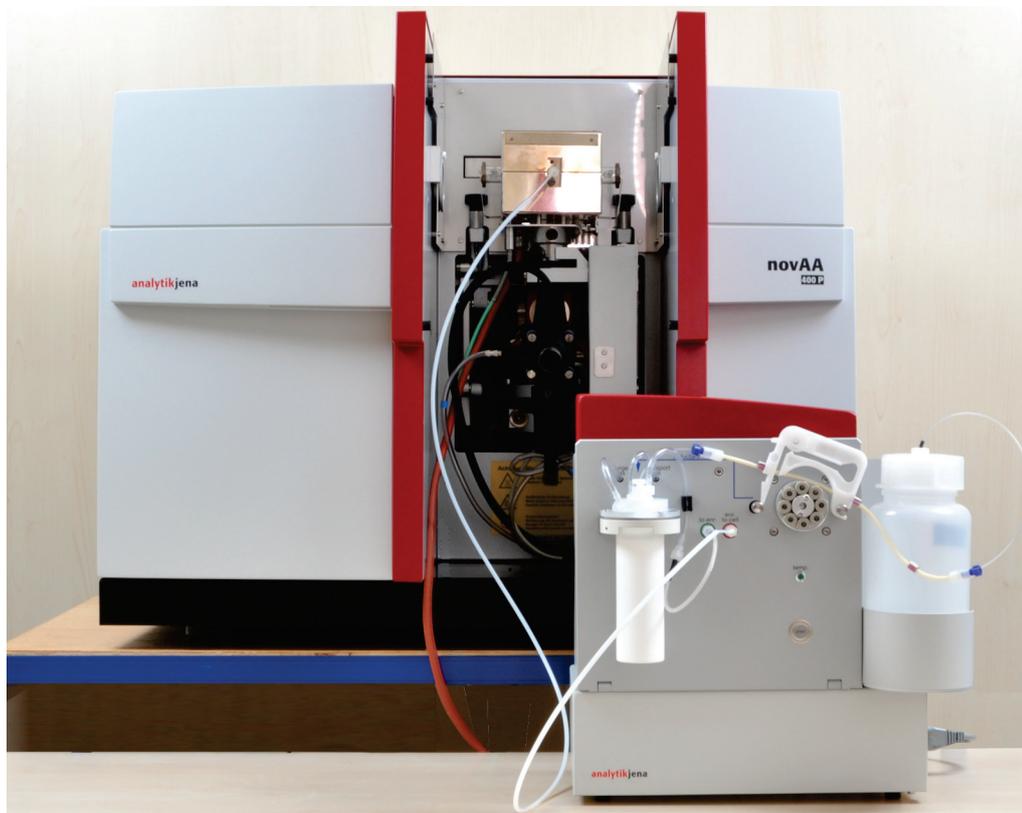


Image 1 HS 55 modular avec AAS novAA 400 P

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

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

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

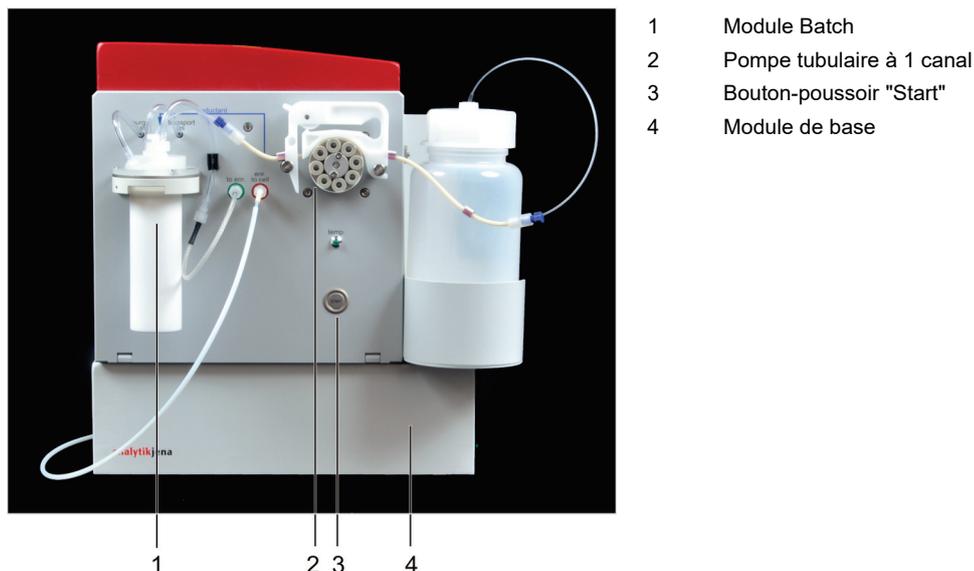


Image 2 HS 55 modular (Vue de face)

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

Le module "Hg plus" est inséré par le haut dans le module de fonction Batch et ainsi raccordé électriquement à celui-ci. Le câblage part du cadre du module de fonction pour rejoindre la plaque avant. Lors de la commutation entre les modes de fonctionnement Hydrures/Hg sans enrichissement ou Hg avec enrichissement, l'utilisateur ne modifie que le câblage au niveau de la plaque avant.

## 4.2 Structure fondamentale du système

Le HS 55 modular utilise en général le borohydrure de sodium  $\text{NaBH}_4$  en tant que réducteur ; mais il est également possible d'utiliser le chlorure d'étain (II)  $\text{SnCl}_2$  dans le cas de la détermination du mercure. L'argon sert de gaz porteur et de gaz de balayage.



### ATTENTION

Un changement de réducteur nécessite d'importants travaux de maintenance. Tous les tuyaux qui sont entrés en contact avec le réducteur doivent être changés et le système doit être soigneusement rincé.

L'échantillon est pipeté dans le récipient de réaction (max. 20 mL), celui-ci est attaché de manière étanche aux gaz au niveau de la tête du module Batch. La pompe tubulaire à 1 canal transporte le réducteur dans le récipient de réaction. La réaction rapide et parfois violente libère des hydrures métalliques gazeux ou de la vapeur atomique de Hg. Ceux-ci sont alors dirigés par le flux d'argon et l'hydrogène libéré directement vers la cuvette en quartz ou alors dirigé via un collecteur en or pour un enrichissement en mercure. Le mercure enrichi est alors libéré lors de l'étuvage du collecteur en or et transporté vers la cuvette de Hg par un flux d'argon directement raccordé.

Une fois la séquence de mesure terminée, le récipient de réaction est retiré, rincé et rempli d'un nouvel échantillon.

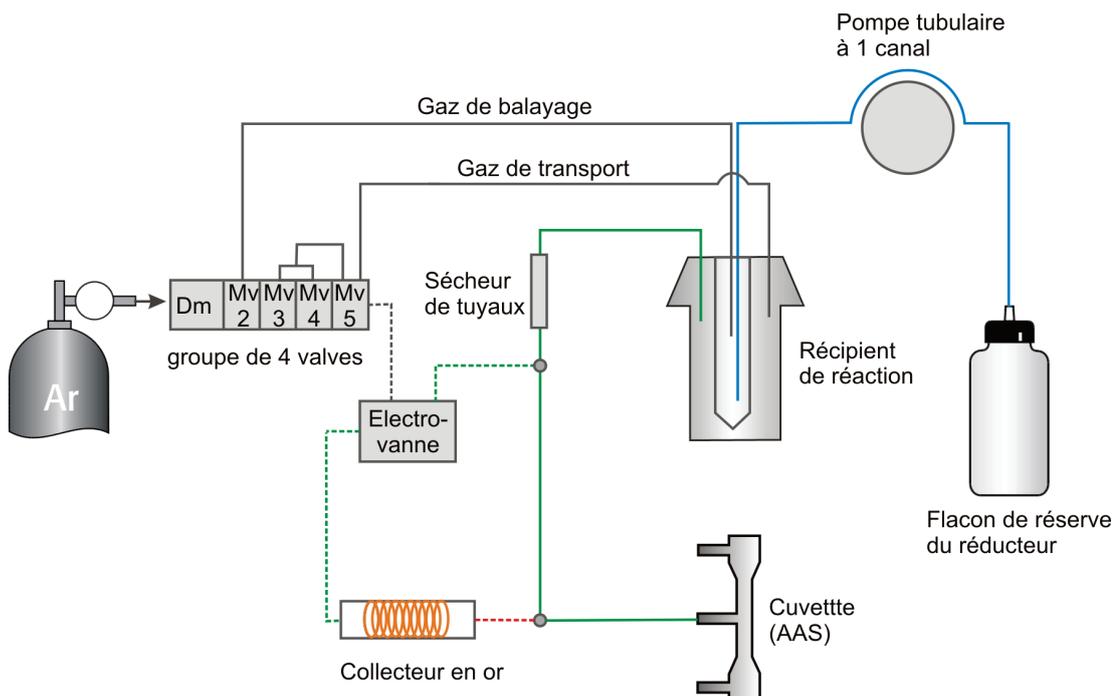


Image 3 Schéma fonctionnel du HS 55 modular



## IMPORTANT

Vous trouverez des informations relatives à la structure technique de l'appareil AAS dans les instructions d'utilisation séparées.

## 4.3 Structure du HS 55 modular

### 4.3.1 Pompe tubulaire à 1 canal

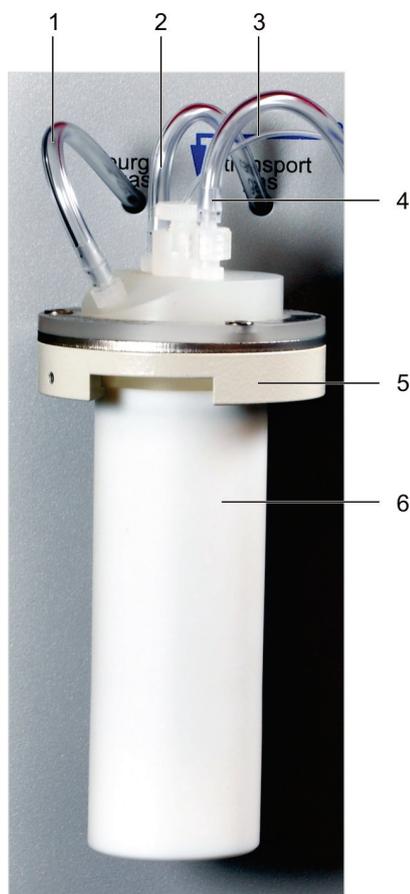
La pompe tubulaire à 1 canal est équipée d'une cassette Snap-in réglable et d'un tuyau en isoprène d'un diamètre intérieur de 2,06 mm. Elle ne fonctionne que pendant la durée du pompage et transporte le réducteur 4 vitesses différentes qui peuvent être sélectionnées.

### 4.3.2 Module Batch

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

La tête dispose de :

- Conduites d'arrivées du gaz de balayage ("purge gas" 15 L/h) et gaz porteur ("transp. gas" 6 L/h + 25 L/h) pour l'argon
- Sortie du gaz vers la cuvette ("to cell")
- Joint de bride pour le récipient de réaction
- Pointe de dosage



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

**Image 4** Module Batch

Le réducteur et le gaz de balayage ("purge gaz") sont dirigés jusqu'au fond du récipient de réaction à travers la pointe de dosage. La réaction avec l'échantillon commence par le bas et est accélérée par le gaz de réaction libéré et par le gaz de balayage. Le gaz de balayage entraîne l'hydrure métallique libéré ou la vapeur de Hg hors de la solution d'échantillon. Le gaz de transport ("transp. gas") entre par le haut du récipient de réaction et transporte l'hydrure métallique libéré ou la vapeur de Hg hors du récipient de réaction vers la cuvette ou vers le collecteur en or.

### 4.3.3 Groupe de 4 valves pour le contrôle du gaz

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

Valve MV2 : F2 à 15 L/h en tant que "purge gas" constant à travers la pointe de pipette du module Batch

Valves F3 avec 6 L/h et F4 avec 25 L/h combinés en tant que courant de gaz de transport  
MV3/MV4 :

### 4.3.4 Module "Hg Plus"

Le module "Hg plus" est un accessoire disponible en option et peut être utilisé par l'utilisateur pour compléter l'appareil. Il se trouve en haut dans le module de fonction. Il comprend une électrovanne 3/2 en plus de l'emplacement prévu pour le collecteur en or, le capteur et le ventilateur. Cette électrovanne raccorde au choix le gaz de réaction pour le chargement et le flux de gaz direct au collecteur en or pour l'étuvage.

L'élément principal du module "Hg plus" est un filet or-platine d'environ 20 mm de large, déroulé de manière lâche, qui se trouve dans un tube en quartz et y est fixé. Le collecteur en or retire les atomes libres de Hg du gaz de réaction qui passe à travers ce filet, les enrichit sur la surface en or et les rend à nouveau à une température d'environ 630 °C lors de l'étuvage. La chaleur est amenée de l'extérieur par une spirale chauffante située tout autour. Un capteur à infrarouges surveille la température d'étuvage. Après l'étuvage, le collecteur en or est refroidit par le flux d'air provenant du ventilateur axial.

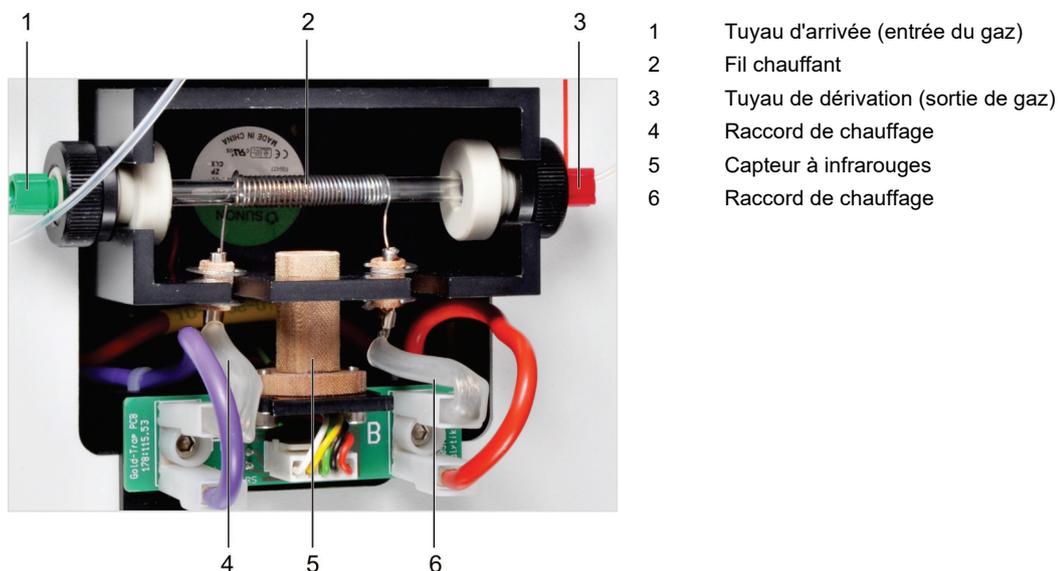


Image 5 Collecteur en or

## 4.4 Séquences de mesure



### IMPORTANT

Les mesures peuvent être démarrées par le HS 55 modular ou par le logiciel de l'appareil AAS. Les instructions d'utilisation de l'appareil AAS vous informent sur les procédures de réalisation des mesures.

#### 4.4.1 Fonctionnement discontinu sans enrichissement

La séquence de mesure est démarrée immédiatement après la mise en place du récipient de réaction contenant le nouvel échantillon. Lors de la période de rinçage 1 (prewash time), l'air présent dans le récipient de réaction est nettoyé grâce au flux maximal d'argon. La période de rinçage 1 est supprimée dans le cas du Hg afin qu'il ne soit pas expulsé prématurément en raison de son caractère volatil.

Au cours du temps d'attente AZ (AZ wait time) des conditions de mesure constantes dans la cuvette sont réglées pour le flux de gaz sélectionné pour la phase de mesure, puis la valeur nulle (AZ) au-delà de 4s est enregistrée en tant que valeur fixe du temps. Dans le cas du mercure le temps d'attente AZ est bloqué, le temps AZ est alors raccourci à 2 s.

Le début des mesures et le démarrage du pompage se produisent simultanément. La pompe tubulaire à 1 canal transporte le réducteur dans le récipient de réaction au cours de la période de pompage. La période de rinçage 2 prolonge l'état sélectionné du gaz. Au cours de la période de rinçage 3 (Wash time 3), le récipient de réaction et la cuvette sont nettoyés par rinçage des produits de réaction à l'aide du flux maximal de gaz.

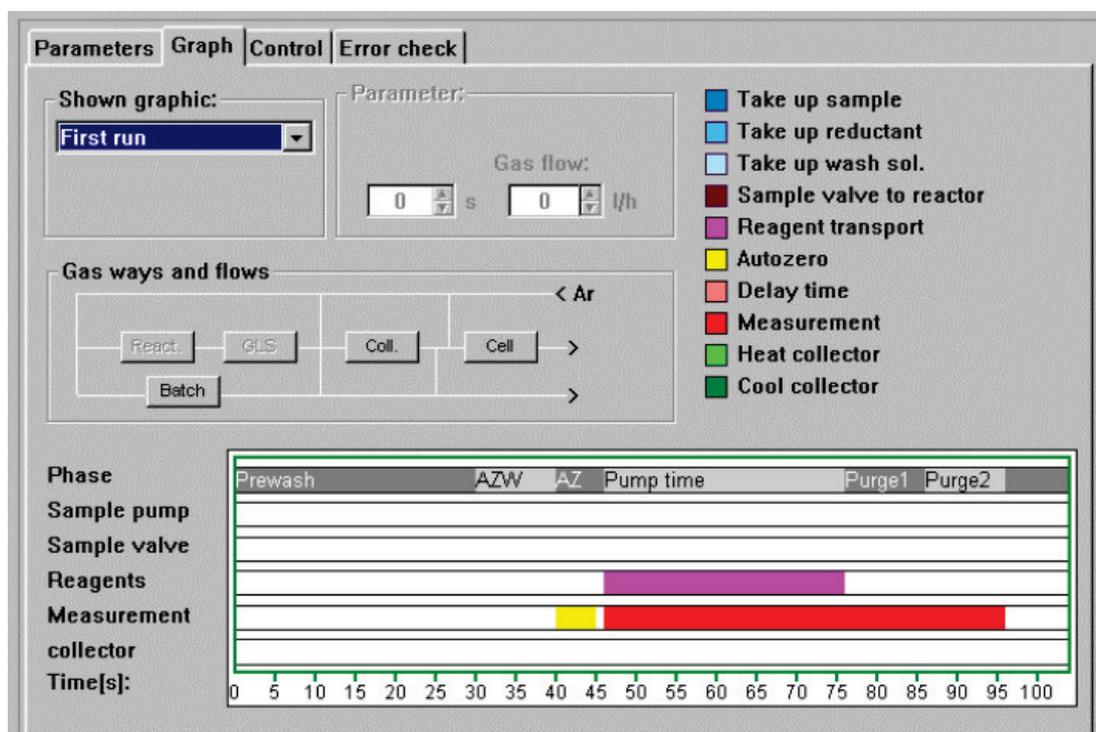


Image 6 Séquence de mesure du mercure ; fonctionnement discontinu

#### 4.4.2 Fonctionnement discontinu avec enrichissement de Hg

La séquence de mesure est démarrée immédiatement après la mise en place du récipient de réaction contenant le nouvel échantillon. Le rinçage du récipient de réaction est supprimé.

La pompe tubulaire à 1 canal transporte le réducteur dans le récipient de réaction au cours de la période de pompage. La vapeur de mercure libérée est transportée au cours de la période de pompage et de la période de rinçage 1 correspondante (Wash time 1) vers le collecteur en or pour y être enrichie.

Au cours du temps d'attente fixe Auto-Zéro (AZ wait time) de 2 s, un gaz frais ayant un débit qui peut être choisi librement circule du collecteur en or vers la cuvette et crée des conditions constantes pour la mesure de la valeur nulle suivante (AZ) pendant 4 s.

L'étuvage du collecteur en or, la période de rinçage 2 et la mesure démarrent au même moment. Le flux de gaz sélectionné transporte le mercure libéré dans le collecteur en or vers la cuvette.

Suite à l'étuvage du collecteur en or se produit le refroidissement à la température ambiante.

Le collecteur en or et la cuvette sont rincés à l'aide du flux de gaz maximal au cours de la période de rinçage 3 correspondante.

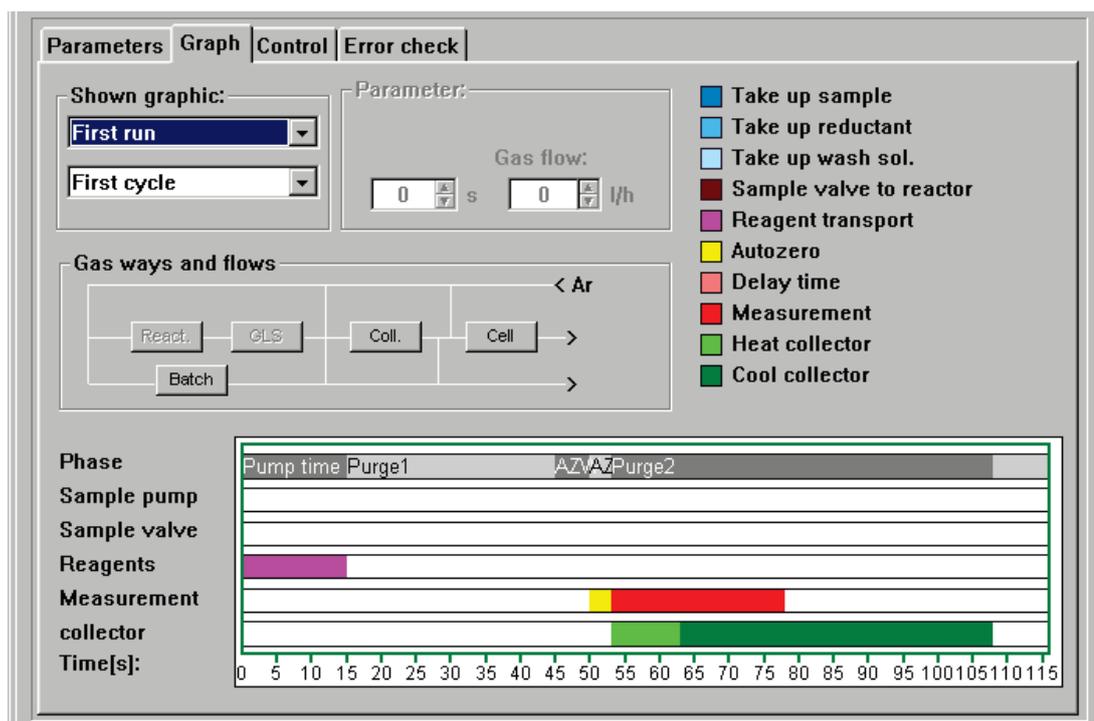


Image 7 Séquence de mesure du mercure ; fonctionnement discontinu avec enrichissement

## 5 Mise en service

### 5.1 Conditions d'installation et de transport

Le système d'analyse Hg/Hydrures est en général installé en même temps que l'appareil AAS par le service après-vente d'Analytik Jena ou par des personnes dûment autorisées par Analytik Jena. Le système peut être installé par le personnel de l'exploitant en tant que livraison supplémentaire.

L'exploitant se doit de mettre à disposition tout ce qui ne fait pas directement partie de la fourniture, mais qui est indispensable au fonctionnement du système d'analyse Hg/Hydrures. Pour permettre un bon fonctionnement, certaines conditions doivent avoir été étudiées au préalable sur le site. C'est pourquoi il convient de lire attentivement le chapitre "Conditions d'installation" dans le manuel relatif à l'appareil AAS.



#### ATTENTION

Avant de déplacer l'appareil, rincez le tuyau et la pompe de dosage afin d'éviter toute projection de solution d'agent réducteur. Cette solution d'agent réducteur est agressive et peut attaquer les vêtements.



#### ATTENTION

Le HS 55 modular possède une masse de 14 kg. Afin d'éviter des problèmes de santé, il est recommandé de ne saisir l'appareil qu'au niveau de la plaque de base continue du module de base.

### 5.2 Etapes d'installation des techniques d'analyse des hydrures et d'analyse Hg en vapeur froide



#### ATTENTION

Un son persistant, composé de bips, est émis en cas d'installation erronée de l'appareil. Vérifiez dans ce cas les étapes d'installation effectuées.

#### 5.2.1 Installer l'unité de cuvette sur le brûleur du col



#### AVERTISSEMENT

Il existe un risque de production d'oxyhydrogène. Dans le cas de la technique d'analyse des hydrures (cas d'exploitation chauffé), la cuvette doit être fermée de manière étanche aux gaz. Contrôlez les faces d'extrémité taillées de la cuvette. Il convient de remplacer la cuvette si vous constatez de petits débordements.



#### ATTENTION

Risque de corrosion ! En cas de restes éventuels d'acide dans le siphon, l'unité de cuvette peut être corrodée par l'action de vapeurs acides. Rincer le siphon sur la tubulure de la chambre de mélange avec 0,5 L d'eau avant de poser l'unité de cuvette sur la tubulure de la chambre de mélange.

1. Retirer le brûleur du col du brûleur.
2. Rincer le siphon de la chambre de mélange avec 0,5 L d'eau.
3. Glisser puis bloquer l'unité de cuvette sur le brûleur du col.
4. Uniquement pour le ZEEnit 650 P :
  - Desserrer la vis de fixation située sur la face avant en dessous du four à tube en graphite, retirer le four à tube en graphite du compartiment à échantillons.
  - Bloquer la plaque du four à l'aide de la broche de sécurité
  - Insérer le logement pour l'unité de cuvette dans les fiches prévues à cet effet sur la plaque de base dans le compartiment à échantillons.
  - Poser puis bloquer l'unité de cuvette sur le logement.

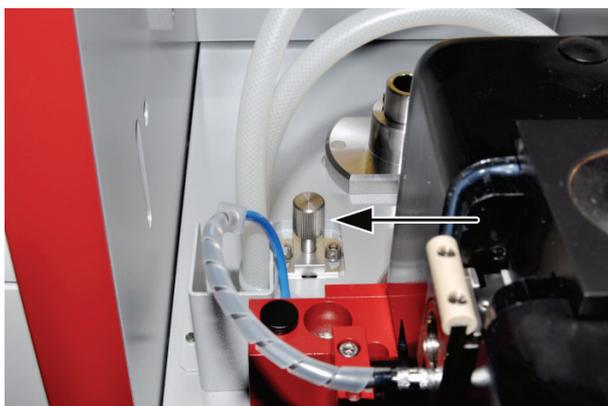


Image 8 Broche de sécurité au niveau de la plaque du four sur le ZEEnit 650 P

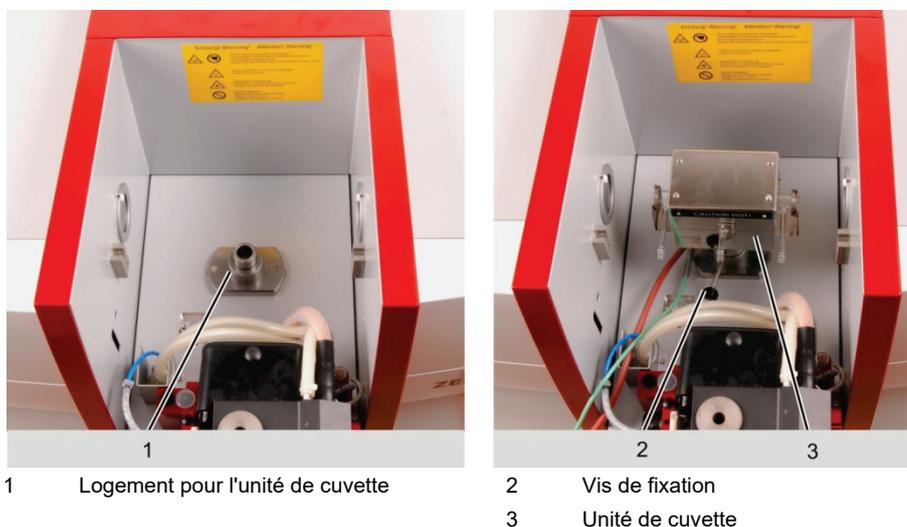


Image 9 Logement et unité de cuvette pour le système d'analyse sur le ZEEnit 650 P

5. Ouvrir l'unité de cuvette vers le haut et insérer la cuvette.



Cuvette en quartz pour analyser des hydrures



Cuvette Hg

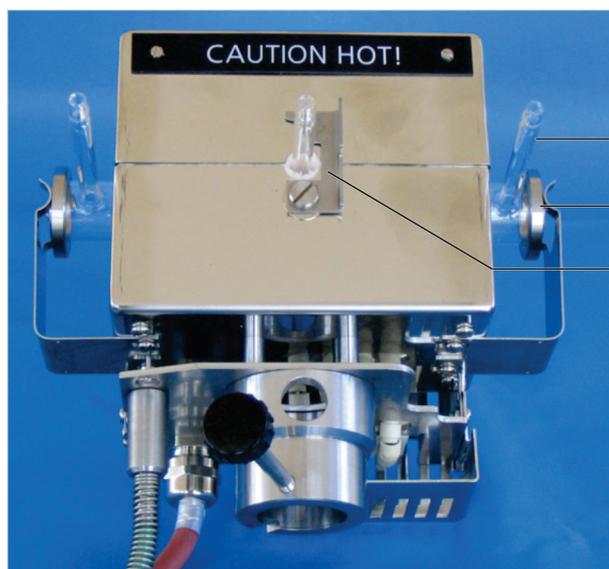
**Image 10 Cuvettes pour les techniques d'analyse des hydrures et d'analyse Hg en vapeur froide**

En cas de technique d'analyse des hydrures :

- Insérer la cuvette en quartz, fermer l'unité de cuvette et verrouiller.
- Glisser la douille à fenêtre en quartz des deux côtés puis la bloquer à l'aide de ressorts. Glisser le tuyau de dérivation du gaz sur les tubulures extérieures et accrocher la pièce en T dans le compartiment à échantillons à l'arrière de la tôle du compartiment à échantillons.

En cas de technique d'analyse Hg en vapeur froide :

- Insérer la cuvette de Hg, fermer l'unité de cuvette et verrouiller.
- ✓ **L'unité de cuvette est installée dans l'appareil AAS.**



- 1 Cuvette en quartz
- 2 Douille à fenêtre en quartz
- 3 Verrouillage

**Image 11 Unité de cuvette à cuvette en quartz (pour la technique d'analyse des hydrures)**

## 5.2.2 Installer le HS 55 modular sur l'appareil AAS



### IMPORTANT

Les tensions (+ 5V/+ 24 V) nécessaires au bon fonctionnement du HS 55 modular sont mises à disposition par l'appareil AAS.

1. Poser le HS 55 modular à droite de l'appareil AAS ou sur une table à côté de l'appareil AAS.
2. Raccorder l'unité de cuvette :



### ATTENTION

Une tension dangereuse peut être présente au raccord "cell heating". Veuillez respecter les consignes de sécurité stipulées dans le chapitre 3.8.3.

- Fil chauffant au raccord "cell heating" (5, voir Image 12)
  - Câble du capteur de température au raccord "cell sensor" (1)
  - Fixer la mise à la terre du câble du capteur à l'aide de la vis moletée (1a)
3. Raccorder le câble jumelé :
    - Prise "AAS" dans la fiche "AS" de l'appareil AAS
    - Fiche D-Sub "HS" du câble le plus fin dans le raccord "input 5 V/24V DC" du HS 55 modular (2). La fiche D-Sub "AS" reste libre.
  4. Raccorder le câble de signalisation à la prise "HS" de l'appareil AAS et à la prise "AAS – RS232" du HS 55 modular (3).

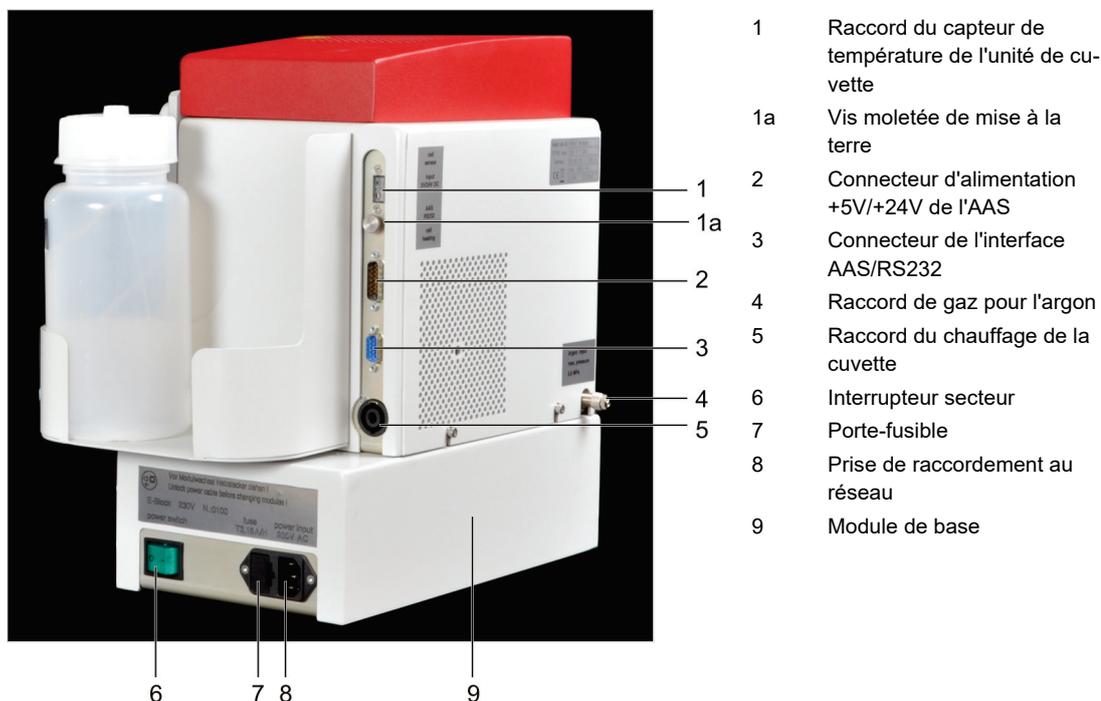


Image 12 HS 55 modular – Raccords disposés sur le côté droit

5. Insérer le câble secteur.
6. Relier le tuyau d'argon avec raccord de cloison à la face arrière (4).
7. Sélectionner le tuyau de séchage en fonction des éléments à déterminer ("Hy" pour les éléments générateurs d'hydrures, "Hg" pour le mercure).
  - Visser le tuyau de raccordement "Tuyau de séchage module Batch" sur la sortie "to cell" du module Batch.
  - Raccorder le tuyau de séchage à la sortie.
8. Relier le tuyau de séchage et le tuyau de cuvette l'un à l'autre ou le raccorder au module Batch :
 

Pour les modes de fonctionnement "Hg sans enrichissement" ou "Hydrures" :

  - Raccorder le tuyau de séchage "Hg" ou "Hy" au tuyau de la cuvette à l'aide du connecteur Luer femelle.

Pour le mode de fonctionnement "Hg avec enrichissement" :

  - Visser le tuyau de séchage "Hg" sur le raccord "to enr." (to enrichment – pour l'enrichissement) situé sur la plaque avant, visser le tuyau de la cuvette sur le raccord "enr. to cell" (voir Image 13).
9. Remplir le flacon de réserve avec le réducteur (1,0 % NaBH<sub>4</sub> / 0,3 % NaOH).
10. Relier le tuyau de prélèvement du réducteur (à vis creuse bleue) au tuyau de la pompe tubulaire à 1 canal et la plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve du réducteur.
11. Accrocher la cassette du tuyau au HS 55 modular et régler le levier à cran.
  - ✓ **Le HS 55 modular est installé sur l'appareil AAS et est prêt à effectuer des mesures.**

### **Ordre de mise en marche**

La plaque du conducteur de commande "hydrures" de l'appareil AAS est alimentée par les tensions de service + 5 V/+ 24 V. La tension d'alimentation n'est connectée qu'au module de base. La fréquence d'alimentation est contrôlée au cours de la phase d'initialisation de la mise en service.

Il en résulte la séquence suivante de mise en marche :

1. Activer le HS 55 modular.
2. Activer l'appareil AAS.
  - ✓ **Les premières mesures peuvent être effectuées.**

## **5.2.3 Changement de mode de fonctionnement**

Lors du changement entre les modes de fonctionnement "Hydrures" ou "Hg sans enrichissement" et "Hg avec enrichissement", l'utilisateur doit modifier le câblage au niveau de la plaque avant du module Batch.

### **Modes de fonctionnement "Hydrures" ou "Hg sans enrichissement"**

1. Sélectionner le tuyau de séchage : "Hy" pour la technique d'analyse des hydrures ou "Hg" pour la détermination du mercure.

2. Raccorder le tuyau de la cuvette au tuyau de séchage à l'aide du connecteur Luer femelle.
3. Raccorder le tuyau de séchage à la sortie de gaz "to cell" via le tuyau de raccordement.

#### Mode de fonctionnement "Hg avec enrichissement"

1. Relier le tuyau de séchage "Hg" via le tuyau de raccordement au raccord de gaz "to cell" situé sur le module Batch et le raccord "to enr." à la plaque avant.
2. Relier le tuyau de la cuvette au raccord "enr. to cell" sur la plaque avant.



Mode de fonctionnement "Hg sans enrichissement"



Mode de fonctionnement "Hg avec enrichissement"

#### Image 13 Câblage sur la plaque avant du module Batch

En outre, la cuvette doit être insérée dans l'unité de cuvette de l'appareil AAS :

- Mode de fonctionnement "Hydrures"  
Insérer la cuvette en quartz et la verrouiller avec les fenêtres en quartz.
- Modes de fonctionnement "Hg sans enrichissement" et "Hg avec enrichissement"  
Insérer la cuvette Hg

### 5.3 Transformation du HS 55 modular

Les modules de fonction injection de flux et batch du système modulaire Hg/Hydrures sont remplaçables et peuvent être remplacés par l'utilisateur. Il est par ailleurs possible de compléter l'appareil grâce au module "Hg Plus".

Le logiciel HS Wizard peut vous assister dans ce cas de figure. Après le démarrage du programme, l'utilisateur reçoit un message visant à demander la configuration actuelle de l'appareil. Il est alors possible de sélectionner une configuration cible. Le programme guide alors l'utilisateur à travers les étapes de transformation de l'appareil.

### 5.3.1 Compléter l'appareil à l'aide du module "Hg Plus"

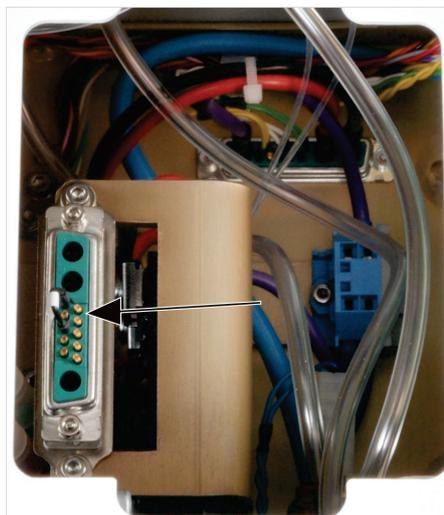


#### AVERTISSEMENT

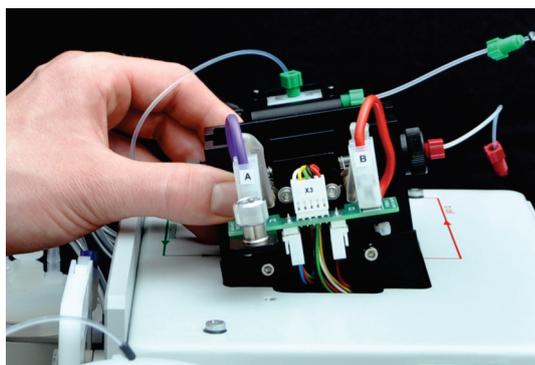
Tension électrique dangereuse ! Il convient de mettre hors service l'appareil AAS et le système d'analyse Hg/Hydrures avant de procéder à la conversion. Retirer la fiche secteur du système d'analyse Hg/Hydrures ainsi que toutes ses connexions vers l'appareil AAS et vers l'unité de cuvette.

Insérer le CD fourni dans le PC, démarrer le logiciel HS Wizard et suivre les instructions sur l'écran.

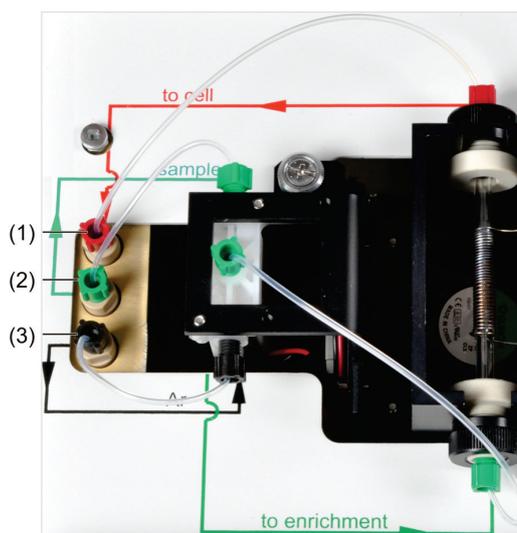
1. Sélectionner le spectromètre utilisé.
2. Sélectionner la configuration de sortie du HS 55 modular.
3. Sélectionner la configuration cible du HS 55 modular avec enrichissement.
4. Procéder à l'équipement complémentaire du module "Hg Plus" :
  - Enlever le capot rouge du HS 55 modular.



- Tirer vers le haut la fiche de court-circuit dans le module de fonction.



- Enfiler le module "Hg plus", l'aligner à l'aide des broches de guidage et l'enfoncer vers le bas jusqu'à la liaison soit réalisée.
- Fixer le module "Hg plus" à l'aide des vis moletées.



Raccorder les tuyaux au module de fonction Batch à travers le cadre :

- Tuyau avec les vis creuses rouges sur le raccord arrière avec la flèche rouge (1)
- Tuyau avec les vis creuses vertes sur le raccord intermédiaire avec la flèche verte (2)
- Tuyau avec les vis creuses noires sur le raccord avant avec la flèche noire (3)

- Reposer le capot rouge sur le module de fonction.
  - Relier le système au réseau électrique, à l'appareil AAS et à l'unité de cuvette. Mettre l'appareil en marche : d'abord le HS 55 modular, puis l'AAS. Cliquer sur le bouton [next] dans le logiciel après la phase d'initialisation des appareils.
5. Dans le cas d'un AAS à interface sérielle, il convient de sélectionner le port COM relié au spectromètre.
- ✓ **Le module "Hg plus" bénéficie maintenant de l'équipement complémentaire et il est désormais possible de vérifier son bon fonctionnement.**

#### **Test de fonctionnement du module "Hg Plus"**

1. Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS, dans la fenêtre MAIN SETTINGS sélectionner Technique HYDRIDE et initialiser les accessoires disponibles.
2. Fermer la fenêtre Main Settings en cliquant sur [OK].
3. Cliquer sur le bouton [Hydride syst.].
4. Sélectionner les réglages suivants dans l'onglet CONTROL sous COLLECTOR :
  - HEATING ON
  - ✓ **La spirale chauffante s'allume.**
  - Arrêter le chauffage en cliquant sur OFF.
  - COOLING ON
  - ✓ **On constate un flux d'air vertical.**
  - Arrêter le refroidissement en cliquant sur OFF.
5. Fermer la fenêtre HYDRIDE SYST.
  - ✓ **Le module "Hg Plus" est prêt à fonctionner.**

### 5.3.2 Conversion du HS 55 modular du module de fonction Batch en module injection de flux et inversement



#### AVERTISSEMENT

Tension électrique dangereuse ! Il convient de mettre hors service l'appareil AAS et le système d'analyse Hg/Hydrures avant de procéder à la conversion. Retirer la fiche secteur du système d'analyse Hg/Hydrures ainsi que toutes ses connexions vers l'appareil AAS et vers l'unité de cuvette.

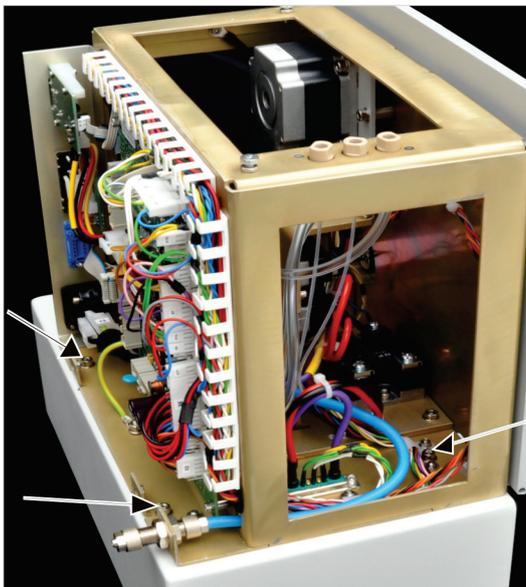
Une fois la modification effectuée, le système d'analyse Hg/Hydrures peut seulement être remis en service lorsque le nouveau module de fonction et le module de base ont été correctement vissés.

Insérer le CD fourni dans le PC, démarrer le logiciel HS Wizard et suivre les instructions sur l'écran.

1. Sélectionner le spectromètre utilisé dans le logiciel.
2. Sélectionner les configurations de sortie et cible du système d'analyse Hg/Hydrures.
3. Enlever le capot rouge.
4. Si le système d'analyse Hg/Hydrures est équipé d'un module "Hg Plus", il faut tout d'abord l'enlever avant de procéder à la modification :
  - Dévisser les raccords de tuyaux qui mènent au cadre.
  - Dévisser les vis moletées du module "Hg plus".
  - Retirer le module "Hg Plus" du module de fonction en le tirant vers le haut et le poser délicatement sur les broches de guidage. Veiller à ce qu'aucun tuyau ou autre élément similaire ne soit plié.
5. Procéder à la conversion du module de fonction :
  - Retirer et essuyer les tuyaux de prélèvement du flacon de réserve afin d'éviter toute projection.
  - Retirer le flacon de réserve des supports et le déposer à côté du système d'analyse Hg/Hydrures.
  - Desserrer le tuyau d'argon avec raccord de cloison de la face arrière.



- Desserrer le raccord à vis du capot du module de fonction et enlever le capot.



- Desserrer les raccords à vis du module de fonction (4 vis).
- Retirer le module de fonction du module de base en le tirant vers le haut et le déposer délicatement sur les broches de guidage. Veiller à ce qu'aucun tuyau ne soit plié.

- Poser, enclencher et viser le nouveau module de fonction sur le module de base.
- Relier le tuyau d'argon avec raccord de cloison à la face arrière de l'appareil.
- Poser et visser le capot sur le module de fonction.
- Disposer le flacon de réserve dans le support prévu pour le flacon et immerger le tuyau de prélèvement jusqu'au butoir.

6. Remonter le module de mercure "Hg Plus" (si disponible) (voir 5.3.1) :

- Enfiler le module "Hg plus", l'aligner à l'aide des broches de guidage et l'enfoncer vers le bas jusqu'à la liaison soit réalisée.
- Fixer le module "Hg plus" à l'aide des vis moletées.
- Raccorder les tuyaux au nouveau module de fonction à travers le cadre (voir le chapitre 5.3.1):

Tuyau avec les vis creuses rouges sur le raccord arrière avec la flèche rouge

Tuyau avec les vis creuses vertes sur le raccord intermédiaire avec la flèche verte

Tuyau avec les vis creuses noires sur le raccord avant avec la flèche noire

7. Reposer le capot rouge sur le module de fonction.
8. Relier le système au réseau électrique, à l'appareil AAS et à l'unité de cuvette. Mettre l'appareil en marche : tout d'abord le système d'analyse Hg/Hydrures, puis l'AAS. Cliquer sur le bouton [next] dans le logiciel après la phase d'initialisation des appareils.
9. Dans le cas d'un AAS à interface série, il convient de sélectionner le port COM relié au spectromètre.
  - ✓ **Le nouveau module de fonction (Injection de flux/Batch) est prêt à l'emploi.**

## 5.4

### Etapes d'installation de la technique HydrEA



#### IMPORTANT

Aucune unité de cuvette n'est utilisée dans le cas de la technique HydrEA. Au lieu de cela, une fiche de court-circuit est insérée sur le raccord du capteur de température.

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

1. Installer et régler le distributeur d'échantillons graphite (AS-GF) (conformément aux instructions d'utilisation de l'appareil AAS).
2. Procéder au revêtement du tube en graphite.
3. Installer le système d'analyse Hg/Hydrures.

#### 5.4.1

#### Recouvrir le tube en graphite d'iridium ou d'or



#### ATTENTION !

Le revêtement du tube en graphite ne doit pas se produire par la canule en titane du distributeur d'échantillons. Dans le cas contraire, la canule ne peut plus être utilisée pour effectuer des mesures. Ne procéder au revêtement du tube en graphite qu'avec la configuration EA du distributeur d'échantillons (c'est-à-dire le tuyau de dosage en MFA).



#### IMPORTANT

Le tuyau en graphite est recouvert d'iridium pour la détermination d'éléments générateurs d'hydrures. Un revêtement en or est apposé pour la détermination du mercure.

Il est recommandé de pipeter 3 fois de suite puis de sécher respectivement 50 µL de la solution mère d'iridium ou d'or à une concentration 1 g/L dans le tube en graphite avec le distributeur d'échantillons ou manuellement. Suite à l'atomisation de la substance apportée, il reste 150 µg d'iridium métallique ou d'or attaché sur le fond. Lors du revêtement et de l'étuvage du tube en graphite, les températures ne doivent pas dépasser 2200 °C ou 1000 °C afin qu'aucune perte d'iridium ou d'or ne se produise.

1. Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS, dans la fenêtre MAIN SETTINGS sélectionner GRAPHITE FURNACE et type de tube WALL, initialiser les accessoires disponibles.
2. Fermer la fenêtre MAIN SETTINGS en cliquant sur [OK].
3. Cliquer sur le bouton [Furnace].
4. Sélectionner l'onglet PLOT et mettre une croix à la ligne GRAPHITE TUBE COATING.

5. Définir les paramètres de revêtement.
  - Cycles = Nombre de pipetages (recommandés : 3)
  - Position = Position de la solution mère sur l'assiette du passeur d'échantillons
  - Vol. [ $\mu\text{L}$ ] = Quantité d'échantillon à pipeter par cycle (recommandée : 50  $\mu\text{L}$ )
  - Élément = Ir ou Au

Le graphique sur l'écran permet de suivre l'évolution de la température en fonction du temps lors du revêtement du tube par l'iridium ou l'or.

6. Poser la coupelle d'échantillons contenant la solution mère d'iridium ou d'or sur la position sélectionnée sur l'assiette du passeur d'échantillons.

7. Débuter le revêtement en cliquant sur le bouton [Start].

✓ **Le tube en graphite est recouvert d'iridium ou d'or.**

Programme du four						
Élément	Name	Temp. [ $^{\circ}\text{C}$ ]	Ramp [ $^{\circ}\text{C/s}$ ]	Hold [s]	Gas Purge	E/P
Ir	Drying	90	5	40	Max	
	Drying	110	1	40	Max	
	Drying	130	1	40	Max	*
	Pyrolysis	1200	300	26	Stop	
	Atomize	2100	500	8	Stop	
	Clean	2100	0	5	Med	
Au	Drying	80	5	25	Max	
	Drying	90	1	25	Max	
	Drying	110	5	10	Max	*
	Pyrolysis	110	0	6	Stop	
	Atomize	950	500	5	Stop	
	Clean	950	0	5	Med	

## 5.4.2 Installer le HS 55 modular pour le mode HydrEA

1. Sur le distributeur d'échantillons graphite (AS-GF), desserrer l'écrou de serrage sur le guide du tuyau, retirer le tuyau de dosage par le haut et le ranger dans le flacon des déchets.
2. Insérer la canule en titane jusqu'au coude formé le guide du tuyau puis la serrer.
3. Placer le HS 55 modular sur une table devant l'appareil AAS ou alors à droite/gauche de celui-ci.
4. Raccorder la fiche de court-circuit au raccord du capteur de température de l'unité de cuvette.
5. Raccorder le câble jumelé :
  - Prise "AAS" dans la fiche "AS" de l'appareil AAS
  - Fiche D-Sub "HS" du câble le plus fin dans le raccord "input 5 V/24V DC" du HS 55 modular (voir Image 12) La fiche D-Sub "AS" reste libre.

6. Raccorder le câble de signalisation à la prise "HS" de l'appareil AAS et à la prise "AAS – RS232" du HS 55 modular.
7. Insérer le câble secteur.
8. Relier le tuyau d'argon avec raccord de cloison à la face arrière.
9. Raccorder le tuyau HydrEA avec la pièce d'accouplement sur le raccord "to cell" du module Batch et l'enfoncer sur la canule en titane du distributeur d'échantillons.
10. Remplir le flacon de réserve avec le réducteur (1,0 % NaBH<sub>4</sub> / 0,3 % NaOH).
11. Relier le tuyau de prélèvement du réducteur (à vis creuse bleue) au tuyau de la pompe tubulaire à 1 canal et la plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve du réducteur.
12. Accrocher la cassette du tuyau au HS 55 modular et régler le levier à cran.
  - ✓ **Le HS 55 modular est installé sur l'appareil AAS et est prêt pour la technique HydrEA.**

### 5.4.3 Régler le distributeur d'échantillons à canule en titane

1. Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS, dans la fenêtre MAIN SETTINGS sélectionner Technique HYDREA et initialiser les accessoires disponibles.
2. Fermer la fenêtre MAIN SETTINGS en cliquant sur [OK].
3. Cliquer sur le bouton [Autosampler]. Sélectionner l'onglet TECHN. PARAMETERS et cliquer sur le bouton [Align autosampler to furnace].

Le logiciel vous guide alors pas à pas pour procéder au réglage dans les directions x,y et lors de la descente de la canule en titane.

4. Utiliser l'outil d'ajustage :
  - novAA 400 P / contrAA 700 / contrAA 600 : Insérer l'outil d'ajustage dans l'ouverture de pipettage.
  - ZEEnit 700 P / ZEEnit 650 P : retirer la fenêtre gauche du four, retirer le tube en graphite du four. Insérer l'outil d'ajustage avec le perçage par la gauche dans la paroi du four.
5. Suivre ensuite les consignes du logiciel :
  - Ajuster dans le sens y (profondeur du compartiment à échantillon) en tournant la vis de réglage puis bloquer avec le contre-écrou.
  - Orienter d'abord dans la direction x (parallèle à l'axe optique) avec les touches fléchées dans le champ de réglage. Effectuer le réglage fin au moyen des vis de réglage latérales contre les butées du compartiment à échantillon.
  - Terminer l'ajustage de telle sorte que la canule en titane soit bien contre le bord supérieur de la croix d'ajustement.

Nombre maximal de pas : Four Zeeman – 682 pas, four novAA-/contrAA – 566 pas

6. Une fois le réglage optimal obtenu, il faut enregistrer le nombre de pas dans la direction x ainsi que la profondeur en cliquant sur le bouton [Next] dans le logiciel.
  - ✓ **Le pipeteur retourne dans sa position d'origine.**

7. Retirer la croix d'ajustement. Préparer le tube en graphite.
  - novAA 400 P / contraAA 700 / contraAA 600 : Insérer l'entonnoir en graphite dans l'ouverture de pipetage.
  - ZEEnit 650 P / ZEEnit 700 P : insérer la fenêtre gauche du four, insérer le tube en graphite standard ou le tube en graphite recouvert, fermer le four Zeeman.
8. Ajuster la profondeur d'injection d'échantillon dans le tube graphite :
  - Placer la canule en titane sur le fond du tube tout en contrôlant la position de la canule avec la caméra du four ou le miroir d'observation.



#### **AVERTISSEMENT**

N'utiliser en aucun cas le miroir d'observation du contraAA ! Le rayonnement UV abîme les yeux.

---

9. Attacher la canule avec l'écrou de serrage.
10. Régler la profondeur d'injection via le fond du tube (~ 0,5 mm). Sauvegarder la profondeur d'immersion à l'aide du bouton [Finish].
  - ✓ **Le distributeur d'échantillons est réglé et prêt à effectuer des mesures.**

#### **Ordre de mise en marche**

La plaque du conducteur de commande "hydrures" de l'appareil AAS est alimentée par les tensions de service + 5 V/+ 24 V. La tension d'alimentation n'est connectée qu'au module de base. La fréquence d'alimentation est contrôlée au cours de la phase d'initialisation de la mise en service.

Il en résulte la séquence suivante de mise en marche :

1. Activer le HS 55 modular.
2. Activer l'appareil AAS.
  - ✓ **Le distributeur d'échantillons, le HS 55 modular et l'appareil AAS sont prêts à fonctionner.**

#### 5.4.4 Nettoyer le tube graphite avec revêtement



##### IMPORTANT

Le tube en graphite recouvert d'un revêtement en iridium ou en or peut être nettoyé par étuvage en utilisant la technique HydrEA. La couche d'iridium se volatilise alors dans le cas de températures supérieures à 2200 °C, la couche d'or à des températures supérieures à 1000 °C. Ces températures ne doivent pas être dépassées.

3. Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS, dans la fenêtre MAIN SETTINGS sélectionner Technique HYDREA et initialiser les accessoires disponibles. Fermer la fenêtre en cliquant sur [OK].
4. Cliquer sur le bouton [Furnace]. Sélectionner l'onglet CONTROL et saisir les paramètres pour le nettoyage du tube en graphite dans le domaine CLEAN FURNACE :
  - Temp. [°C] = 2200 (pour l'Iridium) ou 1000 (pour l'or)
  - Ramp [°C/s] = 500 (= montée de température)
  - Hold [s] = 10
5. Débuter l'étuvage du tube en graphite en cliquant sur le bouton [Start].
  - ✓ **Le tube en graphite est nettoyé grâce à un étuvage de courte durée. Cette procédure peut être répétée à plusieurs reprises.**

#### 5.4.5 Procéder à l'évaporation de la couche d'iridium ou d'or dans le tube en graphite



##### IMPORTANT

Le tube en graphite libéré de la couche métallique peut être utilisé comme tube en graphite standard pour l'analyse des solutions ou pour la technique HydrEA.

Avant de déposer une nouvelle couche d'iridium ou d'or dans le tube en graphite, il convient tout d'abord d'évaporer la couche déjà utilisée à l'aide d'une température d'étuvage de  $\geq 2500$  °C ou de  $\geq 1800$  °C.

1. Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS, dans la fenêtre MAIN SETTINGS sélectionner Technique HYDREA et initialiser les accessoires disponibles. Fermer la fenêtre en cliquant sur [OK].
2. Cliquer sur le bouton [Furnace]. Sélectionner l'onglet CONTROL et saisir les paramètres pour le nettoyage du tube en graphite dans le domaine CLEAN FURNACE :
  - Temp. [°C] = 2500 (Ir) ou 1800 (Au)
  - Ramp [°C/s] = 500 (= montée de température)
  - Hold [s] = 10
3. Débuter l'évaporation de la couche métallique en cliquant sur le bouton [Start].
  - ✓ **L'étuvage libère le tube en graphite de la couche métallique.**

## 6 Maintenance et entretien

### 6.1 Consignes de sécurité

L'utilisateur n'est pas autorisé à effectuer des travaux d'entretien et de maintenance autres que ceux qui sont décrits dans ce chapitre.

Les réparations effectuées sur l'appareil sont réservées au service après-vente d'Analytik Jena ou aux personnes munies des autorisations correspondantes.

Lors de la réalisation des travaux d'entretien et de maintenance, veuillez respecter les consignes de sécurité stipulées dans le chapitre 3 "Consignes de sécurité".

Pour assurer le fonctionnement optimal de l'appareil, veuillez faire contrôler le HS 55 modular une fois par an par le service après-vente d'Analytik Jena.

N'utilisez que des pièces de rechange de la société Analytik Jena. Pour les opérations de routine, vous pouvez recourir au matériel de laboratoire fourni par Analytik Jena.

### 6.2 Travaux de maintenance quotidiens

#### *Travaux à effectuer pour la mise en service quotidienne*

1. Accrocher la cassette du tuyau dans la pompe tubulaire à 1 canal.
  2. Effectuer le serrage des tuyaux de la pompe en réglant le levier à cran.
  3. Charger le système de réducteur :
    - Démarrer le logiciel ASpect LS ou ASpect CS, dans la fenêtre MAIN SETTINGS sélectionner Technique HYDRIDE et initialiser les accessoires disponibles. Fermer la fenêtre en cliquant sur [OK].
    - Cliquer sur le bouton [Hydride syst.]. Sélectionner l'onglet CONTROL et mettre une croix sur la ligne COMPONENTS PUMP.
    - Démarrer la pompe et la laisser fonctionner jusqu'à ce que le réducteur commence à goutter dans le récipient de réaction contenu en dessous de la pointe de dosage.
- ✓ **L'appareil est prêt à fonctionner.**

#### *Travaux à effectuer avant la mise hors service quotidienne*

1. Nettoyer le tuyau du réducteur à l'aide d'eau distillée ou d'une solution légèrement acide.
  2. Vider les tuyaux par pompage.
  3. Détendre le tuyau de la pompe en desserrant la cassette du tuyau au niveau de la pompe tubulaire à 1 canal.
  4. Conserver la solution d'agent réducteur au réfrigérateur.
- ✓ **L'appareil peut être mis hors service.**

## 6.3 Remplacement des fusibles



### AVERTISSEMENT

Des pièces conductrices de la tension d'alimentation sont présentes à l'intérieur du HS 55 modular. Il convient par conséquent de toujours mettre hors service le HS 55 modular et de tirer la fiche secteur.

Les fusibles de l'entrée secteur se trouvent sur le côté droit du module de base et sont étiquetés. Ils peuvent être remplacés par l'utilisateur.

Numéro du fusible	Type de fusible pour Tension d'alimentation 230 V	Type de fusible pour Tension d'alimentation 110 V
F1	T3, 15 A/H	T6, 3 A/H
F2	T3, 15 A/H	T6, 3 A/H

## 6.4 Effectuer la maintenance des tuyaux du réducteur



### IMPORTANT

Vérifiez régulièrement que les tuyaux de la pompe et de dosage du réducteur ne sont pas usés et qu'ils n'ont pas subi de déformations. Les tuyaux ne doivent pas seulement être remplacés en cas de forte usure mais aussi lorsque le réducteur ( $\text{NaBH}_4$  /  $\text{SnCl}_2$ ) est remplacé.



### ATTENTION ! Risque de brûlures !

La solution d'agent réducteur est corrosive Rincer le tuyau et le vider par pompage avant de le remplacer !

#### *Remplacer le jeu complet de tuyaux*

En cas d'usure prononcée ou de contamination, il faut remplacer l'ensemble du jeu de tuyaux du réducteur (tuyau de prélèvement, tuyau de la pompe, tuyau de dosage).

1. Desserrer la vis de l'attache au niveau du module Batch et retirer le tuyau de dosage (MFA).
2. Décrocher la cassette du tuyau, retirer le tuyau de la pompe.
3. Insérer le nouveau tuyau de la pompe dans la cassette. Tenir compte du sens de pompage !
4. Accrocher et serrer la cassette du tuyau.
5. Introduire le nouveau tuyau de dosage (MFA) dans le module Batch. Serrer fermement la vis d'attache.



### IMPORTANT

L'extrémité du tuyau doit se trouver environ 10 mm au-dessus de la pointe de la pipette.

---

6. Enfoncez le tuyau de prélèvement jusqu'au butoir dans le flacon de réserve.

- ✓ **Le nouveau jeu de tuyaux est prêt à fonctionner.**

## 6.5 Remplacer le tuyau de séchage

Les tuyaux de séchage sont aptes à fonctionner tant que la surface n'est pas salie par des particules ou du condensat. Remplacer toujours les tuyaux de séchage encrassés.

1. Desserrer le tuyau de séchage de la partie du tuyau à la sortie "to cell" du module Batch et du tuyau de la cuvette ou de l'entrée "to enr." au niveau de la plaque avant.
2. Relier le nouveau tuyau de séchage à la partie du tuyau à la sortie "to cell" du module Batch et du tuyau de la cuvette.

En mode de fonctionnement "Hg avec enrichissement", visser fermement la deuxième extrémité du tuyau à vis creuse sur le raccord "to enr." sur la plaque frontale.

- ✓ **Le nouveau tuyau de séchage est prêt à fonctionner.**

## 6.6 Contrôler et changer le joint de la bride dans le module Batch

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

1. Retirer le récipient de réaction grâce à une rotation de la bride.
2. Contrôler visuellement l'anneau d'étanchéité sur la bride, retirer l'anneau d'étanchéité usé et le remplacer par un nouvel anneau d'étanchéité.
3. Pousser le récipient de réaction sur la bride et le bloquer avec une rotation.

- ✓ **Le joint de la bride est renouvelé.**

## 6.7 Remplacer le collecteur en or

Si lors de la détermination de mercure avec enrichissement, la sensibilité attendue n'est pas obtenue, si les spectres d'absorption sont fortement élargis et peu reproductibles, alors le collecteur en or doit être remplacé. Le remplacement est également recommandé si le collecteur en or n'est pas correctement étuvé. C'est le cas si le nouveau de signal ne se règle pas immédiatement mais seulement après plusieurs mesures dans le cas de grandes différences de concentration.



### ATTENTION

Risque de brûlure au niveau du collecteur chaud ! Laisser refroidir le collecteur en or équipé d'une spirale chauffante.

---

1. Dévisser les tuyaux en MFA du collecteur en or.
2. Retirer les contacts enfichables de la spirale chauffante (4 et 6, Image 14) du circuit imprimé.
3. Desserrer le raccord à vis du collecteur en or au niveau de l'emplacement, retirer le collecteur en or avec spirale chauffante et retirer le raccord à vis.
4. Insérer le nouveau collecteur en or dans le raccord à vis.
5. Insérer le collecteur en or dans l'emplacement, enfoncer simultanément les douilles d'isolation sur le fil chauffant (2, Image 14) dans la rainure.
6. Pousser le collecteur en or jusqu'à la butée et bien le visser.
7. Enfoncez la nouvelle spirale chauffante à contacts enfichables sur le circuit imprimé.
8. Fixer les tuyaux MFA à vis creuses dans les raccords à vis du collecteur.

✓ **Le nouveau collecteur en or est prêt à fonctionner.**

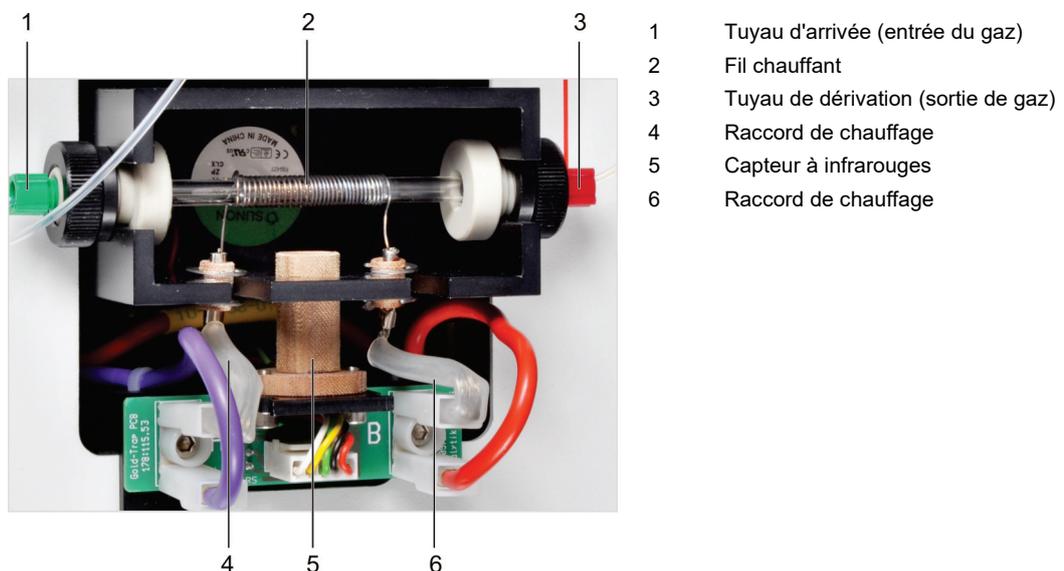


Image 14 Raccords au niveau du collecteur en or

## 6.8 Nettoyer les fenêtres de cuvette et les cuvettes



### ATTENTION

Risque de brûlure ! Laisser refroidir l'unité de cuvette avant de retirer les fenêtres de cuvette et la cuvette.

La température de la cuvette est affichée dans la fenêtre HYDRIDE SYST., onglet CONTROL.

#### *Etapas de travail lors du nettoyage des fenêtres de la cuvette*



### ATTENTION

Attention aux impuretés présentes sur les fenêtres de cuvette ! Les traces de doigts marquent. Ne pas toucher les fenêtres de cuvette. Il faut porter des gants en caoutchouc !

1. Enfoncez à nouveau le ressort à lames et retirez les fenêtres de cuvette avec la douille.

2. Nettoyer les fenêtres de cuvette à l'aide d'acide chlorhydrique dilué.
3. Rincer ensuite les fenêtres de cuvette à l'aide d'eau distillée puis les laisser sécher.
  - ✓ **Les fenêtres de cuvette sont nettoyées.**

---

#### *Étapes de travail lors du nettoyage de la cuvette*

---



#### **AVERTISSEMENT**

L'acide fluorhydrique est très corrosif et toxique. Il faut toujours travailler sous une hotte aspirante. Il convient de porter un équipement de protection approprié (gants en caoutchouc, tablier en caoutchouc et masque de protection).

---

1. Déverrouiller l'unité de cuvette et la replier vers le haut.
  2. Retirer la cuvette puis retirer les tuyaux.
  3. Nettoyer la cuvette pendant 5 à 10 minutes dans l'acide fluorhydrique froid à 40%.
  4. Enlever le film qui s'est détaché de l'intérieur du tube en frottant de manière intensive à l'aide d'une brosse ronde adaptée sous l'eau courante.
  5. Rincer la cuvette à l'aide d'eau distillée puis la laisser sécher.
- 



#### **AVERTISSEMENT**

Contrôler l'intégrité des extrémités de la cuvette ! Il existe un risque de production d'oxyhydrogène ! Il faut remplacer la cuvette endommagée, celle-ci ne doit plus être utilisée !

---

6. Insérer la cuvette dans le manchon chauffant et verrouiller l'unité de cuvette.
7. Glisser les fenêtres de cuvette avec des deux côtés puis la bloquer à l'aide de ressorts à lames. Il convient alors de contrôler la position des fenêtres de cuvette contre la cuvette !
  - ✓ **La cuvette nettoyée est à nouveau prête à l'emploi.**

## 7

## Matières auxiliaires et d'exploitation



## AVERTISSEMENT

Lors de la manipulation de réactifs, toujours porter des lunettes et des gants de protection. Il convient de respecter les indications figurant sur les étiquettes.

Le borohydrure de sodium ( $\text{NaBH}_4$ ) et l'hydroxyde de sodium ( $\text{NaOH}$ ) sont fortement corrosifs, hygroscopiques et extrêmement agressifs en solution. L'acide chlorhydrique concentré ( $\text{HCl}$ , 37 %) est très corrosif. La solution standard d'arsenic (1 g/L) provoque de graves irritations de la peau et des yeux. Elle est cancérigène. La prudence est recommandée lors de la manipulation et de la mise au rebut de ces produits dangereux.

Les matières auxiliaires suivantes sont nécessaires pour le fonctionnement du HS 55 modular :

Matières auxiliaires et d'exploitation	Fabrication
<b>Réducteur</b>	
Solution 1 : 3 % $\text{NaBH}_4$ + 1 % $\text{NaOH}$ (solution mère)	Dissoudre 7,5 g $\text{NaBH}_4$ et 2,5 g $\text{NaOH}$ (sous forme de petites pastilles) dans 250 mL d'eau distillée (bain à ultrasons). La solution 1 peut être conservée pendant 4 à 6 semaines au réfrigérateur.
Solution 2 : 1,0 % $\text{NaBH}_4$ + 0,3 % $\text{NaOH}$ (prête à l'emploi)	100 mL de la solution 1 sont complétés par de l'eau distillée jusqu'à 300 mL. La solution 2 peut être conservée pendant 1 à 2 semaines au réfrigérateur.
<b>Etalonnage de l'arsenic</b>	
Solution de réduction : 5 % KI + 5 % acide ascorbique  La solution sert à la réduction de As (+V) à As (+III)	Peser 2,5 g d'iodure de potassium et 2,5 g d'acide ascorbique dans un récipient propre et obturable et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50 mL. La solution peut être conservée pendant plusieurs jours au réfrigérateur. Ne plus l'utiliser si une légère coloration brune vient à apparaître !
Solutions standard d'arsenic pour la technique d'analyse des hydrures : 0 / 2,0 / 4,0 / 6,0 / 8,0 / 10,0 $\mu\text{g/L}$ As	Fabrication de solutions standards grâce à une série de dilutions Exemple standard 10 $\mu\text{g/L}$ As Solution 1 : 1 g/L As (solution commerciale standard)  Solution 2 : 1 mg/L As 100 $\mu\text{L}$ de la solution 1 sont mélangés à 7 mL de $\text{HCl}$ 37 % (p.a.) et complétés par de l'eau distillée jusqu'à 100 mL.
Autres standards : 2,0 $\mu\text{g/L}$ : 200 $\mu\text{L}$ solution 2 4,0 $\mu\text{g/L}$ : 400 $\mu\text{L}$ solution 2 6,0 $\mu\text{g/L}$ : 600 $\mu\text{L}$ solution 2 8,0 $\mu\text{g/L}$ : 800 $\mu\text{L}$ solution 2 (Fabrication voir solution 3)	Solution 3 : 10 $\mu\text{g/L}$ As (prête à l'emploi) 1 mL de la solution 2 sont mélangés à 7 mL de $\text{HCl}$ 37 % et 1 mL de la solution de réduction. Après 45 min d'attente il faut compléter par de l'eau distillée jusqu'à 100 mL. La solution 3 doit être fraîchement préparée tous les jours !



## 8 Transport et stockage

### 8.1 Transport

Respectez les consignes suivantes lors du transport :

- Il convient de toujours mettre le HS 55 modular hors tension avant de le transporter. Retirer la fiche secteur du système d'analyse Hg/Hydrures ainsi que toutes ses connexions vers l'appareil AAS et vers l'unité de cuvette.
- Débrancher l'alimentation de gaz et séparer le tuyau d'argon à l'arrière de l'appareil.
- Il y a risque de blessures si des pièces ne sont pas fixées correctement ! Les composants de l'appareil doivent être sécurisés lors du transport.
- Transportez l'appareil uniquement dans son emballage d'origine ! Veillez à ce que tous les modules soient fermement fixés les uns aux autres et que l'appareil soit entièrement vidé. Rincez soigneusement les tuyaux de la pompe et de dosage afin d'éviter toute projection de solution d'agent réducteur. Cette solution est agressive et peut attaquer les vêtements.
- Afin d'éviter toute blessure, observez les points suivants lorsque vous soulevez et portez l'appareil dans le laboratoire :
  - Le système d'analyse Hg/Hydrures possède une masse de 14 kg. Comme l'appareil n'a pas de poignée, saisissez-le fermement des deux mains au niveau de la plaque continue du module de base.
  - Respectez les valeurs indicatives et les valeurs légales relatives à la levée et au port de charges sans moyen auxiliaire.

### 8.2 Stockage



#### ATTENTION

Le milieu environnant et la condensation peuvent détruire certains composants du HS 55 modular !

Ne stocker le *HS55* que dans une pièce climatisée. L'atmosphère doit contenir peu de poussières et pas de vapeurs corrosives.

Si le HS 55 modular n'est pas monté immédiatement après la livraison, ou s'il n'est pas utilisé pendant une période prolongée, le stocker dans l'emballage d'origine. Mettre un dessiccateur approprié dans l'appareil ou l'emballage afin d'éviter les dommages dus à l'humidité.

Il convient de respecter les conditions suivantes pour le stockage :

- Plage de température : -40 °C à +50 °C selon DIN 58390-2
- Humidité ambiante maximum : 90 % max. à +30 °C

## 9 Résolution des pannes

Dans le cas de la technique d'analyse des hydrures et d'analyse Hg en vapeur froide, il se peut qu'une grande quantité de mousse se forme dans l'échantillon. Dans ce cas il faut rajouter quelques gouttes d'un agent antimoussant : Dow-Corning DB 110A, agent antimousse à base de silicone ou Octanol.

Il convient de tester la formation de mousse en cas d'échantillons inconnus. Si de la mousse est entraînée jusqu'à la cuvette en quartz dans le cas d'une réaction trop violente, alors il faut immédiatement arrêter la procédure de mesure.

## 10 Mise au rebut

Le HS 55 modular doit être mis au rebut avec ses composants électroniques dès l'expiration de la durée de vie de l'appareil et conformément à la législation en vigueur sur les déchets électroniques.