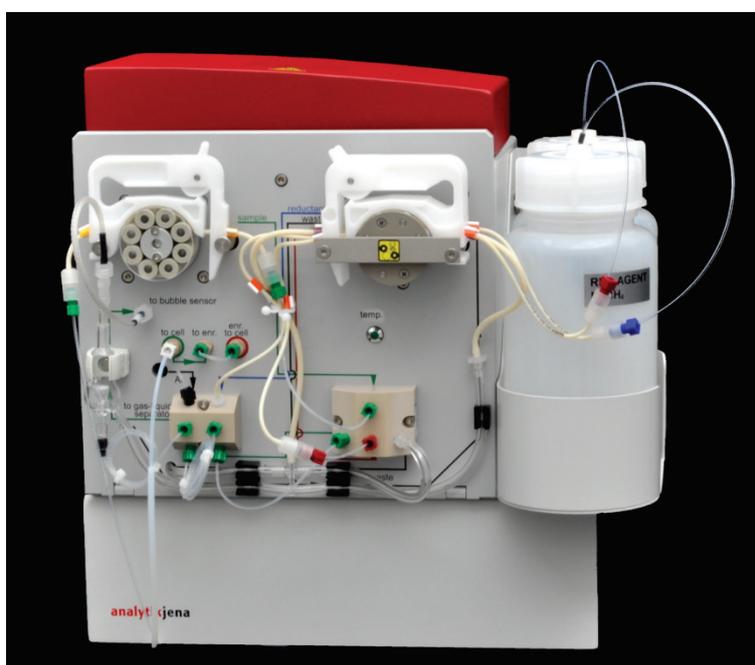


Manuel d'instructions

HS 60 modular

Injection liquide système Hg/Hydrures

Injection liquide 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.de

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



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

1	Informations élémentaires	5
1.1	Remarques sur les instructions d'utilisation	5
1.2	Utilisation conforme	5
2	Caractéristiques techniques	6
3	Consignes de sécurité	8
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 60 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
4	Description technique	17
4.1	Techniques et aperçu des systèmes d'analyse Hg-hydrures.....	17
4.2	Structure fondamentale du système.....	20
4.3	Structure du système d'analyse Hg/Hydrures HS 60 modular.....	21
4.3.1	Pompes tubulaires.....	21
4.3.2	Le groupe de 2 valves	22
4.3.3	Réacteur	22
4.3.4	Séparateur gaz-liquides	23
4.3.5	Sécheur de membrane du tuyau	23
4.3.6	Détecteur de bulles à soupape de commutation.....	24
4.3.7	Groupe de 4 valves pour le contrôle du gaz	24
4.3.8	Module "Hg Plus".....	24
4.4	Séquences de mesure	25
4.4.1	Fonctionnement en injection de flux sans enrichissement et FBR	25
4.4.2	Fonctionnement en injection de flux sans enrichissement et FBR (Fast Baseline Return).....	26

4.4.3	Fonctionnement en injection de flux avec enrichissement.....	27
4.4.4	Nettoyage du système.....	28
5	Mise en service	30
5.1	Conditions d'installation et de transport.....	30
5.2	Etapes d'installation des techniques d'analyse des hydrures et d'analyse Hg en vapeur froide.....	30
5.2.1	Installer l'unité de cuvette sur le brûleur du col	30
5.2.2	Installer le HS 60 modular avec passeur d'échantillons sur l'appareil AAS	33
5.2.3	Changement de mode de fonctionnement	35
5.3	Transformation du HS 60 modular	36
5.3.1	Compléter l'appareil à l'aide du module "Hg Plus"	36
5.3.2	Conversion du HS 60 modular du module de fonction injection de flux en module Batch et inversement.....	38
5.4	Etapes d'installation de la technique HydrEA.....	40
5.4.1	Recouvrir le tube en graphite d'iridium ou d'or	40
5.4.2	Installer le HS 60 modular pour le mode HydrEA.....	42
5.4.3	Régler le distributeur d'échantillons graphite à canule en titane	43
5.4.4	Nettoyer le tube graphite avec revêtement	44
5.4.5	Procéder à l'évaporation de la couche d'iridium ou d'or dans le tube en graphite	45
6	Maintenance et entretien.....	46
6.1	Consignes de sécurité	46
6.2	Travaux de maintenance quotidiens	46
6.3	Remplacement des fusibles	47
6.4	Contrôler et remplacer les tuyaux de la pompe.....	48
6.5	Remplacer le sécheur de membrane du tuyau	49
6.6	Remplacer un tuyau	50
6.7	Nettoyer ou remplacer le séparateur gaz-liquides.....	50
6.7.1	Nettoyer ou remplacer le réacteur	52
6.8	Remplacer le collecteur en or.....	53
6.9	Nettoyer les fenêtres de cuvette et les cuvettes.....	54
7	Matières auxiliaires et d'exploitation	56
8	Transport et stockage	58
8.1	Transport	58
8.2	Stockage.....	58
9	Résolution des pannes	59
10	Mise au rebut.....	59

Figures

Image 1	HS 60 modular avec AAS novAA 400 P	18
Image 2	HS 60 modular (Vue de face).....	19
Image 3	Schéma fonctionnel du HS 60 modular.....	20
Image 4	Pompes tubulaires.....	21
Image 5	Groupe de 2 valves	22
Image 6	Réacteur	22
Image 7	Séparateur gaz-liquides	23
Image 8	Collecteur en or	25
Image 9	Fonctionnement sans enrichissement et sans FBR.....	26
Image 10	Fonctionnement sans enrichissement avec FBR.....	27
Image 11	Fonctionnement avec enrichissement.....	28
Image 12	Nettoyage du système.....	29
Image 13	Broche de sécurité au niveau de la plaque du four sur le ZEEnit 650 P.....	31
Image 14	Logement et unité de cuvette pour le système d'analyse sur le ZEEnit 650 P .	31
Image 15	Unité de cuvette à cuvette en quartz.....	32
Image 16	Cuvettes pour les techniques d'analyse des hydrures et d'analyse Hg en vapeur froide.....	32
Image 17	HS 60 modular avec novAA 400 P et passeur d'échantillons	33
Image 18	HS 60 modular – Raccords disposés sur le côté droit	34
Image 19	Câblage sur la plaque avant dans les différents modes de fonctionnement.....	36
Image 20	Pompes tubulaires.....	47
Image 21	Groupe de 2 valves	48
Image 22	Sécheur de membrane du tuyau	49
Image 23	Séparateur gaz-liquides	51
Image 24	Réacteur avec raccords	52
Image 25	Raccords au niveau du collecteur en or	54

1 Informations élémentaires

1.1 Remarques sur les instructions d'utilisation

Le HS 60 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 60 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 60 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 60 modular, cette utilisation est considérée comme non conforme. Les consignes de sécurité qui sont apposées en particulier sur l'appareil, sont indiquées dans le paragraphe "Consignes de sécurité" S. 8 et dans la description des étapes de travail correspondantes.

2 Caractéristiques techniques

Caractéristiques techniques	
Désignation / Type	HS 60 modular
Techniques (en fonction de la configuration installée)	Technique d'analyse des hydrures Technique d'analyse du Hg en vapeur froide sans enrichissement Technique d'analyse du Hg en vapeur froide avec enrichissement Technique HydrEA
Modes d'exploitation	Injection de flux (=flow injection) avec/sans passeur d'échantillons Procédé FBR (Fast Baseline Return) pour la détermination de Hg sans enrichissement (= dès que le signal maximum est atteint, la cuvette Hg est rincée par un flux de gaz plus important.)
Éléments pouvant être déterminés	As, Bi, Hg, Sb, Se, Sn, Te
Dimensions (l x H x P)	360 × 370 × 240 mm
Masse	Env. 14 kg
Réactifs	
Réducteurs	Borohydrure de sodium NaBH ₄ mélangé à de l'hydroxyde de sodium NaOH dans une proportion de 3:1 Valeur indicative de la concentration : 0,3 % NaBH ₄ + 0,1 % NaOH Chlorure d'étain (II) SnCl ₂ en tant qu'alternative pour la détermination du Hg
Acide	Acide chlorhydrique HCl
Principaux groupes de fonction	
Pompe tubulaire à 1 canal pour le transport de l'échantillon	Équipement : Tuyau en isoprène de diamètre intérieur = 1,42 mm ; butoir : jaune Vitesse de la pompe : 4 niveaux Débit : réglable de 4-11 mL/min
Pompe tubulaire à 3 canaux pour les composants	Milieu : tuyau de pompage des déchets Tuyau en isoprène de diamètre intérieur = 2,06 mm ; butoir : violet A l'arrière : réducteurs, Tuyau en isoprène de diamètre intérieur = 2,06 mm ; butoir : orange A l'avant : Acide, Tuyau Isoprène diamètre intérieur = 0,89 mm ; butoir : orange Vitesse de la pompe : adaptée à la pompe à échantillon, Débit : réglable de 1-7 mL/min
Unité de réaction	Réacteur en PEEK à angle d'incidence de 120° entre l'échantillon/l'acide et le réducteur ainsi qu'entre les produits de réaction et le flux de d'argon et la boucle de tuyau de 0,75 m.
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

Caractéristiques techniques	
Unité de cuvette	Chauffage : électrique Température pour les éléments générateurs d'hydrogène : 600 °C à 950 °C, Température pour Hg : température ambiante ou 150 °C Stabilité de la température : ± 10 °C de la température de consigne
Cuvettes d'absorption	Cuvette en quartz : 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 : flux de gaz FBR F2 : 20 L/h, gaz de transport et de balayage : F3 : 6 L/h ; F4 : 25 L/h
Temps de fonctionnement en mode Injection de flux	Load time : Période durant laquelle la pompe à échantillon remplit le tuyau de prélèvement avec l'échantillon jusqu'au groupe de 2 valves. Reaction time : Période durant laquelle la pompe à échantillon pompe l'échantillon vers le réacteur. AZ wait time : Temps d'attente immédiatement avant la compensation zéro Wash time 1, 2, 3 : Temps de transport du gaz de réaction dans le flux d'argon pour différentes conduites de gaz Heat. time collector : Temps au cours duquel le chauffage du collecteur en or est activé. Cool time collector : Temps au cours duquel le ventilateur du collecteur en or est activé.
Paramètres électriques	
Alimentation électrique	Selon le module de base : 220-230 V ou 100-110 V
Fréquence	50/60 Hz
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
Catégorie de surtension	II conformément à DIN EN 61010-1
Catégorie d'encrassement	2 conformément à DIN EN 61010-1
Classe de protection	I
Type de protection	IP 20
Conditions environnementales	
Temp. 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 60 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 60 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 60 modular

Sur le HS 60 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 60 modular et ses accessoires :



Mise en garde
contre un danger



Avertissement, sur-
face chaude



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



Avertissement contre
les risques d'écrase-
ment

3.5 Etat technique

La structure et la construction du HS 60 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 60 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 60 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 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 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 60 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 uniquement l'appareil 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 pompage et de dosage afin d'éviter toute projection de solution d'agent réducteur ou d'acide. Ces solutions sont agressives et peuvent 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. L'appareil n'étant pas équipé de poignées, il convient de le saisir 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 60 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 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 60 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 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 60 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 60 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 60 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 60 modular ne peut être utilisé qu'en combinaison avec un appareil AAS installé 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 60 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 (NaBH_4) et l'hydroxyde de sodium (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. Le liquide restant provenant du système d'analyse Hg/Hydrures et du distributeur d'échantillon doit être récolté dans le flacon résistant de 10 L qui fait partie des fournitures livrées avec l'appareil AAS. Pour la mise au rebut des produits restants, observer précisément les consignes correspondantes.
- Dans le cas de mesures effectuées sur un produit à base de cyanure, il faut s'assurer qu'une formation d'acide cyanhydrique (acide prussique) dans le flacon de décharge est impossible.
- 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 :

- La cuvette ainsi que les fenêtres doivent toujours être fermées hermétiquement afin d'empêcher une intrusion de gaz. La cuvette 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 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 au 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 fondamentalement 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. 46.

- 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 ne peut seulement être remis en service que 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 immédiat, éteignez immédiatement l'interrupteur secteur situé sur le côté droit en cas de danger ou d'accidents et retirez la fiche secteur de la prise de courant. Fermez l'alimentation en gaz immédiatement 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 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 NaBH_4 , le chlorure d'étain Sn(II)Cl_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 causées 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 passeur 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 60 modular

Le HS 60 modular se compose d'un module de base, d'un module de fonction à injection de flux (= flow injection) 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 peut changer ou compléter son équipement en mains propres.

Le HS 60 modular peut être combiné aux appareils AAS suivants :

- ZEEnit 700 P / ZEEnit 650 P
- novAA 400 P / novAA 350
- contrAA 700 / contrAA 600 / contrAA 300
- Anciens appareils équipés d'une interface RS 232



Image 1 HS 60 modular avec AAS novAA 400 P

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

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

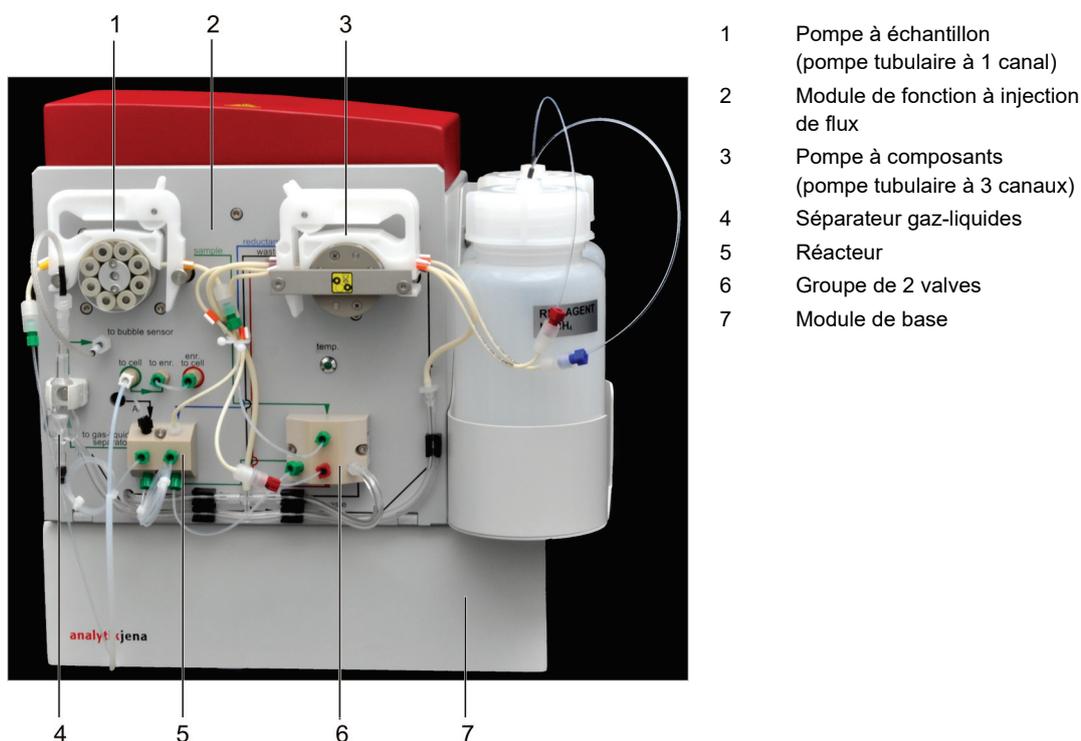


Image 2 HS 60 modular (Vue de face)

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

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

On trouve les éléments suivants à l'intérieur du module de fonction :

- Détecteur de bulles à soupape de commutation permettant de vérifier l'absence d'humidité dans le gaz de réaction
- Groupe de 4 valves destiné à l'alimentation de gaz

Le module "Hg plus" est inséré par le haut dans le module de fonction à injection de flux et est 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 60 modular utilise en général le borohydrure de sodium NaBH_4 en tant que réducteur ; mais il est également possible d'utiliser le chlorure d'étain (II) SnCl_2 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.

La solution d'échantillon est aspirée par une pompe tubulaire à 1 canal, la pompe tubulaire à 3 canaux transporte quant à elle l'acide et le réducteur. Le groupe de 2 valves connecte au choix l'échantillon ou l'acide au réacteur et respectivement l'autre composant à la sortie déchets. L'échantillon et le réducteur se rencontrent alors dans le réacteur, l'échantillon est réduit et un hydrures métallique gazeux ou de la vapeur atomique de Hg est libéré. En outre, de l'hydrogène est également libéré. Les produits gazeux de réaction sont happés par le flux d'argon et transportés vers le séparateur gaz-liquides. C'est là que se produit la séparation de la phase gazeuse (hydrures métallique ou vapeur de mercure, argon et hydrogène) de la phase liquide. Le liquide restant est pompé par la pompe tubulaire à 3 canaux.

Le gaz séparé est ensuite directement dirigé vers la cuvette en quartz pour y mesurer son absorption ou dirigé via un collecteur en or pour un enrichissement en Hg. Le mercure enrichi est alors libéré lors de l'étuvage du collecteur en or et transporté directement vers la cuvette par un flux d'argon raccordé au groupe de 4 valves.

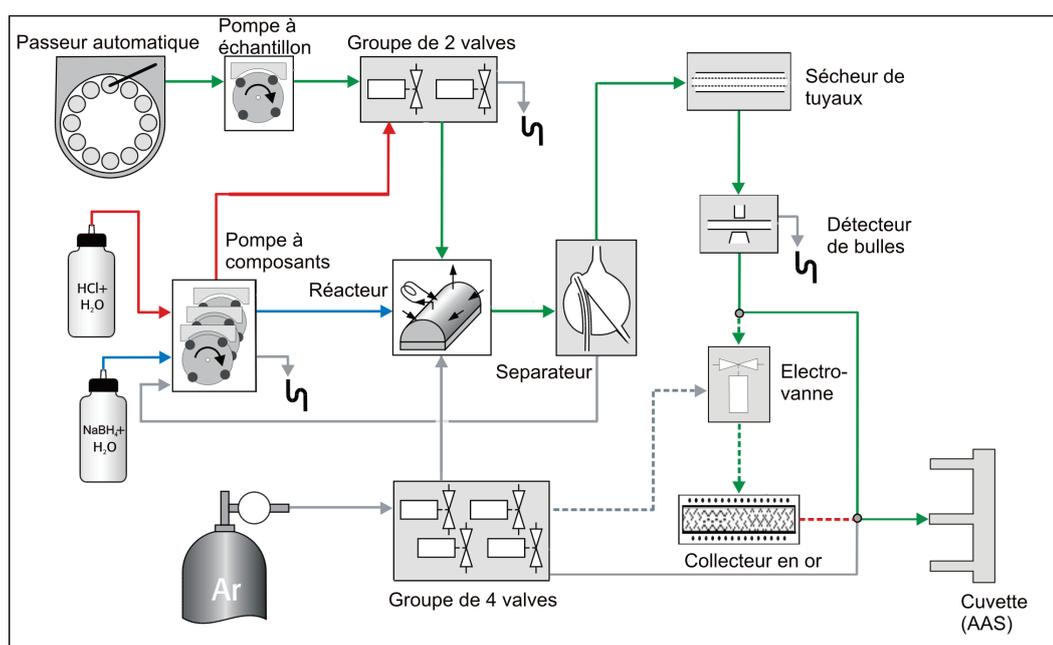
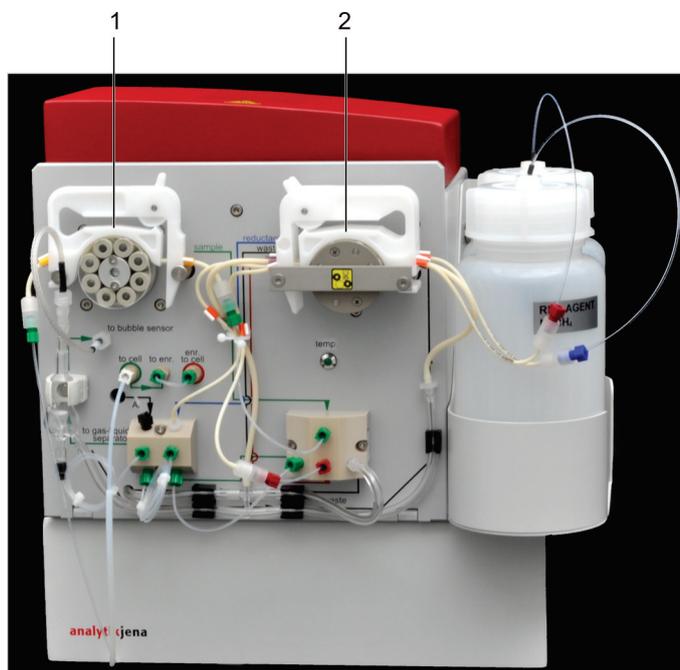


Image 3 Schéma fonctionnel du HS 60 modular

4.3 Structure du système d'analyse Hg/Hydrures HS 60 modular

4.3.1 Pompes tubulaires



- 1 Pompe à échantillon (pompe tubulaire à 1 canal)
- 2 Pompe à composants (pompe tubulaire à 3 canaux)

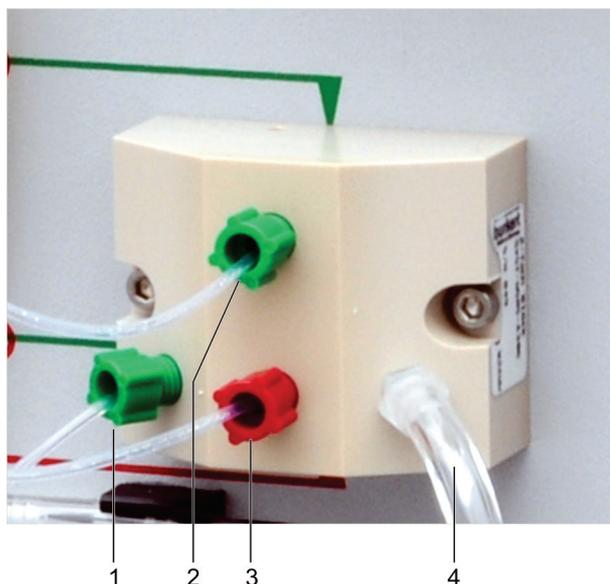
Image 4 Pompes tubulaires

Les pompes tubulaires sont équipées de cassettes Snap-In. La pompe tubulaire à 1 canal (1), équipée d'un tuyau en isoprène d'un diamètre intérieur de 1,42 mm, peut transporter l'échantillon à 4 vitesses différentes à des taux de pompage allant de 5 à 11 mL/min. La pompe à échantillon ne fonctionne qu'au cours de la période de chargement et du temps de réaction.

La pompe tubulaire à 3 canaux (2) transporte l'acide et le réducteur à l'aide des canaux à l'avant et à l'arrière et pompe la phase liquide du séparateur gaz-liquides par le canal du milieu. La pompe tubulaire à 3 canaux fonctionne pendant l'ensemble du cycle de mesure dans le cas de mesures d'hydrures métalliques et de mercure sans enrichissement ; seulement à partir du début du cycle de mesures jusqu'à la fin de la période de rinçage 1 à une vitesse constante de pompage dans le cas de mesures de mercure avec enrichissement. Au cours de la phase de réaction, la vitesse de la pompe est adaptée en interne à la vitesse de la pompe à échantillon. Le débit de refoulement du réducteur et de l'acide peut ainsi varier dans la plage de 1-7 mL/min.

Aperçu des tuyaux de la pompe		
Fonction	Butoir	Diamètre intérieur [mm]
Pompe tubulaire à 3 canaux		
Tuyau du réducteur	orange-orange	0,89
Tuyau d'acide	orange-orange	0,89
Tuyau de pompage	violet-violet	2,06
Pompe tubulaire à 1 canaux		
Tuyau d'échantillon	jaune-jaune	1,42

4.3.2 Le groupe de 2 valves

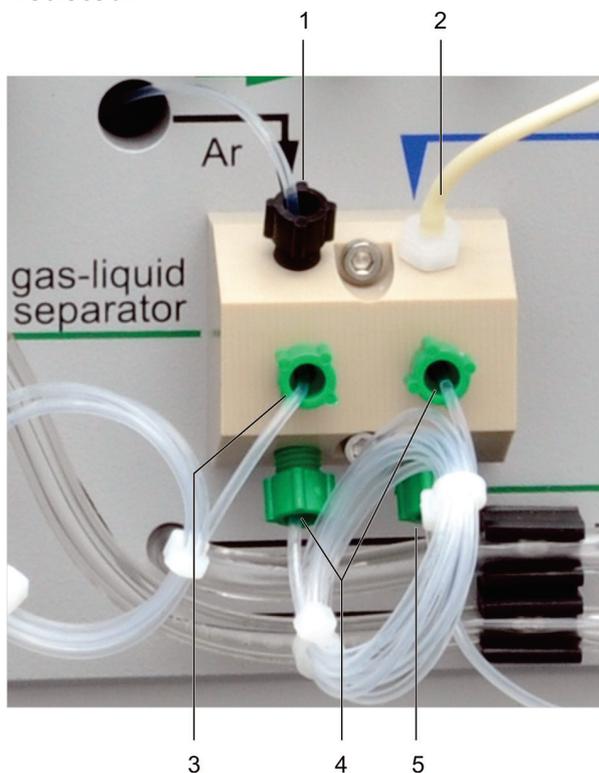


- 1 Echantillon vers le réacteur
- 2 Echantillon venant de la pompe à échantillon
- 3 Acide venant de la pompe à composants
- 4 Vers les déchets

Image 5 Groupe de 2 valves

Le groupe de 2 valves se compose de deux électrovannes inertes sur un corps de base en PEEK : le groupe de 2 valves raccorde le flux d'échantillon au réacteur et l'acide aux déchets au cours de la phase de réaction. A l'état initial, le flux d'acide est relié au réacteur et l'échantillon circule vers les déchets en cas de pompe à échantillon active.

4.3.3 Réacteur

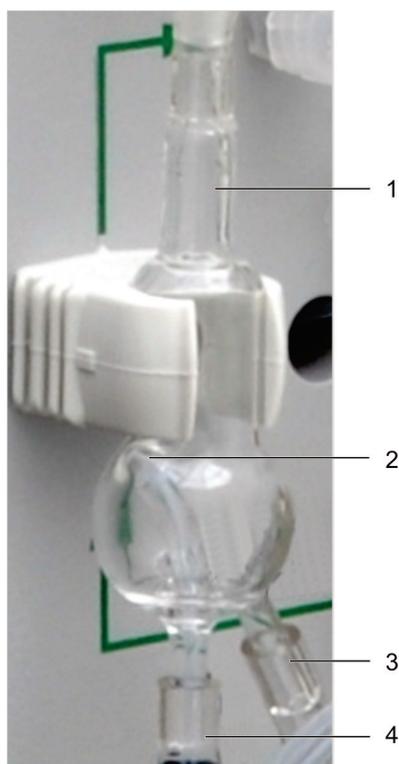


- 1 Entrée du gaz inerte (argon)
- 2 Entrée du réducteur
- 3 Sortie des produits de réaction vers le séparateur gaz-liquides
- 4 Raccords du pont à tuyaux, tuyau du réacteur
- 5 Entrée de l'échantillon (ou de l'acide)

Image 6 Réacteur

L'échantillon ou l'acide et le réducteur se rencontrent à un angle de 120 ° dans le réacteur en PEEK et réagissent les uns avec les autres. Les composants qui participent à la réaction sont prélevés à un angle de 60 ° au niveau des deux entrées. La suite de la réaction se déroule dans la boucle de tuyau enroulée en MFA de 75 cm de long et d'un diamètre intérieur de 1 mm. Le flux d'argon et les produits de réaction se rencontrent au niveau d'un deuxième point de choc à un angle de 120 ° et s'écoulent à un angle de 60 °. La réaction, c'est-à-dire la libération des hydrures métalliques gazeux ou du mercure atomique, s'achève dans le réacteur.

4.3.4 Séparateur gaz-liquides



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

Image 7 Séparateur gaz-liquides

Le séparateur gaz-liquides en verre de type Duran se caractérise par un volume mort réduit. Les produits de réaction sont introduits par le bas (4), le tuyau débouche dans une protubérance en forme de demi-sphère (2), dans laquelle la formation de bulles est fortement réduite même en cas d'échantillons moussants. Les produits de réaction gazeux sortent par le haut grâce à l'argon, le gaz porteur (1). Le risque d'emporter des gouttes est ainsi réduit au minimum. Le liquide restant est pompé au fond du séparateur gaz-liquides (3).

4.3.5 Sécheur de membrane du tuyau

Le gaz de réaction est séché dans le sécheur de membrane du tuyau par échange d'humidité avec l'air environnant. L'humidité restante est ainsi retirée du gaz de mesure. Le sécheur de tuyau relie le séparateur gaz-liquides au détecteur de bulles.

4.3.6 Détecteur de bulles à soupape de commutation

Le détecteur de bulles réagit aux plus petites bulles et gouttes présentes dans le tuyau MFA. Le liquide provoque une modification de l'indice de réfraction dans le tuyau en MFA, qui est reconnue par une cellule photo-électrique. Si le détecteur de bulles réagit, l'électrovanne suivante se raccorde au passage direct vers la sortie déchets et empêche ainsi l'humidité de pénétrer dans les tuyaux, qui mènent à la cuvette ou au collecteur en or.

4.3.7 Groupe de 4 valves pour le contrôle du gaz

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

Valve MV2 : F2 à 20 L/h en tant que flux direct de gaz vers la cuvette pour l'interruption de signal en cas de procédé FBR pour la détermination du Hg sans enrichissement

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

Valve MV5 : raccorde F3, F4 au choix au réacteur ou au collecteur en or (pour l'éjection du mercure libéré). La pression de gaz appliquée est surveillée en permanence par un manostat.

4.3.8 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. Ce module comprend une électrovanne 3/2 au niveau de l'entrée 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 un flux d'air provenant du ventilateur axial.

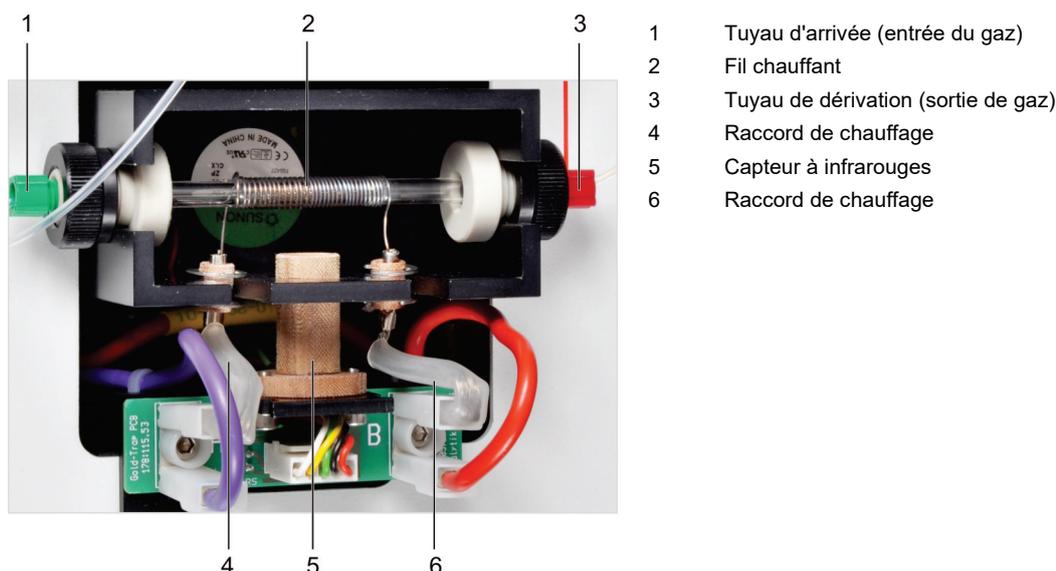


Image 8 Collecteur en or

4.4

Séquences de mesure



IMPORTANT

Le logiciel de l'appareil AAS permet de commander les mesures. Les instructions d'utilisation de l'appareil AAS vous informent sur les procédures de réalisation des mesures. Les paramètres de mesure pour les éléments uniques (éléments générant des hydrures et Hg) sont représentés dans les livres de recettes.

4.4.1

Fonctionnement en injection de flux sans enrichissement et FBR

La première mesure d'un étalonnage ou de chaque mesure d'échantillon commence par la phase de chargement au cours de laquelle le trajet de l'échantillon est rempli d'échantillon jusqu'au groupe de 2 valves. Cette phase est supprimée lors de mesures supplémentaires du même échantillon.

Des réactifs sont transportés par la pompe tubulaire à 3 canaux tout au long de la séquence de mesure. Lors du temps d'attente Auto-Zéro (AZ wait time), des conditions constantes sont réglées à flux de gaz constant dans la cuvette permettant ainsi à la valeur nulle d'être enregistrée (AZ).

Le groupe de 2 valves raccorde l'échantillon au réacteur pendant le temps de réaction (Reaction time), la pompe à échantillon fonctionne. La mesure démarre en même temps que le début de la réaction. Le temps de réaction et la vitesse de pompage déterminent la quantité d'échantillon qui est transformée. Au cours de la période de rinçage suivante (Wash Time 1), le flux de gaz constant permet de nettoyer et de rincer le système du gaz de réaction (hydrures métalliques, vapeur de Hg).

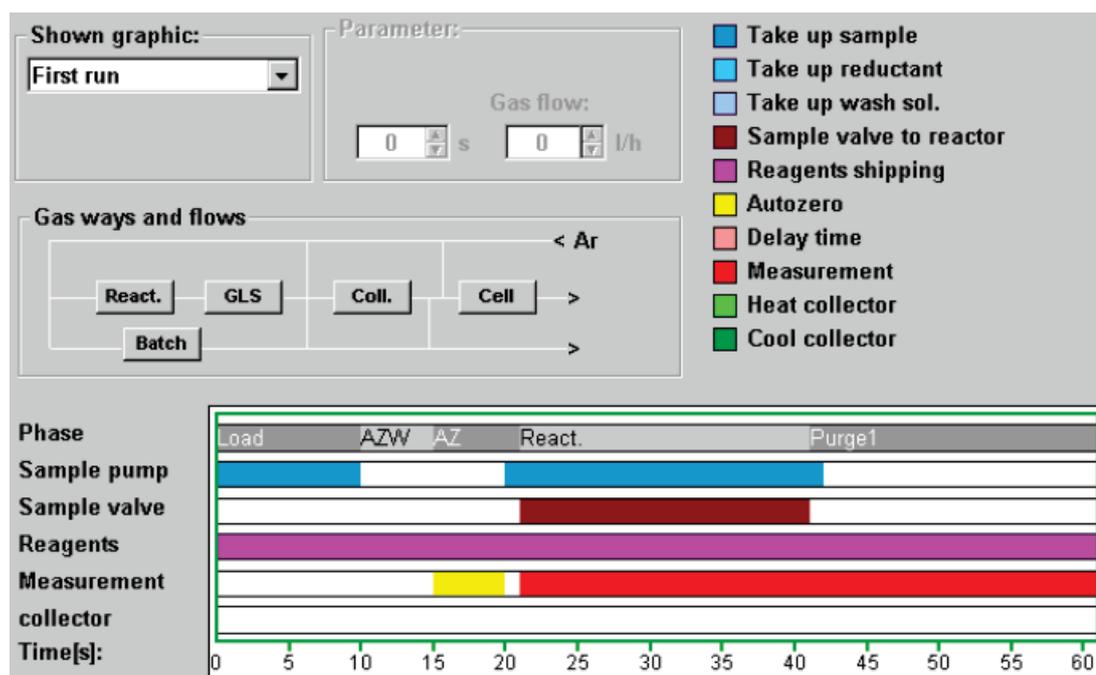


Image 9 Fonctionnement sans enrichissement et sans FBR

4.4.2 Fonctionnement en injection de flux sans enrichissement et FBR (Fast Baseline Return)

Au début de la première mesure d'un étalonnage ou lors de chaque mesure isolée, le trajet de l'échantillon est d'abord rempli d'échantillon jusqu'au groupe de 2 valves (Load time). Cette phase est supprimée dans le cas de mesures supplémentaires du même échantillon. Au cours du temps d'attente Auto-Zéro (AZ wait time), un flux de gaz de 20 L/h circule directement de la valve M2 vers la cuvette et crée des conditions constantes permettant ainsi la mesure de la valeur nulle suivante (AZ) comme dans le cas de l'interruption du signal. Le flux de gaz, qui circule par le trajet de réaction et qui peut être choisi librement, circule en même temps vers la sortie déchets/gaz d'échappement.

La pompe tubulaire à 3 canaux transporte des réactifs tout au long de la séquence de mesures. Le groupe de 2 valves valide le passage de l'échantillon vers le réacteur au cours du temps de réaction. Le temps de réaction et la vitesse de pompage déterminent la quantité d'échantillon qui est transformée. Le flux de gaz de 20 L/h est interrompu. Le flux de gaz qui peut être choisi librement transporte alors les produits de réaction vers la cuvette.

Le flux de gaz est maintenu dans le trajet de réaction au cours de la période de rinçage 1 (Wash time 1).

Pendant la période de rinçage 2 (Wash time 2), le flux de gaz direct de 20 L/h rince la cuvette et fait rapidement revenir le signal sur la ligne de base (Fast Baseline Return, FBR). Le flux de gaz qui peut être choisi librement circulant par le trajet de réaction circule alors pendant la période de rinçage 2 vers la sortie déchets/gaz d'échappement et rince le système.

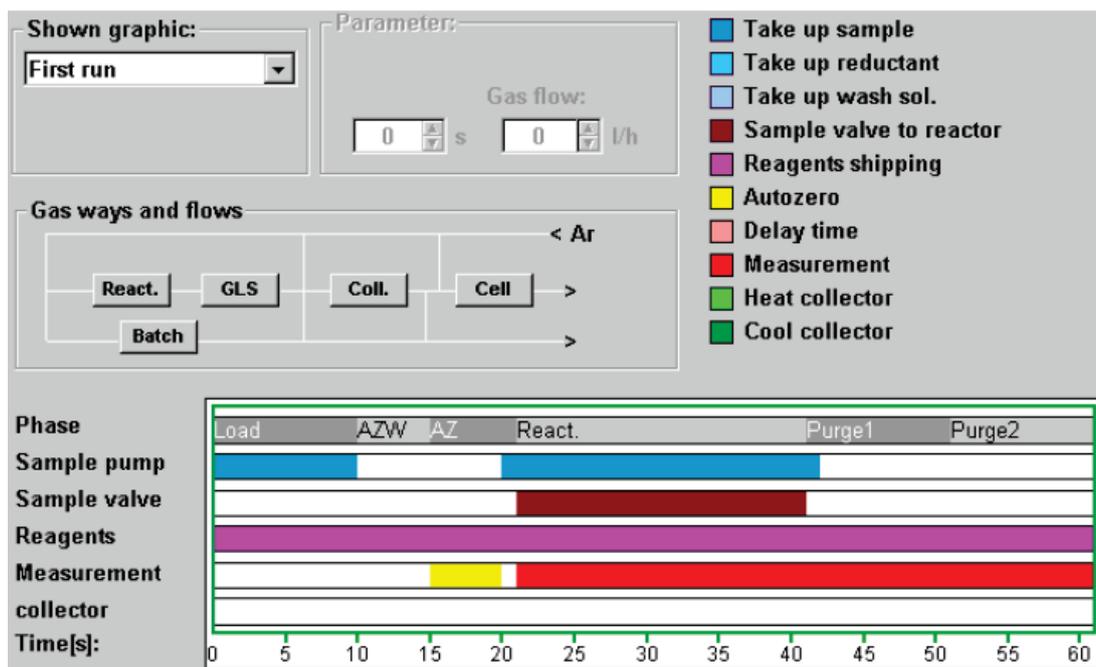


Image 10 Fonctionnement sans enrichissement avec FBR

4.4.3 Fonctionnement en injection de flux avec enrichissement

Au début de la première mesure d'un étalonnage ou lors de chaque mesure isolée, le trajet de l'échantillon est rempli d'échantillon jusqu'au groupe de 2 valves (Load time). Cette phase est supprimée pour les mesures supplémentaires du même échantillon. Le groupe de 2 valves raccorde l'échantillon au réacteur pendant le temps de réaction (Reaction time), la pompe à échantillon continue de fonctionner. La pompe tubulaire à 3 canaux transporte des réactifs en même temps. Le temps de réaction et la vitesse de pompage déterminent la quantité d'échantillon qui est transformée. Le flux de gaz qui passe par le réacteur transporte le mercure libéré vers le collecteur en or pendant le temps de réaction et ensuite pendant la période de rinçage 1 (Wash time 1) qui se produit ensuite ; le mercure est alors enrichi dans le collecteur en or. La pompe tubulaire à 3 canaux fonctionne jusqu'à la fin de la période de rinçage 3.

Au cours du temps d'attente AZ (AZ wait time), le flux de gaz qui peut être choisi librement va directement de la soupape de commutation MV5 du groupe de 4 valves à la cuvette en passant par le collecteur en or. Cela crée des conditions constantes permettant la mesure de la valeur nulle (AZ).

L'étuvage du collecteur en or, la période de rinçage 2 et la mesure démarrent au même moment. Le flux de gaz de transport circule en outre avec un débit qui peut être lui aussi choisi librement directement vers le collecteur en or et transporte le mercure libéré vers la cuvette.

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

La période de rinçage 3 se déroule directement après la période de rinçage 2. Un flux de gaz constant de 31 L/h circule à ce moment-là. La cuvette et le collecteur en or sont rincés, le signal de mesure se termine sur la ligne de base.

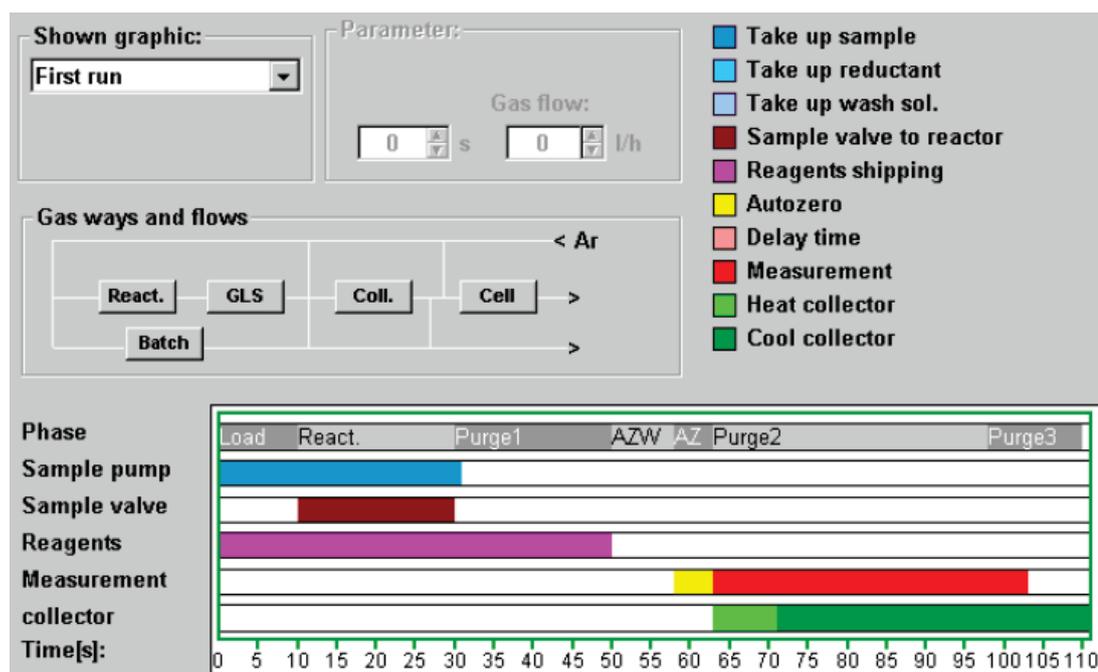


Image 11 Fonctionnement avec enrichissement

4.4.4 Nettoyage du système

Le rinçage du système peut se produire à différents instants en fonction de la tâche de mesure :

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

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

Dans le cas du rinçage à l'acide dilué, le tuyau de prélèvement d'échantillon du passeur d'échantillons est plongé dans la coupelle de rinçage, la pompe de rinçage transporte l'acide du flacon de réserve vers la coupelle de rinçage. Dans le cas de travaux sans passeur d'échantillons, le tuyau de prélèvement d'échantillon doit être plongé manuellement dans un flacon de réserve contenant de l'acide (suivre les consignes). Au cours de la première moitié de la période de rinçage, le groupe de 2 valves connecte la conduite utilisée pour le transport de l'échantillon contenant un flux d'acide sur la sortie déchets, tandis que la seconde moitié est connectée au réacteur.

Le rinçage à l'aide d'un réducteur et d'acide dilué commence toujours par le réducteur.

Le tuyau de prélèvement de l'échantillon est plongé dans une coupelle d'échantillons contenant du réducteur, automatiquement par le passeur d'échantillons ou manuellement lors de travaux sans passeur d'échantillons (suivre les consignes).

Au cours de la première moitié de la période de rinçage du réducteur, le groupe de 2 valves connecte d'abord la conduite utilisée pour le transport de l'échantillon contenant le flux de réducteur sur la sortie déchets, puis sur le réacteur.

A la fin de la période de rinçage du réducteur, il peut se produire un temps d'action qui va durer de 10 s à quelques minutes. Pendant ce temps d'action, le tuyau d'échantillon, le groupe de 2 valves, le réacteur et le séparateur gaz-liquides sont sous l'influence de la solution d'agent réducteur.

Le tuyau de prélèvement d'échantillon est plongé dans l'acide après ce temps d'action. Au cours de la première moitié de la période de rinçage, le groupe de 2 valves connecte à nouveau l'acide transporté par la pompe à échantillon sur la sortie déchets, puis celle-ci est connectée au réacteur au cours de la seconde moitié de la période de rinçage.

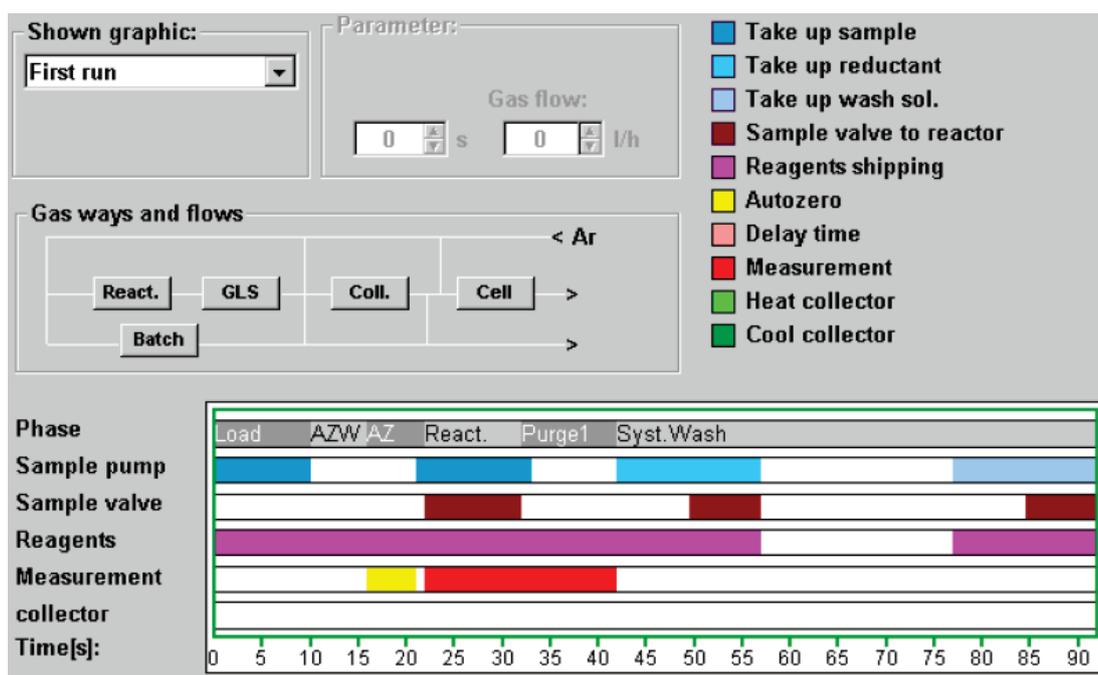


Image 12 Nettoyage du système

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 60 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, 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 par-dessus 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.

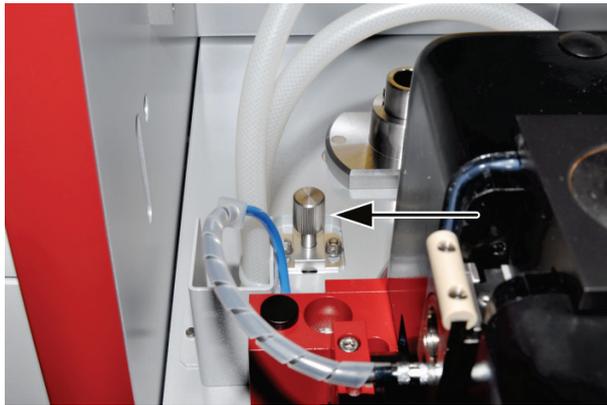


Image 13 Broche de sécurité au niveau de la plaque du four sur le ZEEnit 650 P

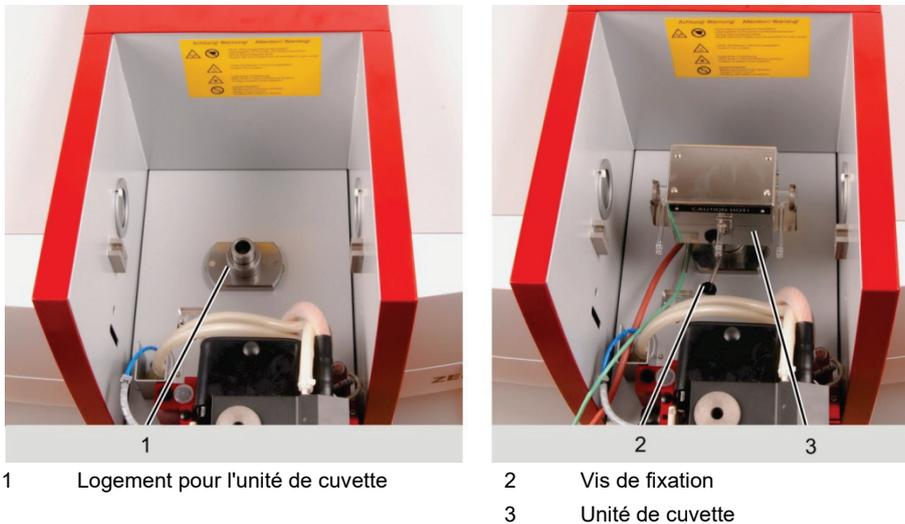
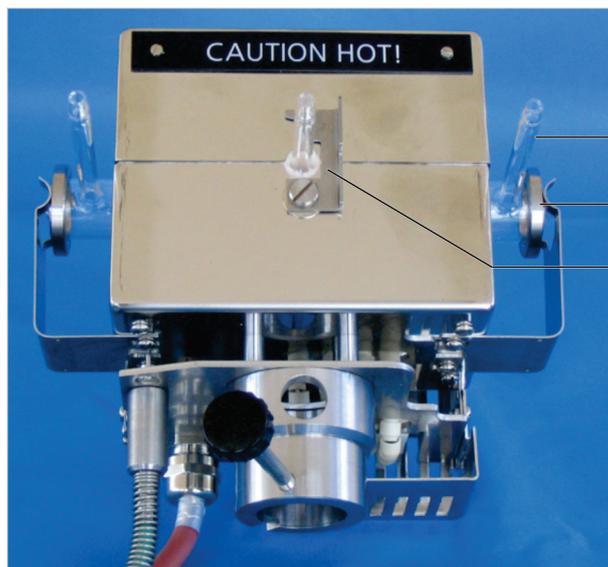


Image 14 Logement et unité de cuvette pour le système d'analyse sur le ZEEnit 650 P

5. Ouvrir l'unité de cuvette vers le haut.



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

Image 15 Unité de cuvette à cuvette en quartz

6. Insérer la cuvette



Cuvette en quartz pour la technique d'analyse des hydrures



Cuvette pour la technique d'analyse Hg en vapeur froide

Image 16 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 :

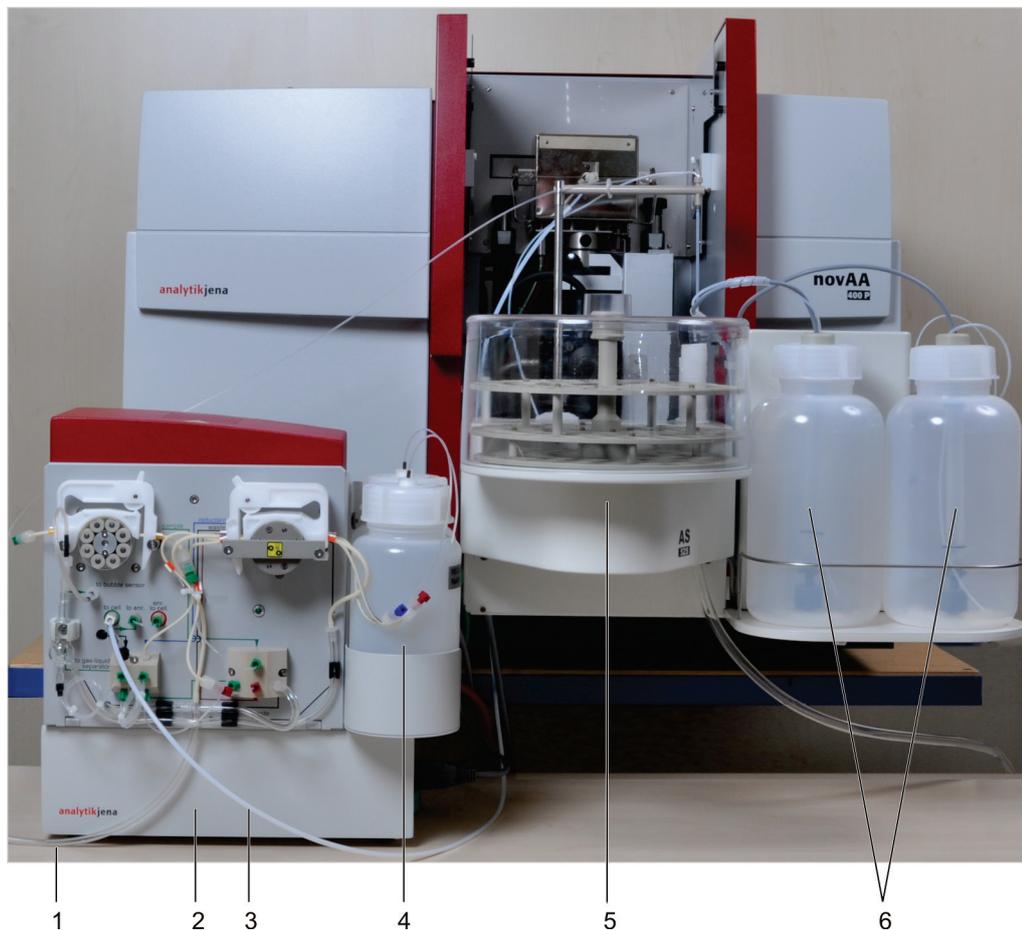
- Insérer la cuvette de Hg, fermer l'unité de cuvette et verrouiller.
- ✓ **L'unité de cuvette est installée dans l'appareil AAS.**

5.2.2 Installer le HS 60 modular avec passeur d'échantillons sur l'appareil AAS



IMPORTANT

Les tensions (+ 5V/+ 24 V) nécessaires au bon fonctionnement du HS 60 modular sont mises à disposition par l'appareil AAS.



- | | | | |
|---|--------------------------------|---|-------------------------------------------------------|
| 1 | Tuyau d'évacuation | 4 | Flacons de réserve réducteur, acide |
| 2 | Appareil de base HS 60 modular | 5 | Passeur d'échantillons |
| 3 | Tuyau de gaz vers la cuvette | 6 | Flacons de réserve de la solution de rinçage, diluant |

Image 17 HS 60 modular avec novAA 400 P et passeur d'échantillons

1. Accrocher le passeur d'échantillons (AS-F/AS-FD) dans le compartiment à échantillons. Poser le HS 60 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 18)
- 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 du câble le plus fin dans le raccord "input 5 V/24V DC" du HS 60 modular (2)
 - Fiche D-Sub "AS" du câble le plus épais dans le raccord du passeur d'échantillons
- 4. Raccorder le câble de signalisation à la prise "HS" de l'appareil AAS et à la prise "AAS – RS232" du HS 60 modular (3, voir Image 18).
- 5. Enfoncer le câble secteur.
- 6. Relier le tuyau d'argon avec raccord de cloison à la face arrière (4).

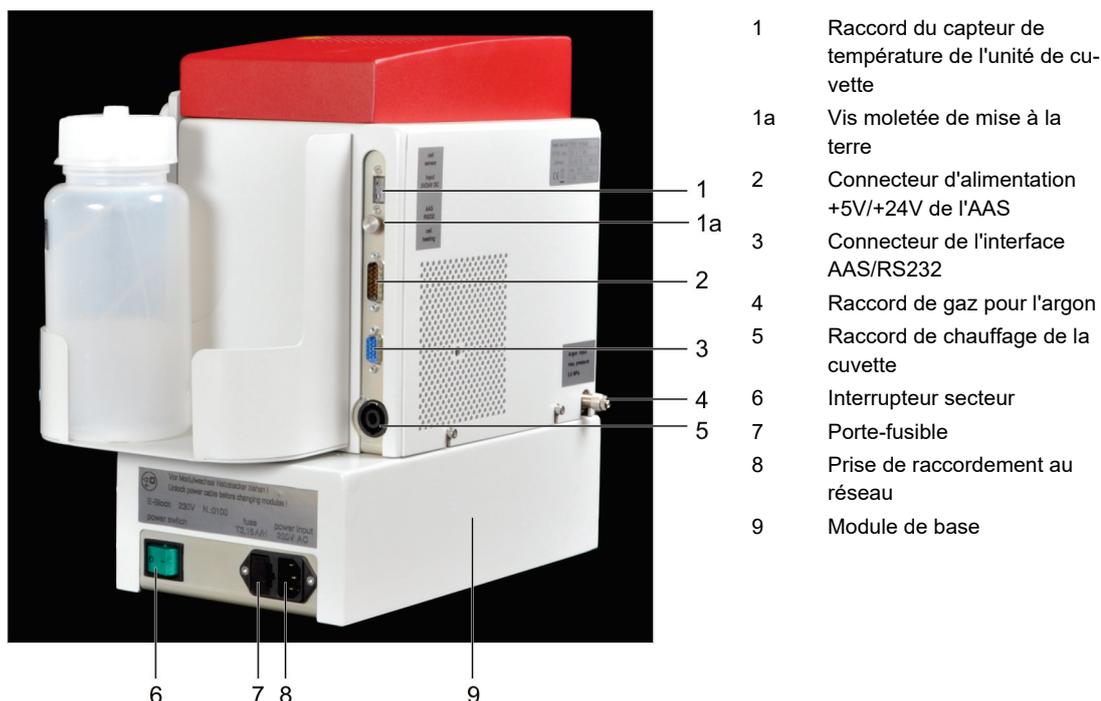


Image 18 HS 60 modular – Raccords disposés sur le côté droit

- 7. Insérer le tuyau d'évacuation sur la tubulure libre du connecteur en croix. Enfiler l'autre extrémité du tuyau dans l'orifice du couvercle du flacon de déchets.
- 8. Sélectionner le sécheur de tuyaux en fonctions des éléments à déterminer ("Hy" pour les éléments générateurs d'hydrures, "Hg" pour le mercure).
- 9. Raccorder le sécheur de tuyaux à la sortie supérieure du séparateur gaz-liquides et le raccord "to bubble sensor" à la plaque avant.
- 10. Raccorder le tuyau du gaz de réaction menant à la cuvette à la plaque frontale en fonction du mode de fonctionnement comme indiqué ci-dessous :

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

 - Tuyau au raccord "to cell" (vers la cuvette) (voir Image 19)

Mode de fonctionnement "Hg avec enrichissement"

 - Tuyau au raccord "enr. to cell" (de l'enrichissement vers la cuvette)
 - Fermer le pont du raccord "to cell" au raccord "to enr." (to enrichment – vers l'enrichissement).

11. Pousser la deuxième extrémité du tuyau du gaz de réaction sur la tubulure intermédiaire de la cuvette.
12. Remplir les flacons de réserve de réducteur et d'acide.
13. Relier le tuyau de prélèvement du réducteur (à vis creuse bleue) au tuyau de la pompe du réducteur (cassette arrière du tuyau) et la plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve du réducteur.
14. Relier le tuyau de prélèvement de l'acide (à vis creuse rouge) au tuyau de la pompe de l'acide (cassette avant du tuyau) et la plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve de l'acide.
15. Relier le tuyau de prélèvement de l'échantillon (à vis creuse verte) au tuyau de la pompe de l'échantillon (de la pompe tubulaire à 1 canal). Enfiler à travers l'onglet sur le bras du pipetteur du passeur d'échantillons et enfoncer dans la canule la plus fine.
16. Installer le passeur d'échantillons (AS-F/AS-FD) conformément aux instructions d'utilisation de l'appareil AAS.
 - ✓ **Le HS 60 modular (avec passeur d'échantillons) 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 60 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.

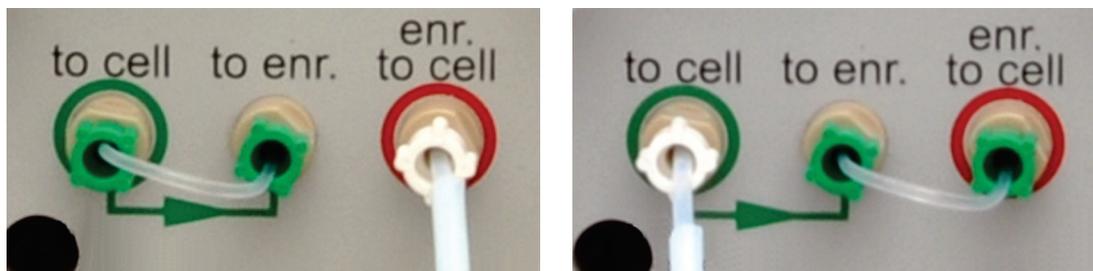
Mode de fonctionnement "Hg avec enrichissement"

1. Raccorder le sécheur de tuyaux "Hg" à la sortie supérieure du séparateur gaz-liquides et du raccord "to bubble sensor".
2. Fermer le pont à tuyaux entre les raccords "to cell" et "to enr." (voir Image 19).
3. Relier le tuyau de la cuvette au raccord "enr. to cell".

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

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

2. Raccorder le sécheur de tuyaux entre la sortie supérieure du séparateur gaz-liquides et le raccord "to bubble sensor".
3. Raccorder le tuyau de la cuvette au raccord "to cell".
4. Fermer le pont à tuyaux entre les sorties "to enr." et "enr. to cell" (ou le laisser ouvert).



Mode de fonctionnement "Hg avec enrichissement"

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

Image 19 Câblage sur la plaque avant dans les différents modes de fonctionnement

En outre, la cuvette correspondante 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 60 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"

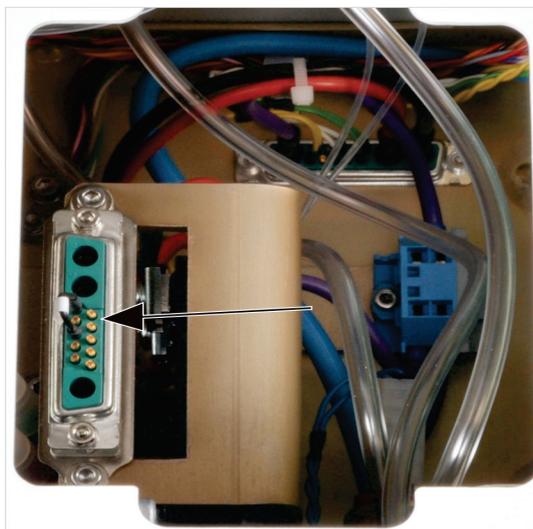


AVERTISSEMENT

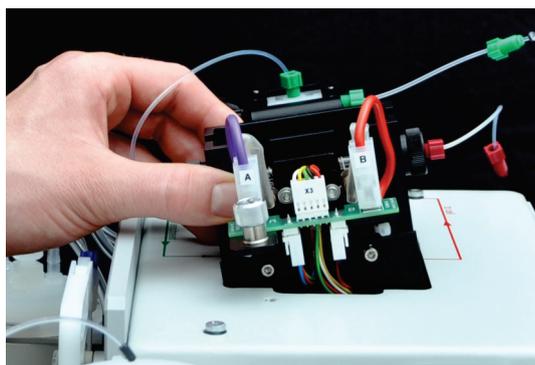
Il convient de mettre hors service l'appareil AAS et le système d'analyse Hg/Hydrures avant de procéder à la transformation. Il existe un risque d'électrocution. Retirer la fiche secteur du système d'analyse Hg/Hydrures ainsi que toutes ses connexions vers l'appareil AAS et vers l'unité de cuvette.

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

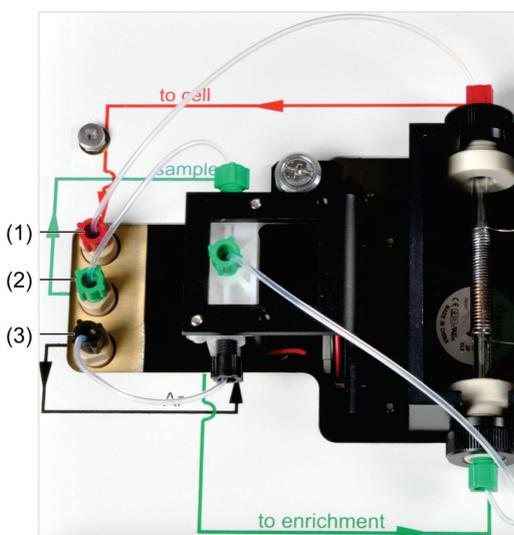
1. Sélectionner le spectromètre utilisé.
2. Sélectionner la configuration de sortie du HS 60 modular.
3. Sélectionner la configuration cible du HS 60 modular avec enrichissement.
4. Procéder à l'équipement complémentaire du module "Hg Plus" :
 - Enlever le capot rouge du HS 60 modular.



- 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 ce que la liaison soit réalisée.
- Fixer le module "Hg plus" à l'aide des vis moletées.



Raccorder les tuyaux au module de fonction injection de flux 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)

- Remettre 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 60 modular, puis l'appareil 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 série, 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 60 modular du module de fonction injection de flux en module Batch et inversement



AVERTISSEMENT

Il convient de mettre hors service l'appareil AAS et le système d'analyse Hg/Hydrures avant de procéder à la conversion. Il existe un risque d'électrocution. 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.

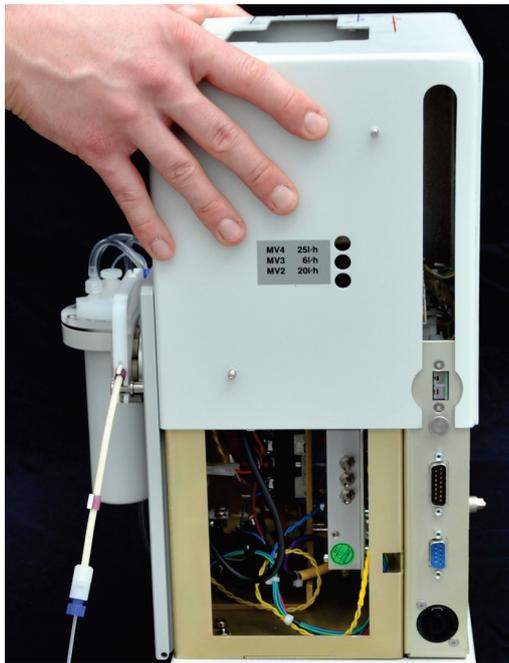
Insérer le CD fourni dans le PC, démarrer le logiciel HS Wizard et suivre les instructions sur l'écran.

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 :

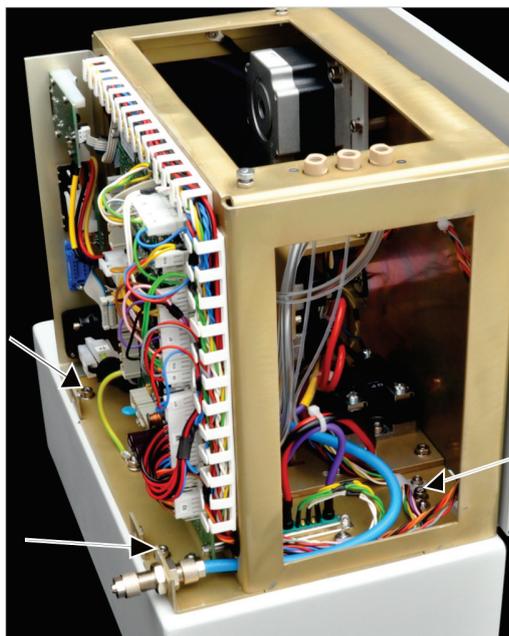
- Dévisser les raccords de tuyaux qui mènent au cadre.
- Dévisser les vis moletées du module "Hg plus".
- Retirer le module "Hg Plus" du module de fonction en le tirant vers le haut et le poser délicatement sur les broches de guidage. Veiller à ce qu'aucun tuyau ou autre élément similaire ne soit plié.

5. Procéder à la conversion du module de fonction :

- Retirer et essuyer les tuyaux d'aspiration des flacons de réserve afin d'éviter toute projection.
- Retirer les flacons des supports et les déposer à côté du HS 60 modular.
- Desserrer le tuyau d'argon.



- 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.
- Raccorder à nouveau le tuyau d'argon au module de fonction.

- Poser et visser le capot sur le module de fonction.
 - Disposer les flacons de réserve dans les supports prévus pour les flacons et immerger les tuyaux 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 ce que 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 :
 - 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 sérielle, il convient de sélectionner le port COM relié au spectromètre.
- ✓ **Le nouveau module de fonction (Batch/injection de flux) 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 graphite (AS-GF). 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 pipetter 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 Technique 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 pipettages (recommandés : 3)
 - Position = Position de la solution mère sur l'assiette du passeur d'échantillons
 - Vol. [µL] = Quantité d'échantillon à pipetter par cycle (recommandée : 50 µL)
 - 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							
Elément	Name	Temp. [°C]	Ramp [°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 60 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. Disposer le HS 60 modular et le passeur d'échantillons (AS-F/AS-FD) de la manière suivante :
 - Si l'appareil AAS dispose d'un deuxième compartiment à échantillons, alors le passeur d'échantillons peut être suspendu dans celui-ci. Le HS 60 modular se trouve à droite de l'appareil AAS.
 - Si l'appareil AAS ne dispose pas d'un deuxième compartiment à échantillons, alors le HS 60 modular et le passeur d'échantillons sont disposés sur une table devant l'AAS ou alors à droite ou à gauche de celui-ci.
4. Raccorder la fiche de court-circuit sur le HS 60 modular 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 60 modular (voir Image 18)
 - Fiche D-Sub "AS" du câble le plus épais dans le raccord du passeur d'échantillons (AS-F/AS-FD).
6. Raccorder le câble de signalisation à la prise "HS" de l'appareil AAS et à la prise "AAS – RS232" du HS 60 modular.
7. Insérer le câble secteur.
8. Relier le tuyau d'argon avec raccord de cloison à la face arrière.
9. Ne pas raccorder le tuyau de gaz de réaction au sécheur de tuyaux. Relier le tuyau HydrEA avec la partie d'accouplement à la sortie supérieure du séparateur gaz-liquides et l'enfoncer dans la canule en titane sur le distributeur d'échantillons graphite (AS-GF).
10. Remplir le flacon de réserve avec le réducteur.
11. Relier le tuyau de prélèvement du réducteur (à vis creuse bleue) au tuyau de la pompe du réducteur et la plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve du réducteur.
12. Relier le tuyau de prélèvement de l'acide (à vis creuse rouge) au tuyau de la pompe de l'acide (cassette avant du tuyau) et le plonger jusqu'au butoir dans le flacon de réserve de l'acide.
13. Relier le tuyau de prélèvement de l'échantillon (à vis creuse verte) au tuyau de la pompe de l'échantillon (de la pompe tubulaire à 1 canal). Enfiler à travers l'onglet sur le bras du pipetteur du passeur d'échantillons (AS-F/AS-FD) et enfoncer dans la canule la plus fine.
14. Installer le passeur d'échantillons (AS-F/AS-FD) conformément aux instructions d'utilisation de l'appareil AAS.
 - ✓ **Le HS 60 modular est installé sur l'appareil AAS et est prêt à fonctionner en mode HydrEA.**

5.4.3 Régler le distributeur d'échantillons graphite 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 / contrAA 700 / contraAA 600 : Place l'entonnoir graphite dans l'ouverture du four.
 - 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 :
 - Desserrer l'écrou de serrage, 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 contrAA ! 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 60 modular.
2. Activer l'appareil AAS.
 - ✓ **Le distributeur d'échantillons, le HS 60 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 lors du nettoyage.

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] = 2200 (pour l'Iridium) ou 1000 (pour l'or)
 - Ramp [°C/s] = 500 (= montée de température)
 - Hold [s] = 10
3. 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 ≥ 2500 °C ou de ≥ 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 de 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" 8.

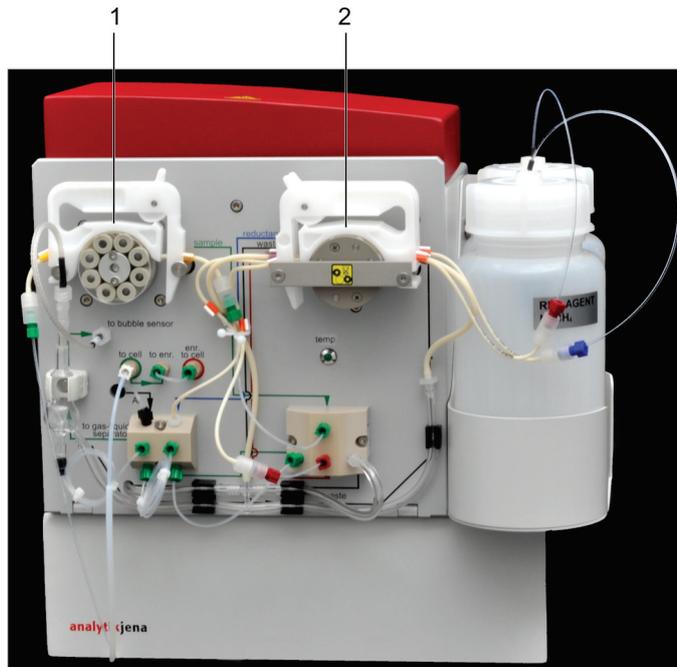
Pour assurer le fonctionnement optimal de l'appareil, veuillez faire contrôler le HS 60 modular une fois par an par le service après-vente d'Analytik Jena.

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 pour les échantillons dans la pompe tubulaire à 1 canal (pompe à échantillons) et l'accrocher pour les déchets, le réducteur et l'acide dans la pompe tubulaire à 3 canaux (pompe à composants).
2. Effectuer le serrage des tuyaux de la pompe en réglant le levier à cran.
3. Charger le système de réducteur et d'acide :
 - 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 cliquer sur le bouton [Load system].
 - ✓ **L'appareil est prêt à fonctionner.**



- 1 Pompe à échantillon (pompe tubulaire à 1 canal)
- 2 Pompe à composants (pompe tubulaire à 3 canaux)

Image 20 Pompes tubulaires

Travaux à effectuer avant la mise hors service quotidienne

1. Nettoyer les tuyaux d'échantillons, de réducteur et d'acide à l'aide d'eau distillée ou d'une solution légèrement acide.
2. Vider les tuyaux par pompage.
3. Détendre les tuyaux de la pompe en desserrant les cassettes de tuyau.
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 60 modular. Il existe un risque d'électrocution. Il convient par conséquent de toujours mettre hors service le système d'analyse Hg/Hydrures 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 une tension d'alimentation de 230 V	Type de fusible pour une tension d'alimentation de 110 V
F1	T3, 15 A/H	T6, 3 A/H
F2	T3, 15 A/H	T6, 3 A/H

6.4 Contrôler et remplacer les tuyaux de la pompe



IMPORTANT

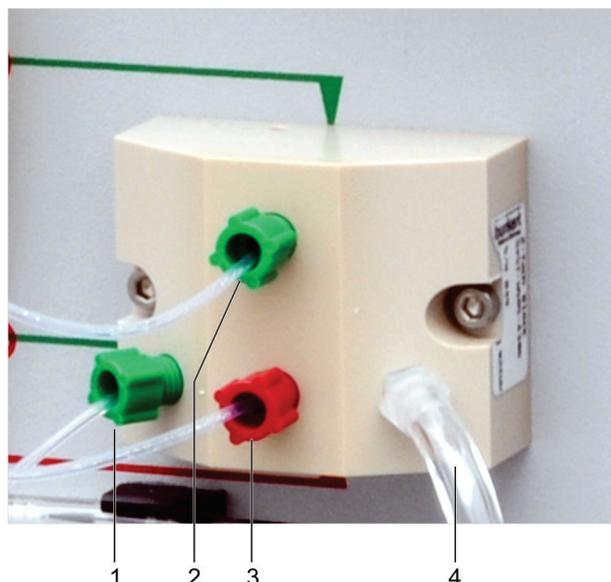
Vérifiez régulièrement que les tuyaux de la pompe ne sont pas usés et qu'ils n'ont pas subi de déformations. Remplacez toujours en même temps les tuyaux de la pompe pour le réducteur, l'acide et l'échantillon. Cela permet de garantir un rapport de mélange correct.



ATTENTION ! Risque de brûlures !

Les solutions utilisées sont acides ou basiques. Rincer et vider les tuyaux avant de les remplacer !

Remplacer un tuyau d'échantillon



- | | |
|---|-----------------------------------------|
| 1 | Echantillon vers le réacteur |
| 2 | Echantillon vers la pompe à échantillon |
| 3 | Acide vers la pompe à composants |
| 4 | Vers les déchets |

Image 21 Groupe de 2 valves

Remplacer le tuyau d'échantillon en cas de déformation dans la zone de la pompe ou de contamination irréversible :

1. Retirer le tuyau d'échantillon (MFA) de la canule du passeur d'échantillons.
 2. Décrocher la cassette du tuyau, retirer le tuyau de la pompe à échantillon (ismaprène).
 3. Desserrer le tuyau d'échantillon (MFA) du groupe de 2 valves.
 4. Visser le nouveau tuyau à échantillon sur le groupe de 2 valves.
 5. Insérer le tuyau de la pompe à échantillon (ismaprène) dans la cassette du tuyau en tenant compte du sens de pompage (!).
 6. Accrocher et serrer la cassette du tuyau.
 7. Amener le nouveau tuyau de prélèvement vers le passeur d'échantillons et l'insérer sur la canule d'aspiration.
- ✓ **Le nouveau tuyau à échantillon est prêt à fonctionner.**

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

1. Desserrer le tuyau de la pompe pour l'acide du groupe de 2 valves.
2. Retirer le tuyau de la pompe pour le réducteur du réacteur.
3. Retirer les tuyaux d'aspiration correspondants des flacons de réserve.
4. Décrocher la cassette du tuyau, retirer le tuyau de la pompe à échantillon (ismaprène).
5. Insérer le nouveau tuyau de la pompe pour le réducteur en tenant compte du sens de pompage dans la cassette inférieure du tuyau, l'accrocher et le serrer.
Enfoncer l'extrémité du tuyau de la pompe sur la tubulure libre du réacteur et immerger le tuyau de prélèvement dans le flacon de réserve du réducteur.
6. Insérer le nouveau tuyau de la pompe pour l'acide en tenant compte du sens de pompage dans la cassette du tuyau à l'avant, l'accrocher et le serrer.
Visser l'extrémité du tuyau de la pompe dans l'ouverture libre du groupe de 2 valves, enfoncer le tuyau de prélèvement dans le flacon de réserve de l'acide.
7. Mettre les cassettes de tuyau dans la position d'enclenchement correcte.
 - ✓ **Les nouveaux tuyaux de la pompe sont prêts à fonctionner.**

6.5 Remplacer le sécheur de membrane du tuyau

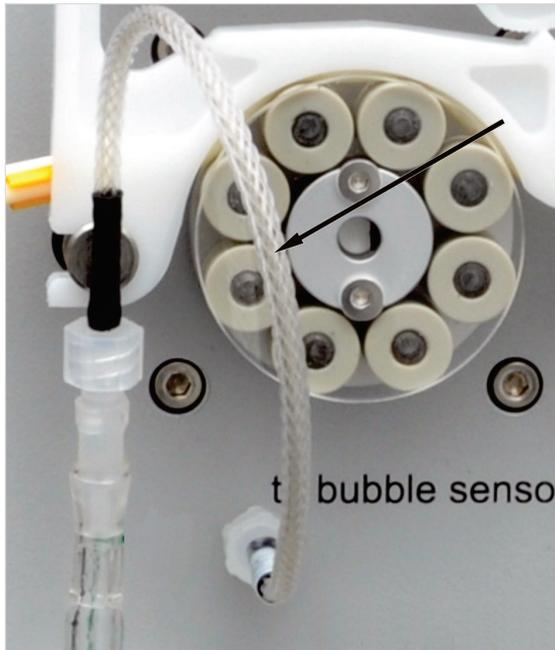


Image 22 Sécheur de membrane du tuyau

Le sécheur de membrane du tuyau est apte à fonctionner tant que la surface n'est pas salie par des particules ou du condensat. Remplacez toujours les sécheurs de membrane de tuyaux encrassés. Ne pas essayer de les nettoyer.

1. Desserrer le sécheur de membrane du tuyau de la partie d'accouplement de la tubulure supérieure du séparateur gaz-liquides et du raccord „to bubble sensor“ sur la plaque avant.
2. Visser le nouveau sécheur de membrane du tuyau sur la partie d'accouplement de la tubulure supérieure du séparateur gaz-liquides et du raccord "to bubble sensor".
 - ✓ **Le nouveau sécheur de membrane du tuyau est prêt à fonctionner.**

6.6 Remplacer un tuyau

Si le tuyau allant du groupe de 2 valves à la cuvette en quartz est contaminé et si un processus de rinçage prolongé à l'aide d'une solution de réducteur et d'acide ainsi qu'un rinçage de gaz n'apportent aucune amélioration de la sensibilité d'absorption, alors il convient de remplacer les tuyaux suivants :

- Tuyau allant du groupe de 2 valves au réacteur
 - Tuyau du réacteur
 - Tuyau allant du réacteur au séparateur gaz-liquides
 - Sécheur de tuyau
 - Tuyau de la cuvette (de la plaque avant vers la cuvette)
1. Dévisser le tuyau concerné ou le retirer de la tubulure.
 2. Visser le nouveau tuyau avec la vis creuse ou l'enfoncer sur la tubulure.
 - ✓ **Le tuyau est remplacé.**

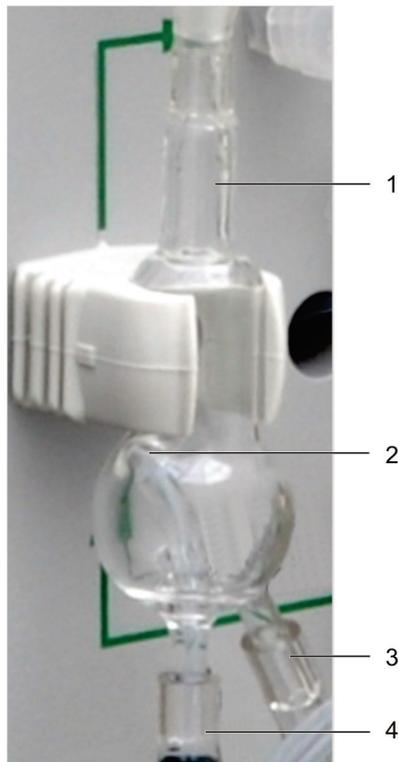
6.7 Nettoyer ou remplacer le séparateur gaz-liquides

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



AVERTISSEMENT

La solution de nettoyage (acide chlorhydrique) est très corrosive. Les vapeurs irritent les voies respiratoires. Il faut porter des gants, des vêtements de protection et des lunettes de protection et travailler sous une hotte aspirante !



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

Image 23 Séparateur gaz-liquides

1. Retirer les tuyaux du séparateur gaz-liquides :
 - Tuyau de pompage en bas à droite (3, voir Image 23)
 - Tuyau en provenance du réacteur, en bas(4)
 - Tuyau de sortie du gaz en haut (1)
 2. Retirer le séparateur gaz-liquides de l'attache.
 3. Nettoyer le séparateur gaz-liquides avec de l'acide chlorhydrique concentré (37 %). Laisser agir l'acide pendant quelques heures.
 4. Rincer ensuite le séparateur à l'aide d'eau distillée.
 5. Insérer le séparateur gaz-liquides nettoyé ou neuf dans l'attache.
 6. Enfoncer les tuyaux sur les tubulures du séparateur gaz-liquides :
 - Tuyau de pompage en bas à droite
 - Tuyau du réacteur en bas
 - Tuyau de gaz sur les tubulures de sortie en haut
- ✓ **Le séparateur gaz-liquides neuf ou nettoyé est prêt à fonctionner.**

6.7.1 Nettoyer ou remplacer le réacteur

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



AVERTISSEMENT

La solution de nettoyage (acide chlorhydrique) est très corrosive. Les vapeurs irritent les voies respiratoires. Il faut porter des gants, des vêtements de protection et des lunettes de protection et travailler sous une hotte aspirante !

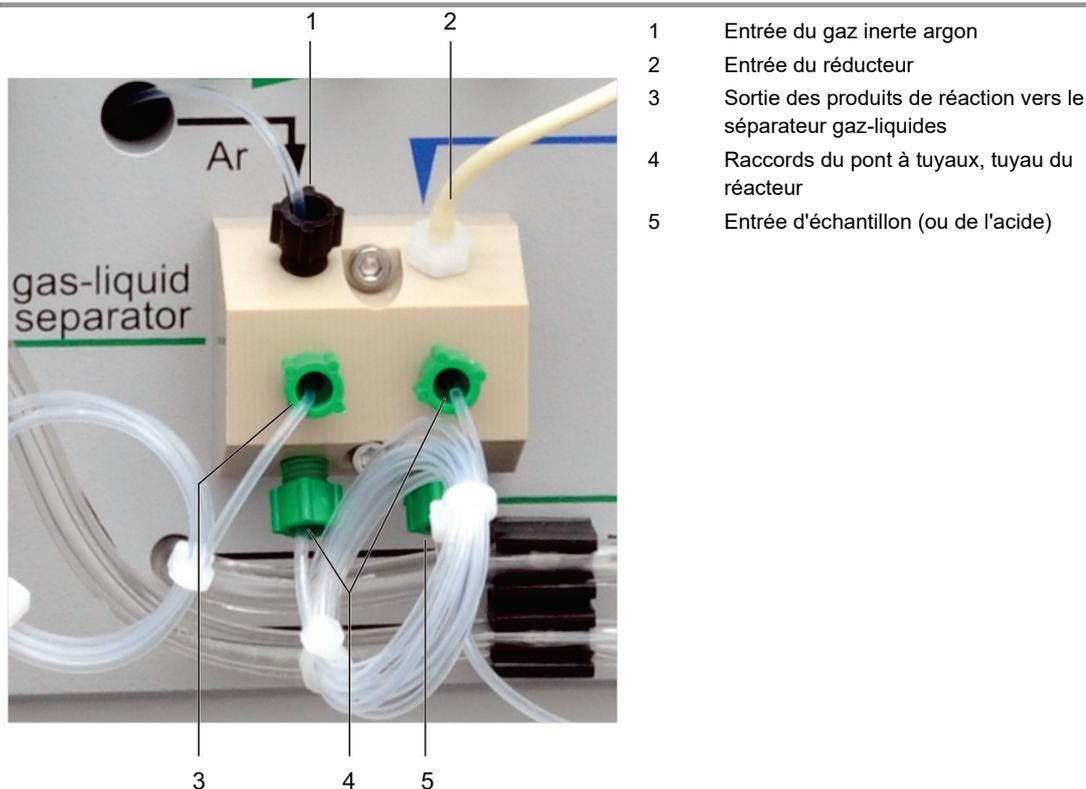


Image 24 Réacteur avec raccords

1. Dévisser ou retirer les tuyaux du réacteur :
 - Tuyau de la pompe pour le réducteur (2, voir Image 24)
 - Tuyau échantillon/acide venant du groupe de 2 valves (5)
 - Raccords pont à tuyaux (4)
 - Tuyau d'arrivée de gaz (1)
 - Tuyau vers le séparateur gaz-liquides (3)
2. Dévisser le réacteur.
3. Démonter le réacteur, dévisser le connecteur à une vis.
4. Nettoyer les canaux dans la partie supérieure à l'aide d'un fil de nettoyage.
5. Mettre la partie supérieure dans l'acide chlorhydrique concentré (37 %).
6. Nettoyer le joint en téflon.
7. Poser le joint en téflon, le fixer dans les coins avec un peu de colle.

8. Visser le réacteur en commençant par l'extérieur en diagonale, puis à l'intérieur là-encore en diagonale.
 9. Visser le pont à tuyaux et le connecteur à une vis dans le réacteur.
 10. Visser le nouveau réacteur nettoyé ou neuf.
 11. Visser les tuyaux dans le réacteur ou sur les tubulures :
 - Tuyau de la pompe pour le réducteur
 - Tuyau échantillon/acide venant du groupe de 2 valves
 - Pont à tuyaux
 - Tuyau d'arrivée de gaz
 - Tuyau vers le séparateur gaz-liquides
- ✓ **Le réacteur neuf ou nettoyé est prêt à fonctionner.**

6.8 Remplacer le collecteur en or

Si lors de la détermination de mercure avec enrichissement, la sensibilité attendue n'est pas obtenue, si les signaux 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 MFA du collecteur en or.
 2. Retirer les contacts enfichables de la spirale chauffante (4 et 6, Image 25) du circuit imprimé.
 3. Desserrer le raccord à vis du collecteur en or au niveau de l'emplacement, retirer le collecteur en or à 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 25) dans la rainure.
 6. Pousser le collecteur en or jusqu'à la butée et bien le visser.
 7. Enfoncer 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.**

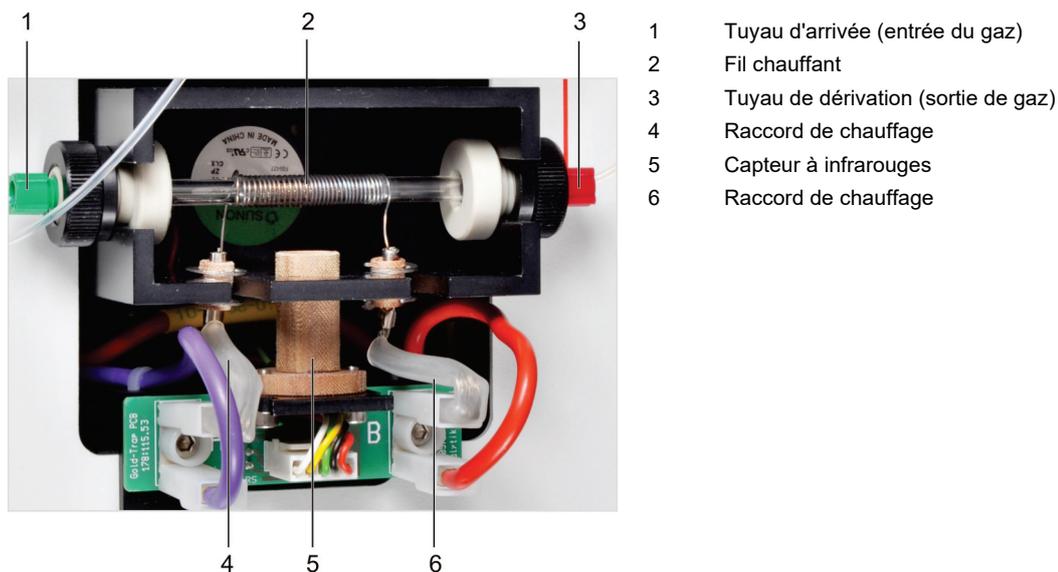


Image 25 Raccords au niveau du collecteur en or

6.9 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 actuelle de la cuvette est affichée dans le logiciel dans la fenêtre HYDRIDE SYST., onglet CONTROL.

Étapes 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. Enfoncer à nouveau le ressort à lames et retirer 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 avec de l'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 la douille des deux côtés puis les bloquer à l'aide des ressorts à lames. Il convient alors de contrôler le positionnement des fenêtres de cuvette contre la cuvette !

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 (NaBH_4) et l'hydroxyde de sodium (NaOH) sont fortement corrosifs, hygroscopiques et extrêmement agressifs en solution. L'acide chlorhydrique concentré (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 et d'exploitation suivantes sont nécessaires pour le fonctionnement du HS 60 modular :

Matières auxiliaires et d'exploitation	Fabrication
Réducteur	
Solution 1 : 3,0 % NaBH_4 + 1,0 % NaOH (solution mère)	Dissoudre 7,5 g NaBH_4 et 2,5 g 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 : 0,3 % NaBH_4 + 0,1 % NaOH (prête à l'emploi)	50 mL de la solution 1 sont complétés par de l'eau distillée jusqu'à 500 mL. La solution 2 peut être conservée pendant 1 à 2 jours au réfrigérateur.
Acide	
3 % HCl	Verser 500 mL d'eau distillée dans une fiole jaugée, rajouter 70 mL de HCl (37 %, fumant) et compléter jusqu'à 1000 mL avec de l'eau distillée.
Etalonnage de l'arsenic	
Solution de rinçage (pour le passeur d'échantillons) : env. 0,2 % de HCl	Verser 500 mL d'eau distillée dans une fiole jaugée rajouter 5 mL de HCl (37 %, fumant) et compléter jusqu'à 1000 mL avec de l'eau distillée.
Solution de dilution (pour le passeur d'échantillons) : 3,0 % HCl	Verser 500 mL d'eau distillée dans une fiole jaugée rajouter 70 mL de HCl (37 %, fumant) et compléter jusqu'à 1000 mL avec de l'eau distillée.
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 !

Matières auxiliaires et d'exploitation	Fabrication
<p>Solutions standard d'arsenic pour la technique d'analyse des hydrures : 0 / 2,0 / 4,0 / 6,0 / 8,0 / 10,0 µg/L As</p> <p>Autres standards :</p> <p>2,0 µg/L: 200 µL solution 2 4,0 µg/L: 400 µL solution 2 6,0 µg/L: 600 µL solution 2 8,0 µg/L: 800 µL solution 2 (Fabrication voir solution 3)</p>	<p>Fabrication de solutions standards grâce à une série de dilutions</p> <p>Exemple standard 10 µg/L As Solution 1 : 1 g/L As (solution commerciale standard)</p> <p>Solution 2 : 1 mg/L As 100 µL de la solution 1 sont mélangés à 7 mL de HCl 37 % (p.a.) et complétés par de l'eau distillée jusqu'à 100 mL.</p> <p>Solution 3 : 10 µg/L As (prête à l'emploi) 1 mL de la solution 2 sont mélangés à 7 mL HCl 37 % (p.a.) 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 !</p>
<p>Solutions standard d'arsenic pour la technique HydrEA : 0 / 0,2 / 0,4 / 0,6 / 0,8 / 1,0 µg/L As</p> <p>Autres standards :</p> <p>0,2 µg/L: 200 µL solution 3 0,4 µg/L: 400 µL solution 3 0,6 µg/L: 600 µL solution 3 0,8 µg/L: 800 µL solution 3 (Fabrication voir solution 4)</p>	<p>Fabrication de solutions standards grâce à une série de dilutions</p> <p>Exemple standard 1 µg/L As Solution 1 : 1 g/L As (solution commerciale standard)</p> <p>Solution 2 : 10 mg/L As 1 mL de la solution 1 sont mélangés à 7 mL de HCl 37 % (p.a.) et complétés par de l'eau distillée jusqu'à 100 mL.</p> <p>Solution 3 : 100 µg/L As 1 mL de la solution 2 sont mélangés à 7 mL de HCl 37 % (p.a.) et complétés par de l'eau distillée jusqu'à 100 mL. La solution 3 peut être conservée 4-5 jours !</p> <p>Solution 4 : 1,0 µg/L As (prête à l'emploi) 1 mL de la solution 3 sont mélangés à 7 mL de 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 4 doit être fraîchement préparée tous les jours !</p>

8 Transport et stockage

8.1 Transport

Respectez les consignes suivantes lors du transport :

- Il convient de toujours mettre le HS 60 modular hors tension avant de le transporter. Retirer la fiche secteur du système d'analyse Hg/Hydrures ainsi que toutes les 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 le tuyau et la pompe de dosage afin d'éviter toute projection de solution d'agent réducteur. Ces solutions sont agressives et peuvent 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 60 modular !

Ne stocker le HS 60 modular que dans une pièce climatisée. L'atmosphère doit contenir peu de poussières et pas de vapeurs corrosives.

Si le HS 60 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. Séparer le sécheur de membrane de tuyau à la sortie du séparateur gaz-liquides en cas de formation de mousse.

Si de la mousse est entraînée dans le cas d'une réaction trop violente, alors il faut immédiatement arrêter la procédure de mesure. Le système d'analyse Hg/Hydrures doit être mis hors service.

10 Mise au rebut

Le HS 60 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.