

multi EA 4000

Analyseur élémentaire

Analyse de solides C, S et Cl



Notice d'utilisation

S.A.V. : Analytik Jena AG
Service après-vente
Konrad-Zuse-Str. 1
07745 Jena
Allemagne

Téléphone : Hotline : + 49 (0) 3641 / 77-7407
Télécopie : + 49 (0) 3641 / 77-7449
Courriel : service@analytik-jena.de

Informations générales concernant la société **Analytik Jena AG**
site Internet : <http://www.analytik-jena.com>

Copyrights et marques déposées

multi EA et multiWin sont en Allemagne des marques déposées d'Analytik Jena AG.
Microsoft, Windows, MS Excel sont des marques déposées de la société Microsoft Corp.
Dans ce manuel, aucun marquage ® ou TM n'est utilisé.

Version 01.16
Conception de la documentation technique :
Analytik Jena AG

Table des matières

1	Informations élémentaires	7
1.1	Remarques sur les instructions d'utilisation	7
1.2	Domaine d'application.....	7
1.2.1	Garantie et responsabilités	8
2	Caractéristiques techniques	9
3	Consignes de sécurité	11
3.1	Directives et normes	11
3.2	Symboles et mots-clés utilisés.....	11
3.3	Marquage de sécurité sur l'analyseur	12
3.4	État technique	13
3.5	Exigences posées au personnel d'utilisation.....	13
3.6	Consignes de sécurité pour le transport et le montage.....	14
3.7	Consignes de sécurité pour l'exploitation.....	15
3.7.1	Généralités.....	15
3.7.2	Consignes de sécurité relatives à la protection antidéflagrante et à la protection anti-feu.....	15
3.7.3	Consignes de sécurité relatives à l'électricité.....	16
3.7.4	Consignes de sécurité relatives aux bonbonnes et installations de gaz sous pression	16
3.7.5	Manipulation des matières auxiliaires et d'exploitation.....	17
3.7.6	Consignes de sécurité relatives à la maintenance et aux réparations	21
3.8	Marche à suivre en cas d'urgence	21
4	Structure du système.....	22
4.1	Vue d'ensemble générale	22
4.2	Appareil de base	22
4.2.1	Système de combustion.....	22
4.2.2	Système pneumatique et tuyauterie.....	23
4.2.3	Composants pour le séchage et le nettoyage du gaz de mesure	24
4.2.4	Éléments d'affichage et de commande, raccords.....	25
4.3	Module C/S	27
4.4	Module Cl.....	29
4.4.1	Module du coulomètre et cellule de mesure.....	30
4.4.2	Tube de combustion et séchage du gaz de mesure	31
4.4.3	Nettoyage du gaz de mesure	32
4.4.4	Raccords.....	34
4.5	Module pour solides TIC automatique	35
4.5.1	Caractéristiques techniques.....	36
4.5.2	Structure	36
4.6	Module pour solides TIC manuel	40
4.6.1	Caractéristiques techniques.....	40
4.6.2	Structure du module pour solides TIC manuel.....	41
4.7	Autres accessoires optionnels	44
4.7.1	Passeur d'échantillons	44
4.7.2	Détecteur de flamme.....	44
4.7.3	Balance.....	44

5	Procédé de mesure	45
5.1	Analyse TC/TS	45
5.2	Analyse TIC	45
5.3	Analyse TOC	46
5.3.1	Méthode différentielle pour l'analyse TOC	46
5.3.2	Méthode directe pour l'analyse TOC	46
5.4	Détermination du carbone après pyrolyse : TC-EC (en option)	47
5.5	Analyse des données dans le module C/S	47
5.5.1	Procédé d'étalonnage	47
5.5.2	Facteur journalier	48
5.5.3	Caractéristiques du procédé	48
5.5.4	Autres calculs	49
5.6	Détermination CI	50
5.7	Analyse des données en mode CI	50
5.7.1	Routine du point final	50
5.7.2	Mesure avec dissociation / facteur de dissociation	50
5.7.3	Analyse	51
6	Première mise en service	52
6.1	Exigences locales	52
6.1.1	Conditions d'installation	52
6.1.2	Encombrement	52
6.1.3	Alimentation en énergie	52
6.1.4	Alimentation en gaz	53
6.2	Déballage et montage de l'analyseur	53
7	Utilisation	54
7.1	Mise sous tension / Phase de démarrage / Programmation	54
7.2	Mesure C/S	55
7.2.1	Préparations du multi EA 4000 et du module C/S	55
7.2.2	Exécution d'une mesure C/S	58
7.3	Détermination du carbone après pyrolyse	60
7.3.1	Préparations du multi EA 4000 et du module C/S	60
7.3.2	Exécution de la détermination du carbone après pyrolyse	60
7.4	Détermination CI	63
7.4.1	Préparatifs du multi EA 4000 pour les mesures CI	63
7.4.2	Réalisation de la solution d'électrolyte	67
7.4.3	Mise à disposition de la cellule de mesure	69
7.4.4	Routine du point final	70
7.4.5	Exécution de la mesure CI	70
7.4.6	Contrôle du rapport de dissociation	73
7.4.7	Flambage de la nacelle en quartz	74
7.5	Détermination TIC/TOC avec le module pour solides TIC automatique	75
7.5.1	Préparatifs du module pour solides TIC automatique pour l'analyse	75
7.5.2	Réactifs nécessaires	78
7.5.3	Exécution de la détermination TIC avec le module pour solides TIC automatique	78
7.5.4	Exécution de la détermination TOC selon la méthode différentielle avec le module pour solides TIC automatique (méthode recommandée)	80

7.5.5	Mesure TOC avec détermination directe.....	82
7.6	Détermination TIC avec le module pour solides TIC manuel	85
7.6.1	Préparatifs du module pour solides TIC manuel et de l'analyseur	85
7.6.2	Exécution de la mesure TIC.....	85
8	Maintenance et entretien	89
8.1	Appareil de base multi EA 4000.....	89
8.1.1	Nettoyage et entretien de l'appareil.....	89
8.1.2	Contrôle des raccords de tuyaux	89
8.2	Fonctionnement avec le module C/S	90
8.2.1	Contrôle et remplacement du tube en céramique	90
8.2.2	Nettoyage du piège à poussières.....	91
8.2.3	Changement de l'agent desséchant dans le tube de séchage.....	93
8.2.4	Remplacement du piège à halogènes.....	94
8.3	Fonctionnement avec le module CI.....	95
8.3.1	Remplacement de l'acide sulfurique / Nettoyage du réservoir d'acide sulfurique.....	95
8.3.2	Entretien / Remplacement du tube de combustion en verre de quartz	96
8.3.3	Entretien de l'électrode bi-fonctionnelle	98
8.3.4	Entretien des cellules de mesure	99
8.3.5	Remplacement de l'adsorbant.....	100
8.4	Fonctionnement avec le module pour solides TIC automatique.....	100
8.4.1	Nettoyage du réacteur TIC du module pour solides TIC manuel	101
8.4.2	Nettoyage du serpentin de condensation.....	103
8.4.3	Démontage et remplacement du tuyau de la pompe	104
8.4.4	Nettoyage du réceptacle de condensat.....	106
8.5	Module pour solides TIC manuel	106
8.5.1	Nettoyage du réacteur TIC sur le module pour solides TIC manuel.....	107
8.6	Remplacement des pièges à eau.....	107
9	Résolution des pannes	108
9.1	Remarques générales.....	108
9.2	Messages d'erreur dans multiWin	108
9.3	Affichages dans la fenêtre STATUS ANALYZER.....	115
9.4	Erreurs de l'appareil.....	117
9.4.1	Appareil de base	117
9.4.2	Module C/S	118
9.4.3	Module CI.....	119
9.5	Erreurs dans la communication d'appareils	120
9.6	Problèmes analytiques.....	121
9.6.1	Détermination C/S.....	121
9.6.2	Détermination CI	122
9.6.3	Détermination TIC (module pour solides TIC automatique)	123
9.6.4	Détermination TIC (module pour solides TIC manuel)	123
9.6.5	Mesures en mode pyrolyse (EC).....	124
10	Transport et stockage.....	125
10.1	Transport.....	125
10.1.1	Préparation de l'analyseur pour le stockage	125

10.1.2	Consignes de transport.....	126
10.1.3	Déplacement de l'analyseur dans le laboratoire	126
10.2	Stockage.....	127
10.3	Remise en service après le transport ou le stockage	128
10.3.1	Installation du multi EA 4000 C/S	128
10.3.2	Installation du multi EA 4000 CI.....	131
10.3.3	Installation du multi EA 4000 C/S CI.....	133
10.3.4	Installation du module pour solides TIC automatique	137
10.3.5	Installation du module TIC manuel	140
10.4	Raccordement et utilisation du passeur d'échantillons FPG 48	143
10.4.1	Installation et ajustage du passeur d'échantillons FPG 48	143
10.4.2	Remplir le passeur d'échantillons FPG 48.....	147
10.4.3	Interruption de la mesure pendant l'utilisation du passeur d'échantillons FPG 48.....	147
10.4.4	Équipement ultérieur du passeur d'échantillons FPG 48 avec le détecteur de nacelles.....	148
10.4.5	Équipement ultérieur du passeur d'échantillons FPG 48 avec le plateau de la nacelle.....	149
10.5	Utilisation de l'avance manuelle d'alimentation des échantillons	150
10.6	Raccordement et utilisation d'une balance externe	151
11	Mise au rebut	152

Repertoire des illustrations

Illust. 1	Four horizontal de l'appareil de base multi EA 4000	23
Illust. 3	Débitmètres sur l'appareil de base multi EA 4000.....	24
Illust. 4	Piège à poussières sur le four de combustion.....	24
Illust. 5	Tube de séchage et piège à halogènes	25
Illust. 6	Lampe de statut sur l'appareil de base multi EA 4000	25
Illust. 7	Éléments de commande derrière les portes avant du multi EA 4000.....	26
Illust. 8	Raccords sur le côté droit du multi EA 4000	26
Illust. 9	Raccords au dos du multi EA 4000.....	27
Illust. 10	Voyants et raccords sur le module C/S.....	28
Illust. 11	Module CI.....	29
Illust. 12	Structure de la cellule de mesure.....	31
Illust. 13	Électrode bi-fonctionnelle pour la cellule de mesure	31
Illust. 14	Tube de combustion en quartz avec écluse à gaz	32
Illust. 15	Réservoirs d'acide sulfurique pour le séchage du gaz de mesure	32
Illust. 16	Piège à halogènes et tube d'adsorption dans le module CI.....	33
Illust. 17	Raccords du module CI en combinaison avec un module C/S.....	34
Illust. 18	Raccords pour la cellule de mesure coulométrique sur la paroi intérieure du module CI.....	34
Illust. 19	Module pour solides TIC automatique.....	35
Illust. 20	Réacteur TIC.....	36
Illust. 21	Pompes tubulaires sur le module pour solides TIC automatique	37
Illust. 22	Séchage et nettoyage du gaz de mesure sur le module pour solides TIC automatique.....	38
Illust. 23	Piège à poussières avant l'entrée de mesure du module C/S.....	38
Illust. 24	Raccords sur le module pour solides TIC automatique.....	39
Illust. 25	Module pour solides TIC manuel.....	40
Illust. 26	Réacteur TIC du module pour solides TIC manuel	41
Illust. 27	Débitmètre pour le flux d'oxygène	41
Illust. 28	Pompe de dosage pour l'acide sur le module pour solides TIC manuel.....	42
Illust. 29	Composants du séchage et du nettoyage du gaz de mesure sur le module pour solides TIC manuel	43
Illust. 30	Raccords sur le module pour solides TIC manuel.....	43
Illust. 31	Vérification du piège à halogènes et du tube de séchage.....	58
Illust. 32	Pièces de connexion entre le réacteur TIC et le tube en céramique	75
Illust. 33	Raccords de tuyaux sur le piège à halogènes.....	89
Illust. 34	Fenêtre STATUS ANALYZER.....	115
Illust. 35	Plan de la tuyauterie du multi EA 4000 C/S	129
Illust. 36	Plan de la tuyauterie multi EA C/S pour la mesure en mode pyrolyse	130
Illust. 37	Plan de tuyauterie multi EA CI.....	132

Illust. 38	Plan de la tuyauterie multi EA C/S CI pour les mesures C/S avec tube en céramique et écluse à oxygène	134
Illust. 39	Plan de la tuyauterie multi EA C/S CI pour les mesures CI avec tube de quartz et écluse à argon	135
Illust. 40	Plan de la tuyauterie multi EA C/S CI pour les mesures en mode pyrolyse	136
Illust. 41	Plan de la tuyauterie du module pour solides TIC automatique.....	138
Illust. 42	Plan de la tuyauterie multi EA C/S avec module pour solides TIC automatique raccordé ..	139
Illust. 43	Plan de la tuyauterie multi EA C/S avec module pour solides TIC manuel.....	141
Illust. 44	Plan de la tuyauterie multi EA C/S CI avec module pour solides TIC manuel	142
Illust. 45	Kit de modification du FPG 48 pour l'utilisation du plateau de la nacelle.....	149

1 Informations élémentaires

1.1 Remarques sur les instructions d'utilisation

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

Ces instructions d'utilisation vous informent sur la construction et le fonctionnement de l'analyseur 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

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 remarques de sécurité sont indiquées par des pictogrammes et un signal verbal. Le type, l'origine et les conséquences du danger sont mentionnés et des consignes sont données pour l'éviter. La signification des pictogrammes et signaux verbaux utilisés est expliquée au paragraphe « Consignes de sécurité » page 11.

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

- Les ordres de menu, boutons, options, désignations des fenêtres sont écrites en PETITES MAJUSCULES.
- Les ordres de menu d'une série d'ordres sont séparés par une barre oblique (/) par exemple METHODE / TRAITER.
- Les boutons sont marqués par des crochets, par ex. [SAVE].

1.2 Domaine d'application

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

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

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

Industrie du déchet

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

Surveillance environnementale

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

Centrale électrique

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

Contrôle des matériaux

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

Recherche et formation

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

L'analyseur multi EA 4000 ne doit être utilisé que pour les procédés, décrits dans ces instructions d'utilisation, de détermination de la teneur totale en carbone ou d'azote ou de détermination de la teneur totale en chlore dans les échantillons solides, pâteux ou liquides. Toute utilisation autre est considérée comme non conforme ! L'exploitant est seul responsable des dommages qui pourraient en résulter.

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

L'appareil ne doit être utilisé qu'avec les gaz porteurs oxygène 2.5 et argon 4.5 ou plus.

La sécurité d'exploitation de l'analyseur multi EA 4000 n'est garantie que s'il est utilisé de manière conforme selon les consignes de ces instructions d'utilisation. L'utilisation conforme signifie également le respect des prérequis d'installation fixés par Analytik Jena AG et disponibles auprès du service après-vente à l'adresse indiquée sur la page de couverture.

1.2.1 Garantie et responsabilités

La durée de la garantie ainsi que les responsabilités sont conformes aux dispositions légales ainsi qu'aux dispositions des conditions générales de vente d'Analytik Jena AG.

Le non-respect de l'utilisation prévue décrite dans ces instructions d'utilisation entraîne en cas de dommages une restriction de la garantie et des responsabilités. Les dommages des pièces d'usure ainsi que les bris de verre ne sont pas couverts par la garantie.

Les droits à la garantie et au dédommagement en cas de blessures ou de dommages matériels sont exclus si les blessures ou dommages sont dus à une ou plusieurs des causes suivantes :

- utilisation non conforme de l'analyseur multi EA 4000
- mise en service, utilisation et maintenance non conformes de l'analyseur
- modifications sur l'appareil sans accord préalable d'Analytik Jena AG
- utilisation de l'appareil par une personne non autorisée
- utilisation de l'appareil avec des dispositifs de sécurité défectueux ou des dispositifs de sécurité et de protection montés de manière non conforme
- surveillance défaillante des pièces de l'appareil soumises à l'usure
- utilisation de pièces de rechange, d'usure ou de matières d'exploitation non originales
- réparations incorrectes
- erreurs dues au non-respect de ces instructions d'utilisation

2 Caractéristiques techniques

Caractéristiques générales

Désignation / Type	Analyseur multi EA 4000
Dimensions	Appareil de base (L x H x P) 550 x 500 x 550 mm Par module : 300 x 500 x 550 mm Passeur d'échantillons : 520 x 500 x 700 mm
Masse	Env. 35 kg

Données de processus

Principe d'attaque	Combustion oxydante
Température d'attaque	Selon l'application 1000 – 1500 °C (températures plus faibles également possibles)
Procédé de mesure	TC, TIC, TOC, TS, EC, TCI
Détection C et S	NDIR (couplé avec le procédé VITA)
Détection Cl	Coulométrie
Quantité d'échantillon	Jusqu'à 3000 mg
Alimentation des échantillons	Pesée dans des nacelles en verre de quartz ou en porcelaine Passeur d'échantillons automatique ou avance manuelle
Alimentation en gaz	Oxygène au min. 2.5 et argon 4.5 avec une pression d'admission comprise entre 2 et 4 bars
Commande / Évaluation (logiciel de commande et d'évaluation multi-Win)	Graphiques en temps réel, affichage du statut pendant l'analyse, représentation graphique des résultats de la mesure, impression des résultats

Paramètres électriques

Raccord	230 V AC (+ 10 %, -15 %), 50/60 Hz
Protection	T16 A H
Puissance absorbée moyenne type	3700 VA
Interface PC	USB
Antiparasitage (compatibilité électromagnétique)	Conformément aux dispositions de EN 55022 classe A avec antiparasitage et de BMPT dispo. 243/1991

Conditions environnementales

Température de stockage	5 – 55 °C
Température d'exploitation	10 – 35 °C
Humidité ambiante en exploitation	90 % max. à +30°C
Humidité ambiante de stockage	10 – 30 % (utiliser un agent desséchant)
Pression atmosphérique	0,7 – 1,06 bar

Équipement minimal de l'unité de commande et d'évaluation

Système d'exploitation :	Windows XP Professional avec Service Pack 2.0 ou plus
Processeur :	Pentium IV ou plus
RAM :	2 Go
Mémoire disponible sur le disque dur :	40 Go
Lecteur :	Lecteur CD-ROM
Résolution de l'écran :	1024 x 768
Interfaces	USB 2.0

Caractéristiques techniques du module CI

Plage de mesure (* avec division du gaz de mesure)	1 – 100 µg / 10 µg – 20 mg* absolus de chlore total
Température du four	Jusqu'à 1000 °C
Temps de chauffage	Jusqu'à 30 min
Durée d'analyse	Jusqu'à 10 min – en fonction du temps de combustion et de la concentration
Pesée d'échantillon (en fonction de la consistance et de la matrice)	Jusqu'à 3000 mg

3 Consignes de sécurité

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

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

3.1 Directives et normes

L'analyseur est conçu selon les règles techniques et de sécurité actuellement en vigueur.

L'analyseur a été construit selon les exigences de sécurité et sanitaires de base des lois, normes et directives concernées. La sécurité de l'analyseur 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.

À côté des directives de sécurité de ces instructions d'utilisation et des consignes de sécurité locales s'appliquant à l'utilisation de l'analyseur, respecter les consignes générales de prévention des accidents ainsi que les consignes de protection du travail et de l'environnement.

Les remarques avertissant des dangers potentiels ne remplacent pas les consignes de sécurité sur la prévention des accidents.

3.2 Symboles et mots-clés utilisés



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.



PRUDENCE ! SURFACE CHAUDE !

Tout contact avec la surface chaude peut causer des brûlures.



ATTENTION ! TENSION ELECTRIQUE DANGEREUSE, EVITER TOUT CONTACT !



IMPORTANT

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



PROTECTION DE L'ENVIRONNEMENT

Désigne des conseils d'utilisation et des informations utiles pour la mise au rebut et la manipulation conformes des matières et matériaux 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.

3.3 Marquage de sécurité sur l'analyseur

Sur l'analyseur 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 l'analyseur et ses accessoires :



Avertissement, surface
chaude



Avertissement, tension élec-
trique dangereuse



Avertissement, risque de
blessure des mains par
écrasement



Avertissement contre les
substances nocives pour la
santé



Avertissement, matières
irritantes

3.4 État technique

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

Observer ceci :

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

3.5 Exigences posées au personnel d'utilisation

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

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

C'est pourquoi toute personne en charge de l'utilisation de l'analyseur doit avoir 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 analyseur 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'analyseur ou le personnel spécialisé qu'il a autorisé sont responsables en dernière instance du fonctionnement sûr de l'analyseur.

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

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

Observer ceci :

- ❑ L'analyseur ne doit être mis en service, utilisé et maintenu que par un personnel formé, y compris relativement à la sécurité.

- ❑ L'utilisation ou la maintenance de l'analyseur par des mineurs ou des personnes sous l'influence de l'alcool, de drogue ou de médicaments n'est pas autorisée.
- ❑ S'assurer que seul le personnel autorisé utilise l'analyseur.
- ❑ Le personnel d'utilisation doit connaître les dangers des liquides de mesure. Utiliser 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 de l'analyseur !

3.6 Consignes de sécurité pour le transport et le montage

Le montage de l'analyseur doit fondamentalement être effectué par le service après-vente d'Analytik Jena AG 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.

Observer ceci :

- ❑ Il y a risque de blessures si des pièces ne sont pas fixées correctement ! Durant le transport, attacher les composants de l'appareil conformément aux instructions d'utilisation.
- ❑ Ne transporter l'analyseur que dans son emballage d'origine ! Veiller à ce que toutes les fixations de transport soient en place et que l'analyseur soit complètement vidé.
- ❑ Afin d'éviter toute blessure, observer ceci quand vous soulevez et portez l'analyseur :
 - Pour des raisons de sécurité, 2 personnes sont nécessaires, de part et d'autre de l'appareil, pour le transport de l'analyseur.
 - Comme l'analyseur n'a pas de poignée, le saisir fermement des deux mains par le dessous et s'assurer avant de le soulever que les pièces sensibles à l'avant sont bien protégées par les portes fermées.
 - Respecter les valeurs indicatives et les valeurs légales relatives à la levée et à la manutention de charges sans moyen auxiliaire.

3.7 Consignes de sécurité pour l'exploitation

3.7.1 Généralités

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

Observer ceci :

- L'analyseur ne doit être utilisé que si tous les dispositifs de sécurité (par ex. capots, bacs collecteurs de produits chimiques et portes) sont présents, correctement installés et parfaitement fonctionnels.
- Contrôler régulièrement le bon état des dispositifs de protection et de sécurité. Remédier immédiatement à tout défaut.
- Les dispositifs de protection et de sécurité ne doivent jamais être retirés, modifiés ni mis hors service pendant l'exploitation.
- Pendant l'exploitation, toujours assurer une bonne accessibilité à l'interrupteur principal sur la paroi arrière du boîtier.
- Les dispositifs d'aération présents sur le multi EA 4000 et ses modules d'extension doivent être en état de marche. Les grilles et les fentes de ventilation recouvertes, etc. peuvent entraver le bon fonctionnement de l'appareil ou l'endommager.
- L'analyseur ne doit pas être chauffé sans le tube de combustion monté.
- Le four fonctionne à une température jusqu'à 1500 °C. Ne pas toucher les pièces chaudes (four, écluse à gaz, nacelles) pendant ou immédiatement après l'utilisation de l'analyseur.
En cas de fonctionnement manuel, les nacelles chaudes doivent être déposées sur le plateau de l'avance manuelle ou sur un autre support résistant à la chaleur.
- Ne pas interrompre l'alimentation en courant pendant le processus de refroidissement automatique. En cas de panne de courant prolongée pendant le fonctionnement, débrancher la fiche secteur et ouvrir les parois du boîtier afin d'éviter tout dommage lié à une surchauffe.
- Maintenir les substances inflammables à distance de l'analyseur.

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

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

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

3.7.3 Consignes de sécurité relatives à l'électricité

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

Observer ceci :

- Toujours connecter ou déconnecter les modules d'extension ou composants du système à l'analyseur quand celui-ci est hors tension.
- Avant d'ouvrir l'analyseur, le couper sur l'interrupteur principal et débrancher la fiche secteur de la prise de courant !
- L'analyseur ne doit pas être chauffé sans le tube de combustion monté.
- Les travaux sur le côté droit de l'analyseur ne doivent être effectués que par le service après-vente d'Analytik Jena AG ou par un personnel spécialisé spécialement autorisé.
- Les composants électriques doivent être régulièrement contrôlés par un électricien. Remédier immédiatement à tout défaut, comme des connexions desserrées, des câbles défectueux ou endommagés.
- En cas de défaut des composants électriques, couper immédiatement l'analyseur sur l'interrupteur principal (sur la paroi arrière de l'appareil) et débrancher la fiche secteur de la prise de courant.

3.7.4 Consignes de sécurité relatives aux bonbonnes et installations de gaz sous pression

Les gaz porteurs (argon et / ou oxygène) proviennent de bonbonnes ou d'installations locales de gaz sous pression. Respecter le degré de pureté exigé pour le gaz (→ voir chapitre « Caractéristiques techniques » page 9) !

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

Observer ceci :

- 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.
- Les conduites de distribution, les tuyaux, les raccords à vis et les détendeurs pour oxygène ne doivent contenir aucune trace de graisse.
- 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, fermer les valves et purger l'air de l'analyseur !
- Une fois la réparation et la maintenance effectuées sur les composants des bonbonnes ou installations de gaz sous pression, contrôler le bon fonctionnement de l'analyseur avant de le remettre en service !
- Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation soi-même !

3.7.5 Manipulation des matières auxiliaires et d'exploitation

L'exploitant 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, prière 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 sécurité CE du fabricant des matières auxiliaires et d'exploitation.

Observer ceci :

- Pour toutes les matières auxiliaires ou d'exploitation utilisées dans le cadre de l'exploitation ou de la maintenance de l'analyseur, 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. Toujours respecter les indications figurant sur les étiquettes.
- Les échantillons biologiques doivent être traités conformément aux spécifications locales sur le maniement du matériel infectieux.
- Prudence lors de la manipulation de morceaux de verre en quartz et de verre. Risque de bris de verre et de blessure !
- Ne pas jeter les matières auxiliaires et d'exploitation ni leurs récipients avec les ordures domestiques ; ils ne doivent pas aboutir dans les égouts ni sous terre. Pour la mise au rebut de ces matières, observer précisément les consignes correspondantes.
- Toujours veiller à une bonne aération de la pièce.

Manipulation des acides concentrés

Les acides suivants peuvent être utilisés lors des analyses :

- Acide sulfurique concentré comme agent desséchant pour la détermination Cl
- Acide acétique et acide nitrique en concentration élevée pour la fabrication de l'électrolyte pour la détermination Cl
- Acide orthophosphorique pour la détermination TIC
- Acide chlorhydrique pour la détermination TOC

Respecter absolument les réglementations correspondantes et les indications données dans les fiches de données de sécurité de l'UE des fabricants concernant le stockage, la manipulation, l'utilisation et l'élimination.

Lors de la manipulation des acides concentrés spécifiés ci-dessus, respecter en particulier les consignes suivantes :

- L'acide concentré peut provoquer de fortes brûlures et irritations !
- Porter des gants et des lunettes de protection quand vous manipulez des acides concentrés !
- Veiller à garantir une ventilation suffisante dans les locaux des laboratoires.

- Les acides concentrés mentionnés ci-dessus ne doivent pas parvenir dans les canalisations, les eaux de surface ou les eaux souterraines. Pour la mise au rebut, observer précisément les consignes correspondantes.
- Stocker les acides concentrés uniquement dans les récipients d'origine ! Respecter les indications sur les étiquettes.



IMPORTANT

Donner immédiatement les premiers soins en cas de brûlures dues aux acides dans les cas suivants :

- Brûlures de la peau :
Retirer immédiatement les vêtements et chaussures contaminés, appliquer un peu de polyéthylène glycol 400 sur les parties de la peau concernées, puis rincer à grande eau.
- Brûlures des yeux :
Rincer les yeux avec la paupière ouverte plusieurs minutes sous l'eau courante (10 minutes au minimum), consulter immédiatement un ophtalmologue (même en absence de symptômes directs).
- Brûlures des organes respiratoires :
Amener la personne immédiatement à l'air frais.
- En cas d'ingestion :
Faire boire une très grande quantité d'eau (plusieurs litres si nécessaire). Ne pas provoquer de vomissements (danger de perforation). Aucun essai de neutralisation.

Après avoir donné les premiers soins, consulter dans chaque cas immédiatement un médecin !

Manipulation des autres substances pour la fabrication de l'électrolyte

Du thymol, du bleu thymol, de la gélatine et du méthanol sont utilisés pour la fabrication des solutions d'électrolyte. Respecter absolument les réglementations correspondantes et les indications données dans les fiches de données de sécurité de l'UE des fabricants concernant le stockage, la manipulation, l'utilisation et l'élimination des substances.

Méthanol

Lors de la manipulation du méthanol, respecter en particulier les consignes suivantes :

- Le méthanol est toxique en cas d'inhalation, d'ingestion et de contact avec la peau ! Des blessures irréversibles peuvent survenir !
- Porter des gants et des lunettes de protection quand vous manipulez du méthanol !
- Des flacons de lavage oculaire doivent être disponibles sur le poste de travail.
- Veiller à garantir une ventilation suffisante dans les locaux des laboratoires.
- Le méthanol s'enflamme facilement ! Tenir le méthanol éloigné des sources d'inflammation et prendre les mesures adéquates contre les charges électrostatiques.
- Le méthanol ne doit pas parvenir dans les canalisations, les eaux de surface ou les eaux souterraines ! Pour la mise au rebut, observer précisément les consignes correspondantes.
- Stocker le méthanol uniquement dans les récipients d'origine ! Respecter les indications sur les étiquettes.



IMPORTANT

Donner immédiatement les premiers soins en cas de blessures dues au méthanol dans les cas suivants (se protéger soi-même !) :

- ❑ Après un contact cutané :
Retirer les vêtements contaminés, rincer les parties de la peau concernées avec une quantité suffisante d'eau.
- ❑ Après un contact avec les yeux :
Rincer les yeux, avec la paupière ouverte, avec une grande quantité d'eau, consulter ensuite immédiatement un ophtalmologue.
- ❑ Après inhalation :
Amener la personne immédiatement à l'air frais. En cas d'arrêt respiratoire, pratiquer immédiatement une ventilation artificielle, apport d'oxygène le cas échéant. Consulter immédiatement un médecin.
- ❑ Après ingestion :
Faire boire une très grande quantité d'eau (plusieurs litres si nécessaire). Provoquer des vomissements. Faire boire de l'éthanol (par ex. 1 verre d'une boisson alcoolisée à 40 %). Consulter un médecin et indiquer l'ingestion de méthanol.

Après avoir donné les premiers soins, consulter dans chaque cas tout de suite un médecin !

Thymol

Lors de la manipulation du thymol, respecter en particulier les consignes suivantes :

- ❑ Le thymol est toxique en cas d'ingestion (brûlures) !
- ❑ Des flacons de lavage oculaire doivent être disponibles sur le poste de travail.
- ❑ Veiller à garantir une ventilation suffisante dans les locaux des laboratoires.
- ❑ Le thymol est toxique pour les organismes aquatiques et peut polluer les cours d'eau à long terme !
- ❑ Le thymol ne doit pas parvenir dans les canalisations, les eaux de surface ou les eaux souterraines ! Pour la mise au rebut, observer précisément les consignes correspondantes.
- ❑ Stocker le thymol uniquement dans les récipients d'origine ! Respecter les indications sur les étiquettes.



IMPORTANT

Donner immédiatement les premiers soins en cas de brûlures dues au thymol dans les cas suivants :

- Après un contact cutané :
Retirer immédiatement les vêtements contaminés, appliquer un peu de polyéthylène glycol 400 sur les parties de la peau concernées, puis rincer à grande eau.
- Après un contact avec les yeux :
Rincer les yeux avec la paupière ouverte plusieurs minutes sous l'eau courante (10 minutes au minimum), consulter immédiatement un ophtalmologue (même en absence de symptômes directs).
- Après inhalation :
Amener la personne immédiatement à l'air frais.
- Après ingestion :
Faire boire une très grande quantité d'eau (plusieurs litres si nécessaire). Ne pas provoquer de vomissements (danger de perforation). Aucun essai de neutralisation.

Après avoir donné les premiers soins, consulter dans chaque cas tout de suite un médecin !

Gélatine, bleu thymol

La gélatine et le bleu thymol ne sont pas des produits dangereux au sens des directives CE.

Donner les premiers soins en cas de contact avec ces substances dans les cas suivants :

- Après inhalation :
Amener la personne à l'air frais.
- Après un contact cutané :
Rincer avec une quantité suffisante d'eau, retirer les vêtements contaminés.
- Après un contact avec les yeux :
Rincer avec une quantité suffisante d'eau en conservant les paupières ouvertes.
- Après ingestion :
Faire boire une grande quantité d'eau. Consulter un médecin en cas de malaise.

Formation de vapeurs d'acide acétique

Lors de l'analyse du chlore, des vapeurs d'acide acétique peuvent se former. Ces dernières se concentrent dans la phase gazeuse au-dessus de la surface de l'électrolyte (cellule de titration) ou dans le boîtier du module.

Les vapeurs d'acide acétique sont non seulement corrosives mais également toxiques.

Ne pas respirer ces vapeurs ! Le tube d'adsorption à charbons actifs doit être absolument raccordé au module de chlore !

3.7.6 Consignes de sécurité relatives à la maintenance et aux réparations

La maintenance de l'analyseur doit fondamentalement être effectuée par le service après-vente d'Analytik Jena AG ou par un personnel spécialisé autorisé et formé par elle.

Une maintenance effectuée de votre propre chef peut dérégler ou endommager l'analyseur. C'est pourquoi l'utilisateur ne doit fondamentalement effectuer que les actions décrites au paragraphe « Maintenance et entretien » page 89.

Observer ceci :

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

3.8 Marche à suivre en cas d'urgence

En cas de danger ou en cas d'accidents, couper immédiatement l'analyseur sur l'interrupteur principal (pour le multi EA sur la paroi avant, les modules sur la paroi arrière de l'appareil) et débrancher la fiche secteur de la prise de courant !

Dans la mesure où la rapidité de réaction peut sauver des vies en cas de danger, 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 dans un état parfait et contrôlés régulièrement.

4 Structure du système

4.1 Vue d'ensemble générale

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

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

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

Le transfert de l'échantillon dans le four de combustion s'effectue

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

Le système d'appareil peut être combiné à une balance avec interface pour former un ordinateur de commande, qui transmet automatiquement la quantité d'échantillon pour le calcul des résultats de l'analyse.

L'électronique de commande se trouve en fonction de la configuration de base dans un module de détecteur :

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

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

4.2 Appareil de base

L'appareil de base du multi EA 4000 comprend les composants principaux suivants :

- Système de combustion
- Système pneumatique et tuyauterie
- Composants pour le séchage et le nettoyage du gaz de mesure
- Éléments d'affichage et de commande, raccords

4.2.1 Système de combustion

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

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

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

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



Four horizontal



Écluse à gaz ouverte

Illust. 1 Four horizontal de l'appareil de base multi EA 4000

4.2.2 Système pneumatique et tuyauterie

Tuyauterie

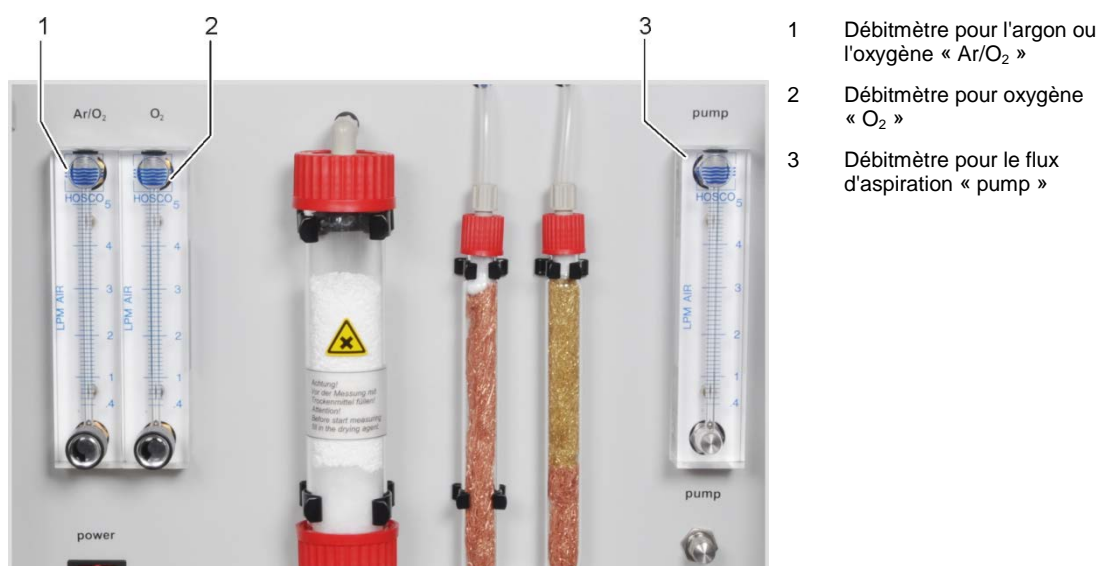
La liaison entre les différents composants de l'appareil de base et avec les modules d'analyse est réalisée par un système de tuyauterie. Les plans de la tuyauterie dans le paragraphe « Remise en service après le transport ou le stockage » page 128 et suivantes présentent la structure de la tuyauterie dans les configurations correspondantes du module.

Régulation des flux de gaz

La régulation des flux de gaz pour le gaz porteur et le gaz de combustion s'effectue au moyen de débitmètres réglables manuellement placés sur l'avant de l'appareil de base.

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

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

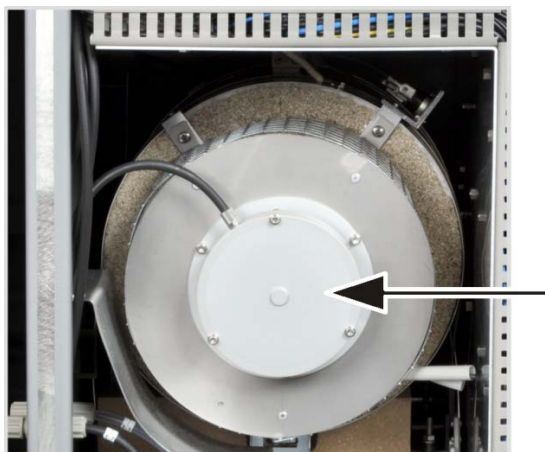


Illust. 2 Débitmètres sur l'appareil de base multi EA 4000

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

Piège à poussières pour les déterminations C/S

Le piège à poussières est monté directement sur le tube de combustion en céramique. Il rend possible la sédimentation des poussières de combustion. Des particules plus importantes dans le flux de gaz heurtent par contre une plaque perpendiculaire au flux de gaz et tombent.



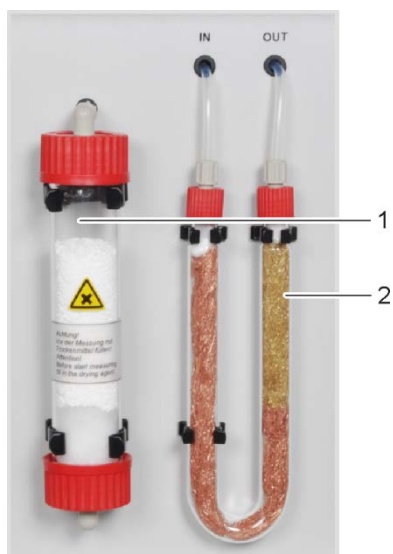
Illust. 3 Piège à poussières sur le four de combustion

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

Le tube de séchage, rempli de perchlorate de magnésium en tant qu'agent desséchant, est monté dans le conduit de gaz pour sécher le gaz de mesure lors des déterminations C/S.

Un piège à halogènes (tube en U) est monté dans l'appareil de base pour supprimer en majeure partie les composants parasites du gaz de mesure et pour protéger les détecteurs et le débitmètre. Le tube en U est rempli d'une laine de cuivre spéciale et de laine de laiton. La

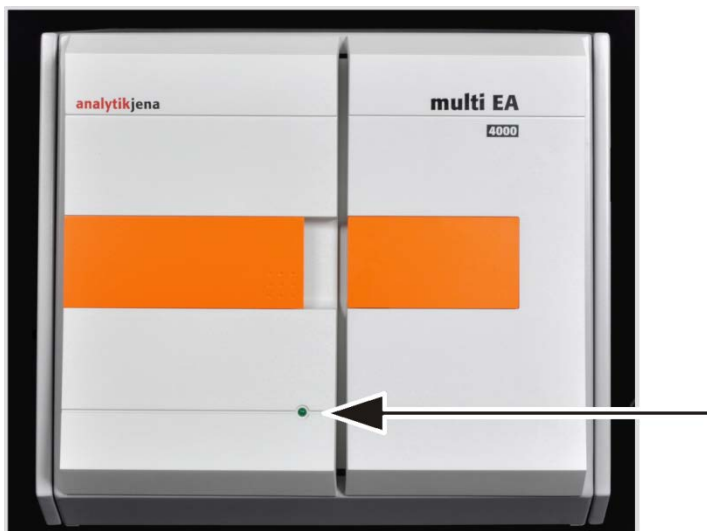
garniture du piège à halogènes doit être renouvelée au plus tard quand la moitié de la laine de cuivre ou que la laine de laiton est décolorée.



Illust. 4 Tube de séchage et piège à halogènes

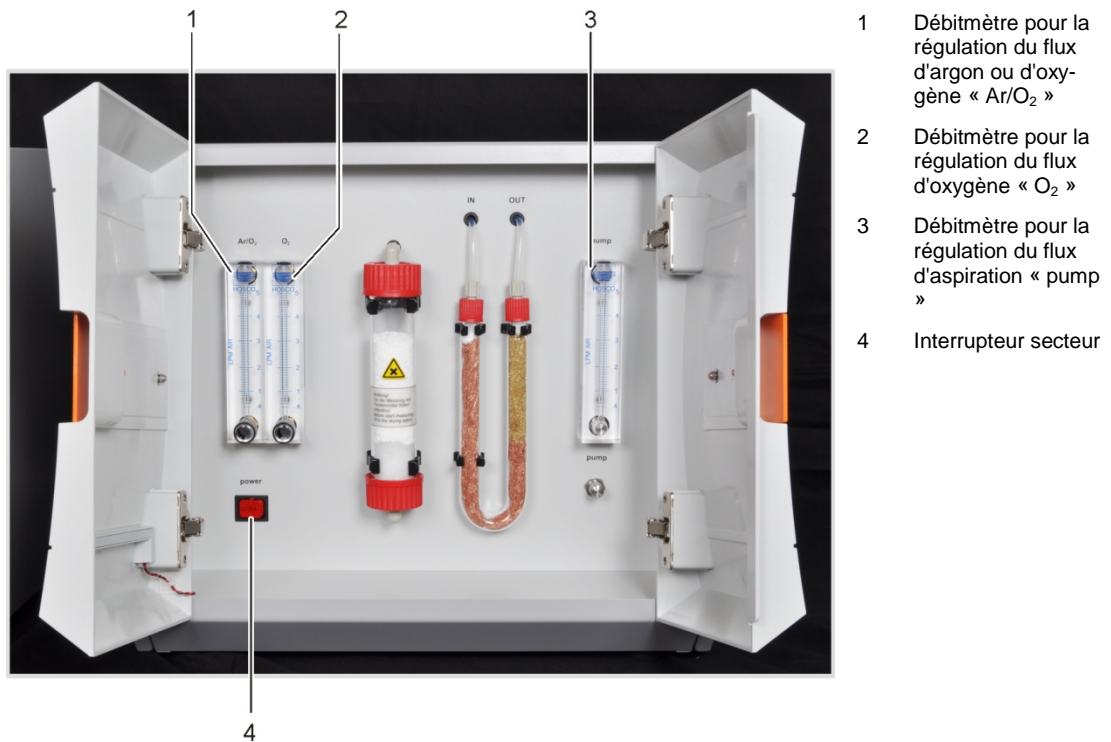
4.2.4 Éléments d'affichage et de commande, raccords

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

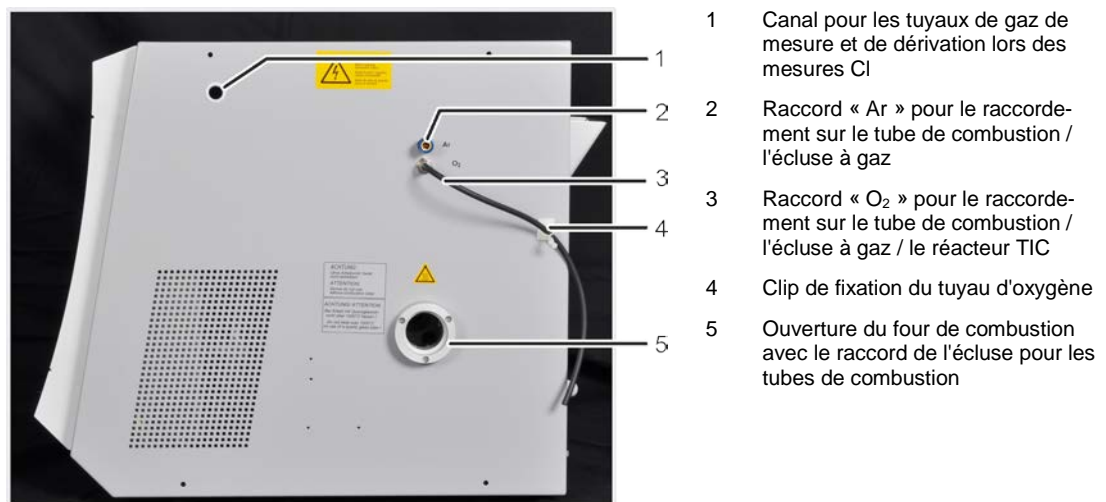


Illust. 5 Lampe de statut sur l'appareil de base multi EA 4000

L'interrupteur secteur et les débitmètres pour la régulation manuelle des flux de gaz se trouvent derrière les portes avant.

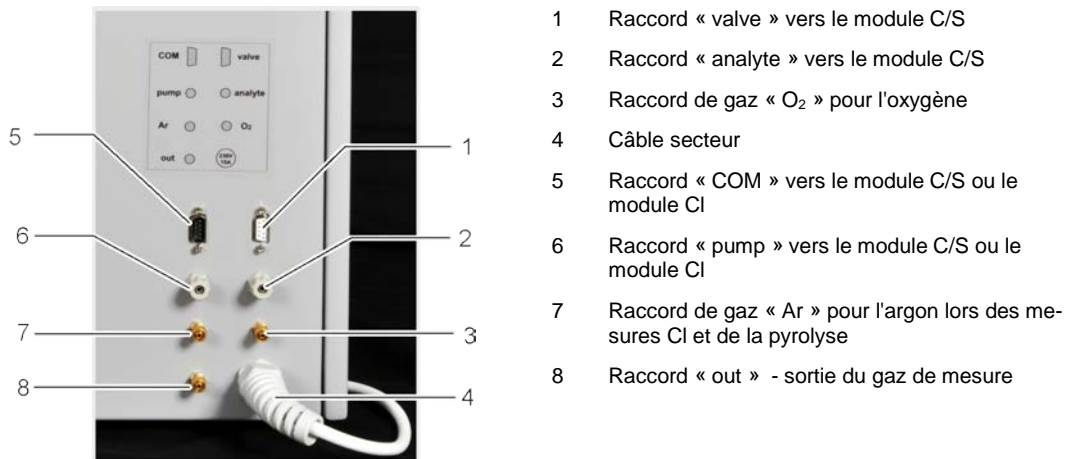


Illust. 6 Éléments de commande derrière les portes avant du multi EA 4000



Illust. 7 Raccords sur le côté droit du multi EA 4000

Les entrées de gaz pour l'amenée d'oxygène et d'argon, les raccords pour la connexion avec le module C/S ou CI et le câble de raccord au secteur se trouvent au dos du multi EA 4000.



Illust. 8 Raccords au dos du multi EA 4000

4.3 Module C/S

Variantes du module C/S

Il existe trois variantes du module de détecteur C/S :

- le module C/S avec
 - les détecteurs CO₂ et SO₂ pour une détermination simultanée du carbone et du soufre
- le module C avec
 - le détecteur CO₂ pour la détermination du carbone
- le module S avec
 - le détecteur SO₂ pour la détermination du soufre

L'électronique de commande se trouve toujours dans le module C/S.

Détecteurs

Les détecteurs NDIR (détecteur d'absorption infrarouge non dispersif) se trouvent derrière la paroi latérale droite de l'analyseur.

Les gaz dont les molécules sont composées d'atomes différents possèdent des bandes d'absorption spécifiques dans le spectre infrarouge. Si l'on applique un faisceau lumineux sur un dispositif de cuvettes contenant des gaz dans le spectre infrarouge actif, ces composants gazeux absorbent sur les longueurs d'ondes qui leur sont propres une part du rayonnement total proportionnelle à leur concentration dans le mélange gazeux.

Les détecteurs utilisés dans le module C/S sont sélectifs pour le CO₂ et le SO₂.

Traitement des valeurs mesurées par le procédé VITA

Les molécules de CO₂/SO₂ sont détectées par la technique de mesure aussi longtemps qu'elles restent dans la cuvette du détecteur NDIR. Les variations du débit de gaz de mesure se produisant pendant la mesure du CO₂/SO₂ font que les molécules de CO₂/SO₂ ont une spectrométrie plus longue (débit de gaz bas) ou plus courte (débit de gaz élevé) pendant un certain temps.

Le procédé VITA (intégration couplée au temps de séjour pour analyses TOC) permet de détecter le débit de gaz de mesure parallèlement au signal NDIR. Les variations du flux qui apparaissent, sont compensées par une normalisation du signal NDIR pilotée par ordinateur pour obtenir un flux de gaz constant, qui sera ensuite intégré au système.

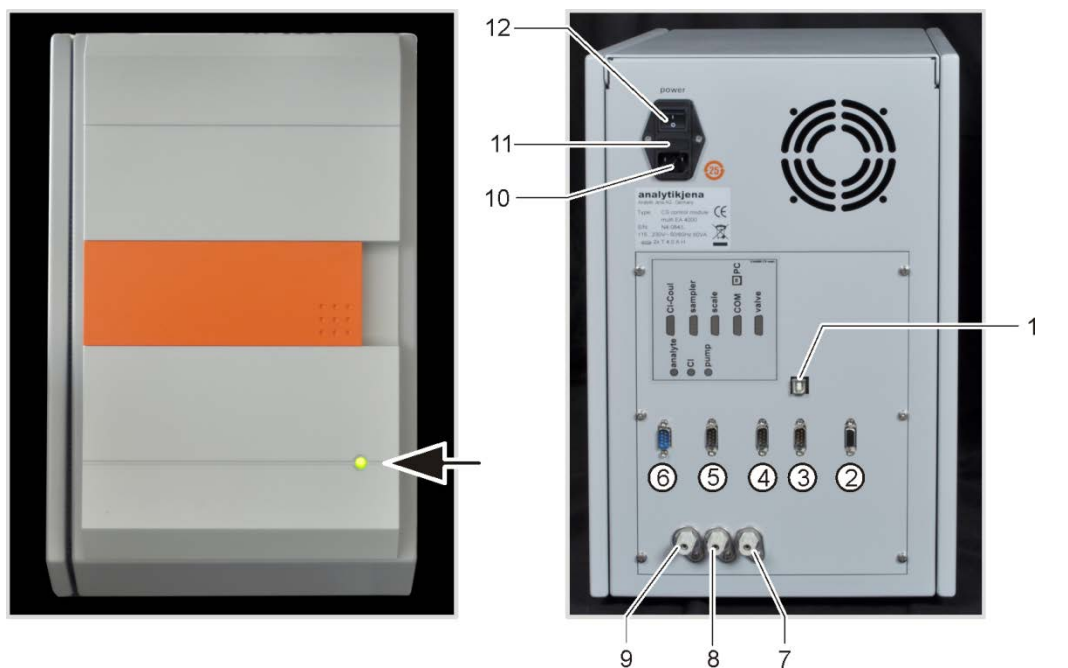
Pour détecter le débit de gaz de mesure, un débitmètre est placé, pour des raisons liées au flux, à proximité immédiate du détecteur NDIR.

Contrôle du flux de gaz

Un débitmètre surveille le flux d'aspiration nécessaire, les valeurs sont saisies dans le logiciel. Les écarts par rapport à la valeur de consigne admissible sont affichés et le flux d'aspiration peut être corrigé sur la valve du débitmètre « pump » de l'appareil de base multi EA 4000 (3 dans l'illust. 6). Pendant une mesure, les valeurs sont utilisées via le procédé VITA pour une correction intégrale.

Raccords

La DEL verte située sur l'avant du module C/S s'allume quand le module est sous tension. L'interrupteur secteur avec l'entrée secteur et le porte-fusibles, les raccords de connexion avec l'appareil de base et les autres modules supplémentaires, les entrées et sorties pour les flux de gaz de mesure se trouvent au dos.



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

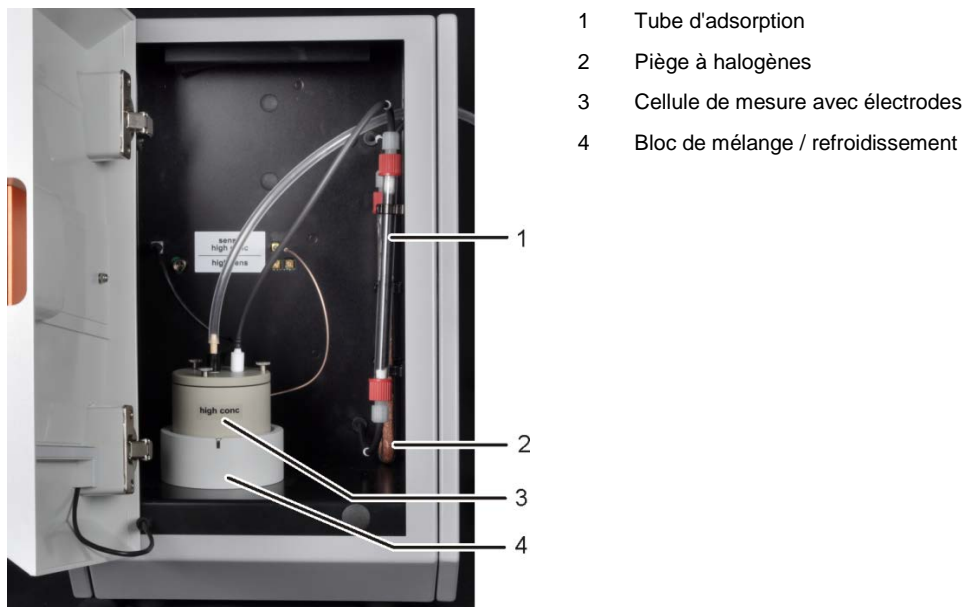
Illust. 9 Voyants et raccords sur le module C/S

4.4 Module CI

Le module CI comprend les composants principaux suivants :

- Coulomètre à gamme étendue pour ampérométrie
- Bloc de mélange / refroidissement pour les cellules de mesure
- Cellules de mesure avec électrodes
- Réservoir d'acide sulfurique, le cas échéant avec une sortie de dérivation et un réservoir de sécurité
- Valve de dérivation
- Réservoir tampon, servant de compensation de pression afin de compenser les impulsions de commutation de la valve de dérivation
- Tube d'adsorption
- Piège à halogènes

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



Illust. 10 Module CI

4.4.1 Module du coulomètre et cellule de mesure

Il existe 2 versions de la cellule de mesure :

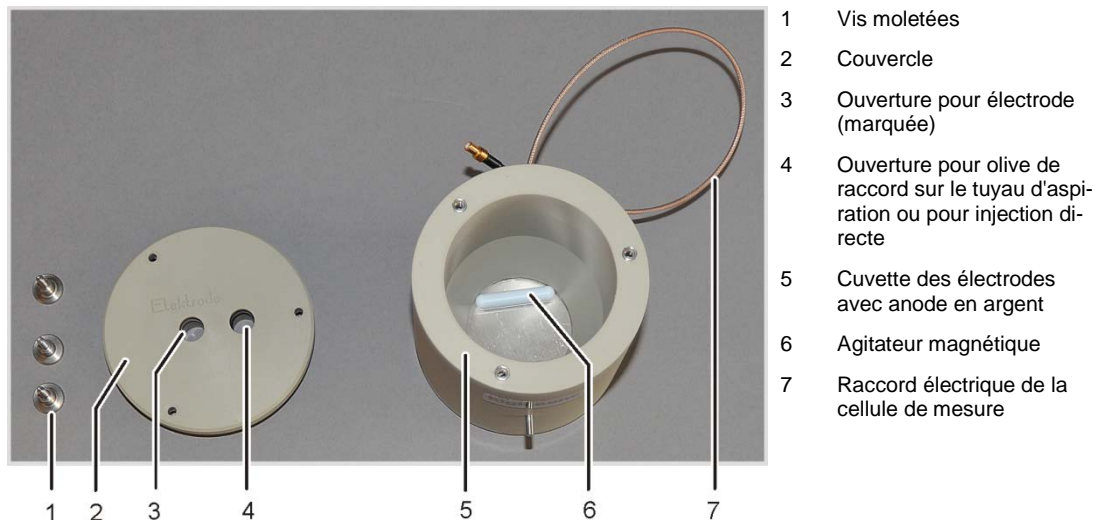
	Cellule de mesure « sensitive » 40 ml	Cellule de mesure « high concentration » 150 ml
Volume de l'électrolyte	Env. 20 ml	Env. 120 ml
Plage de mesure – Cl absolu (sans dissociation du gaz de mesure)	1 – 100 µg	10 – 1000 µg
Plage de mesure (avec dissociation du gaz de mesure)	1 – 2 mg de chlore total abs.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

Structure de la cellule de mesure

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

La cellule est fermée par un couvercle avec trois vis moletées et est étanche à l'air. Les deux passages du couvercle (orifices) servent à maintenir l'électrode bi-fonctionnelle et une olive d'aspiration. L'ouverture marquée est prévue pour l'électrode bi-fonctionnelle ampérométrique. L'ouverture non marquée est utilisée pour l'injection directe dans la cellule de mesure ou pour le raccord de l'olive d'aspiration.

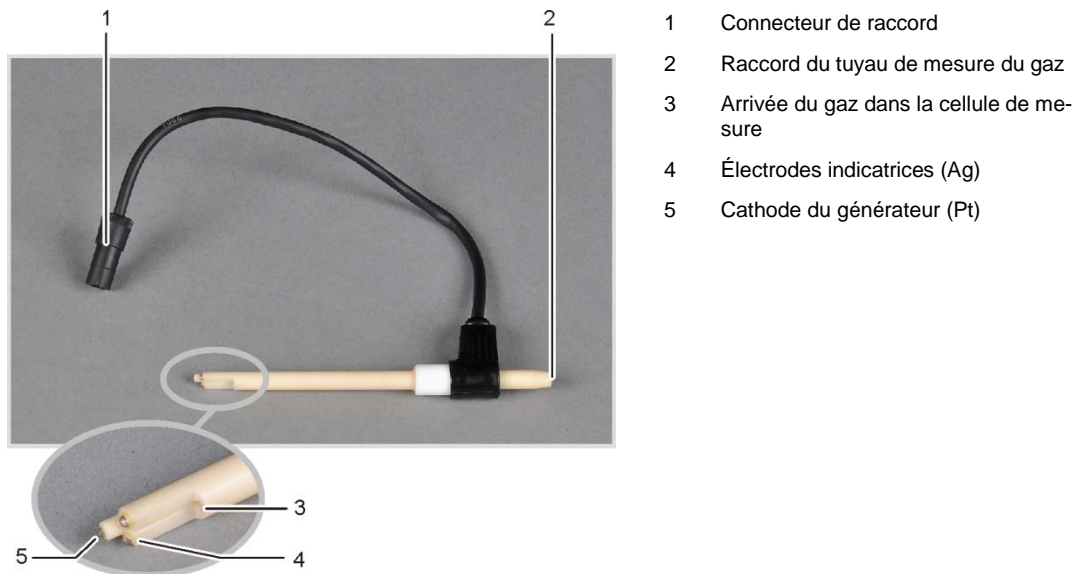
Lorsque le module de chlore est actif, l'agitateur magnétique se met en marche dans le béccher de la cellule de mesure. La température de la cellule pré-réglée est de 20 °C et peut être modifiée dans le programme multiWin en tant que paramètre de méthode.



Illust. 11 Structure de la cellule de mesure

Électrode bi-fonctionnelle

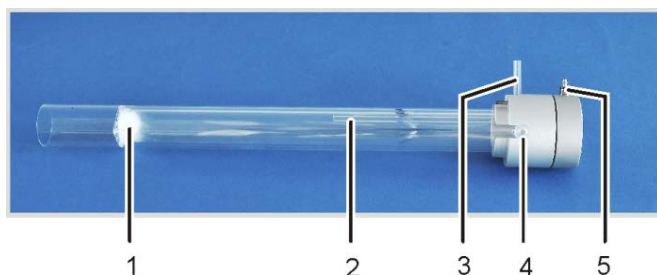
L'électrode bi-fonctionnelle combine des électrodes indicatrices (Ag), une cathode de générateur (Pt) et une arrivée du gaz. L'anode du générateur est présente sous forme de tôle ronde en argent dans les deux corps de base des cellules de mesure (voir ci-dessus).



Illust. 12 Électrode bi-fonctionnelle pour la cellule de mesure

4.4.2 Tube de combustion et séchage du gaz de mesure

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

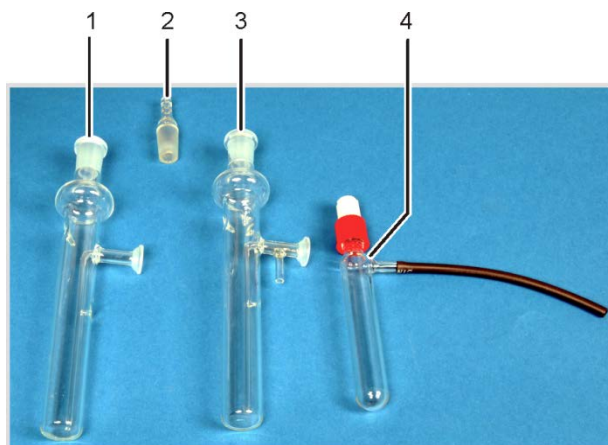


- | | | | |
|---|------------------------------------|---|---|
| 1 | Bouchon en laine de quartz | 4 | Sortie du gaz de mesure avec joint rodé |
| 2 | Dérivation pour l'amenée d'oxygène | 5 | Amenée d'argon sur l'écluse à gaz |
| 3 | Manchon de raccord pour l'oxygène | | |

Illust. 13 Tube de combustion en quartz avec écluse à gaz

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

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



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

Illust. 14 Réservoirs d'acide sulfurique pour le séchage du gaz de mesure

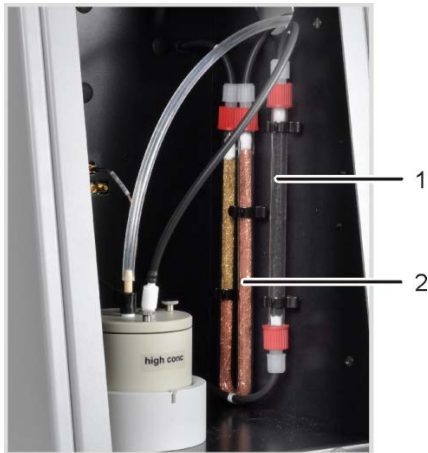
4.4.3 Nettoyage du gaz de mesure

Piège à halogènes

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

Tube d'adsorption

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



- 1 Tube d'adsorption
- 2 Piège à halogènes

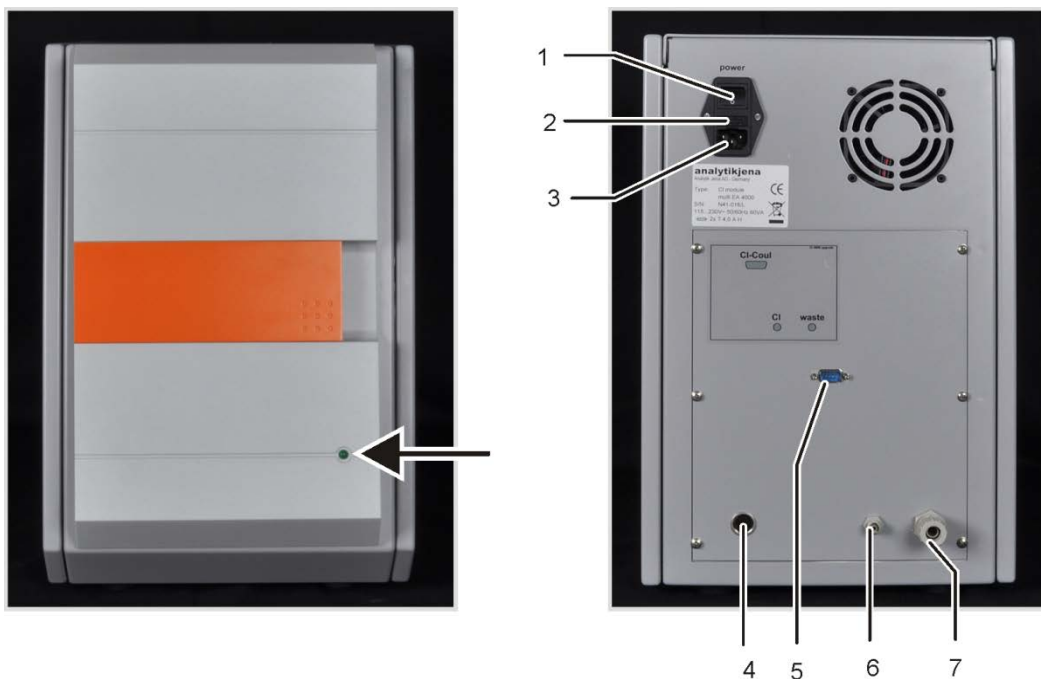
Illust. 15 Piège à halogènes et tube d'adsorption dans le module CI

4.4.4 Raccords

La DEL verte située sur l'avant du module CI s'allume quand le module est sous tension.

En fonction de l'équipement du multi EA 4000 avec ou sans module C/S, il comporte au dos les raccords de connexion avec le module C/S ou l'appareil de base et le passeur d'échantillons. En outre, la sortie pour la dérivation en mode dissociation se trouve aussi au dos de l'appareil.

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

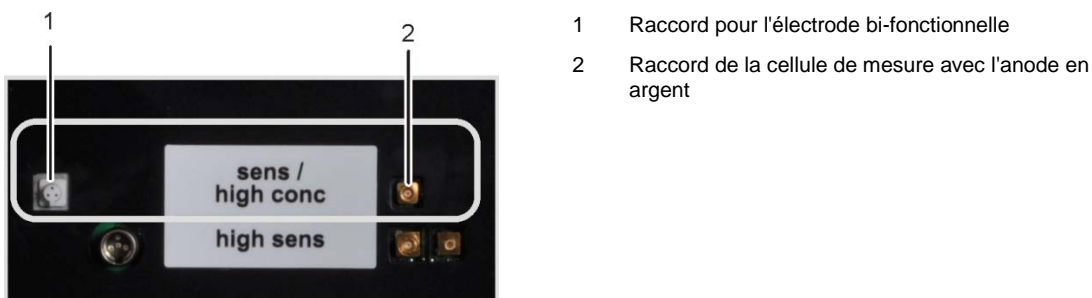


- | | |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> 1 Raccord de la fiche secteur 2 Porte-fusibles 3 Interrupteur secteur 4 Raccord non occupé sur le multi EA 4000 | <ul style="list-style-type: none"> 5 Raccord « CI-Coul » - connexion au module C/S 6 Raccord du gaz « CI » – raccord au module C/S 7 Sortie du gaz « waste » |
|--|---|

Illust. 16 Raccords du module CI en combinaison avec un module C/S

Si aucun module C/S n'est installé, le module CI dispose au dos d'autres interfaces de communication avec le multi EA 4000 et le passeur d'échantillons. L'affectation des interfaces est décrite au paragraphe « Installation du multi EA 4000 CI », page 131.

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



Illust. 17 Raccords pour la cellule de mesure coulométrique sur la paroi intérieure du module CI

4.5 Module pour solides TIC automatique

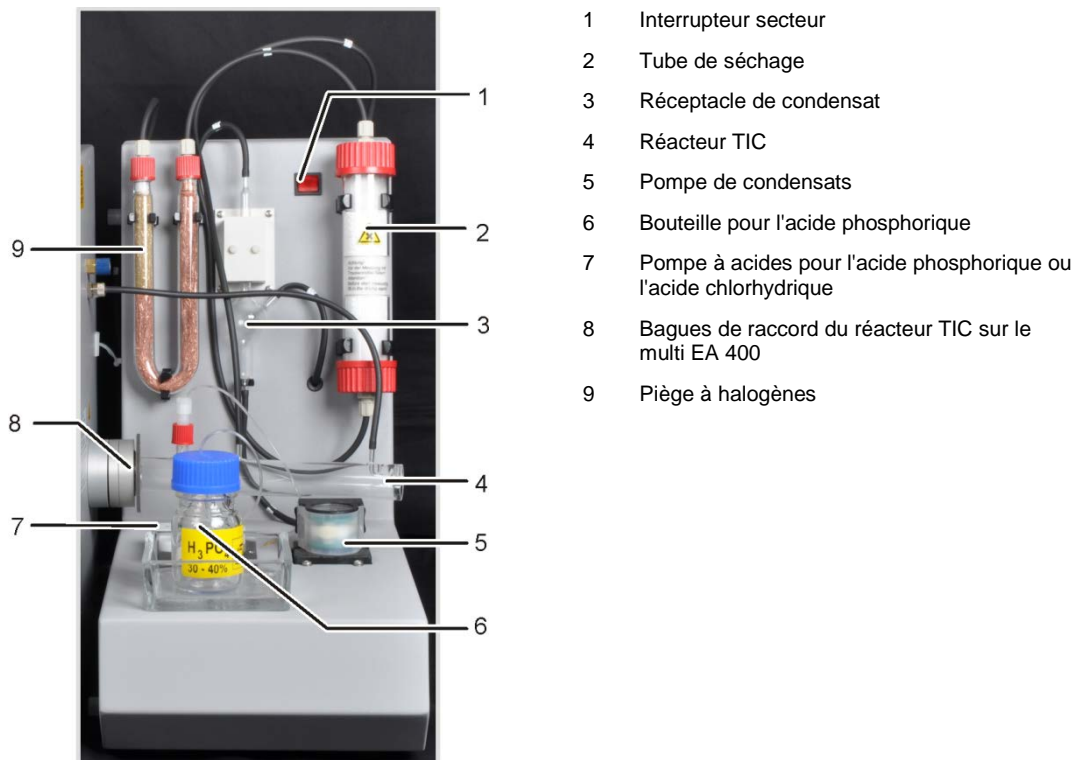
Le module pour solides TIC automatique complète le multi EA 4000 pour la détermination du TIC (TC, TOC) dans les solides. Le dioxyde de carbone formé par acidification et soufflage est envoyé dans le détecteur NDIR du multi EA 4000. Les modes d'analyse suivants sont possibles :

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

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

Le module pour solides TIC automatique comprend les composants suivants :

- Réacteur TIC
- Pompe d'acide phosphorique
- Composants pour le nettoyage du gaz de mesure et le séchage
- Raccords



Illust. 18 Module pour solides TIC automatique

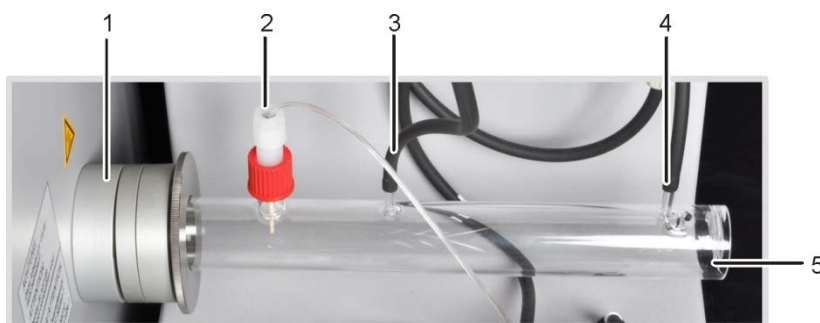
4.5.1 Caractéristiques techniques

Caractéristiques générales	
Désignation / Type	Module pour solides TIC automatique
Dimensions	300 x 500 x 550 mm Passeur d'échantillons : 520 x 500 x 700 mm
Masse	Env. 5 kg
Données de processus	
Procédé de mesure	TIC
Détection	NDIR (couplé avec le procédé VITA)
Quantité d'échantillon	Jusqu'à 3000 mg (TC) ou 50 mg (TIC)
Paramètres électriques	
Raccord	110 – 230V AC, 50/60 Hz
Protection	T 2 A/H
Puissance absorbée moyenne type	20 VA
Interface du module C/S	RS 232

4.5.2 Structure

Réacteur TIC

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



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

Illust. 19 Réacteur TIC

Système pneumatique / tuyauterie

La liaison avec chaque composant se fait via les tuyaux marqués. Le plan de la tuyauterie se trouve au paragraphe « Installation du module pour solides TIC automatique » page 138.

Des pompes tubulaires sont utilisées pour amener de l'acide phosphorique et retirer le condensat. La pompe d'acide phosphorique refoule l'acide phosphorique à 40 % vers le réacteur TIC. Tandis que la nacelle d'échantillon est poussée en continu par le passeur d'échantillons FPG 48 en direction du multi EA 4000, l'échantillon est mélangé de manière homogène avec l'acide phosphorique. La pompe de condensats permet d'extraire le condensat du séchage du gaz de mesure automatiquement après chaque mesure.



- 1 Pompe à acides
- 2 Pompe de condensats

Illust. 20 Pompes tubulaires sur le module pour solides TIC automatique

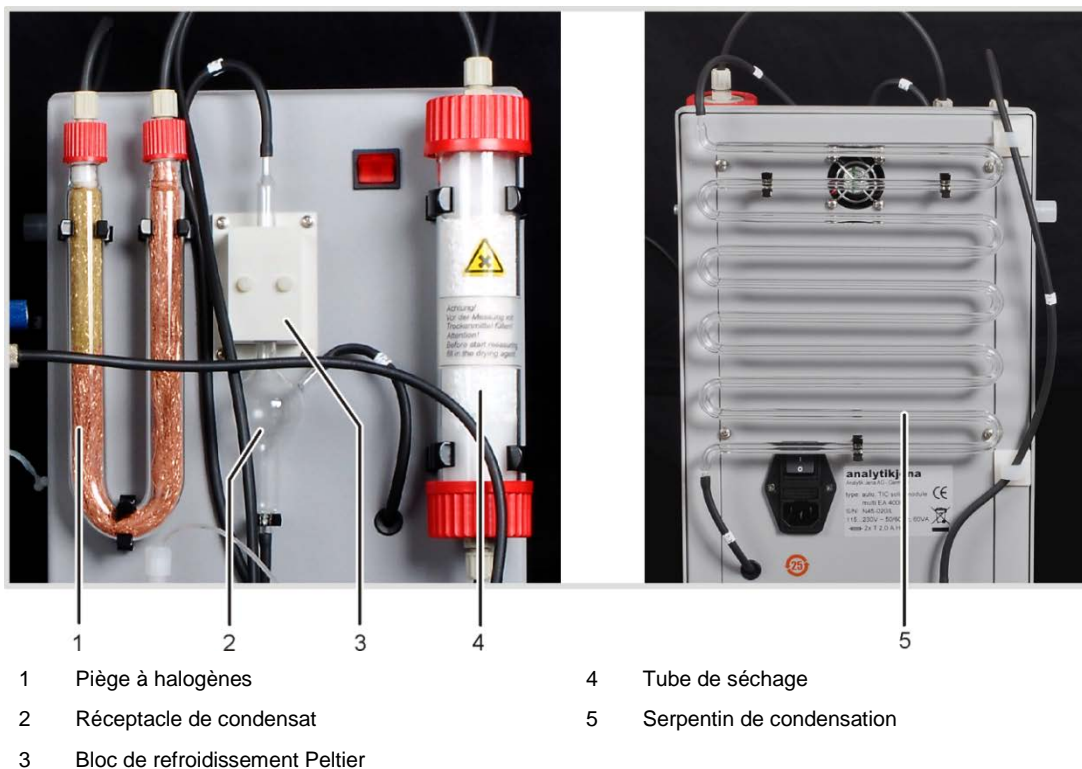
Composants pour le séchage et le nettoyage du gaz de mesure

Le gaz de mesure issu du réacteur est envoyé dans le serpentin de condensation qui est fixé au dos du module pour solides TIC automatique. Le gaz de mesure est rapidement refroidi dans le serpentin et la vapeur d'eau se condense. Le mélange eau-gaz de mesure est conduit par un tuyau jusqu'au séparateur gaz-liquide, composé d'un réceptacle de condensat et d'un bloc de refroidissement Peltier.

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

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

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



Illust. 21 Séchage et nettoyage du gaz de mesure sur le module pour solides TIC automatique

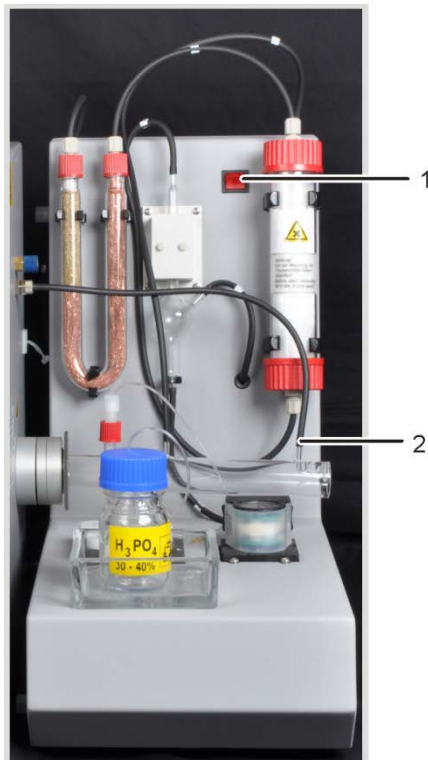
Un piège à poussières est placé entre la soupape de commutation au dos du module pour solides TIC automatique et le module C/S.



Illust. 22 Piège à poussières avant l'entrée de mesure du module C/S

Raccords

Les raccords se trouvent au dos du module pour solides TIC automatique.



- | | | | |
|---|--|---|--|
| 1 | Interrupteur secteur | 6 | Raccord « valve HT » pour branchement sur le multi EA 4000 |
| 2 | Raccord de gaz pour l'oxygène sur le réacteur TIC | 5 | Raccord « COM HT » pour branchement sur le multi EA 4000 |
| 3 | Module d'entrée de gaz avec interrupteur secteur et porte-fusibles | 8 | Soupape de commutation |
| 4 | Raccord « COM module » pour branchement sur le module C/S | 9 | Raccord pour le tuyau de déchets pour évacuer le condensat |
| 5 | Raccord « valve module » pour branchement sur le module C/S | | |

Illust. 23 Raccords sur le module pour solides TIC automatique



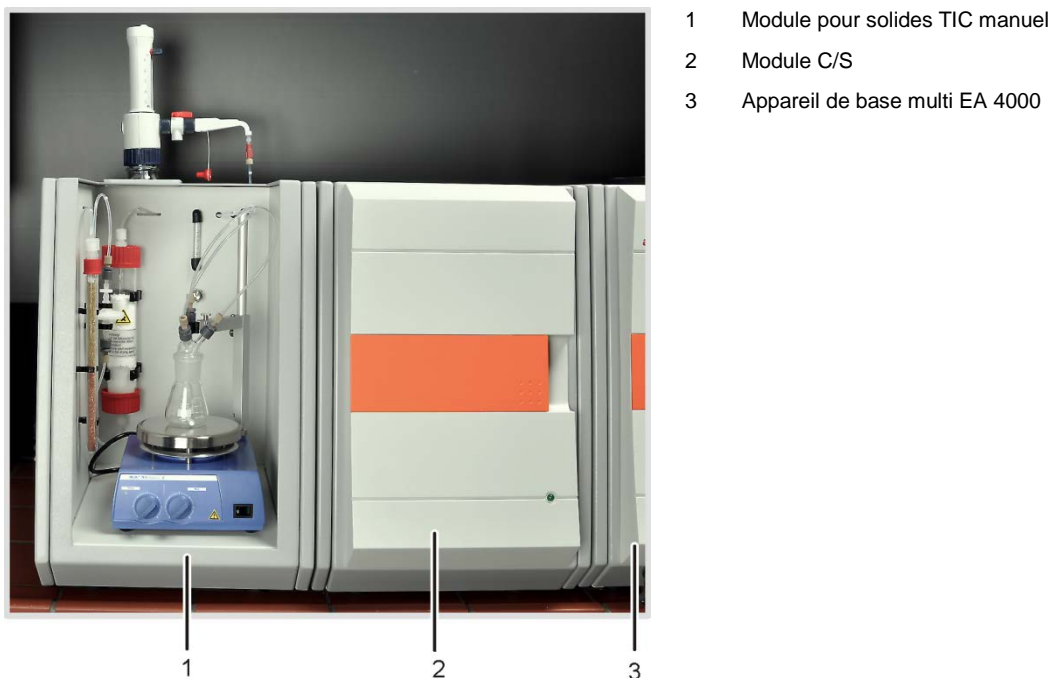
IMPORTANT

Le module pour solides TIC automatique est équipé de deux interrupteurs secteur. Puisque l'interrupteur sur le module d'entrée du secteur sous le serpentin de condensation est difficilement accessible, il en existe un deuxième sur l'avant. Les deux interrupteurs secteur doivent être enclenchés lors du fonctionnement. Afin d'éteindre l'appareil, il suffit d'appuyer sur l'interrupteur situé sur l'avant.

4.6 Module pour solides TIC manuel

Le module pour solides TIC manuel permet de déterminer le TIC dans les solides en liaison avec le multi EA 4000 C ou le multi EA 4000 C/S. L'acidification des échantillons et l'éjection du TIC s'effectue à des températures plus élevées. Le gaz de mesure est poussé avec le gaz porteur vers le détecteur du module C/S.

Le module pour solides TIC manuel est conçu uniquement pour l'amenée manuelle de l'échantillon. Une automatisation avec un passeur d'échantillons est impossible.



Illust. 24 Module pour solides TIC manuel

4.6.1 Caractéristiques techniques

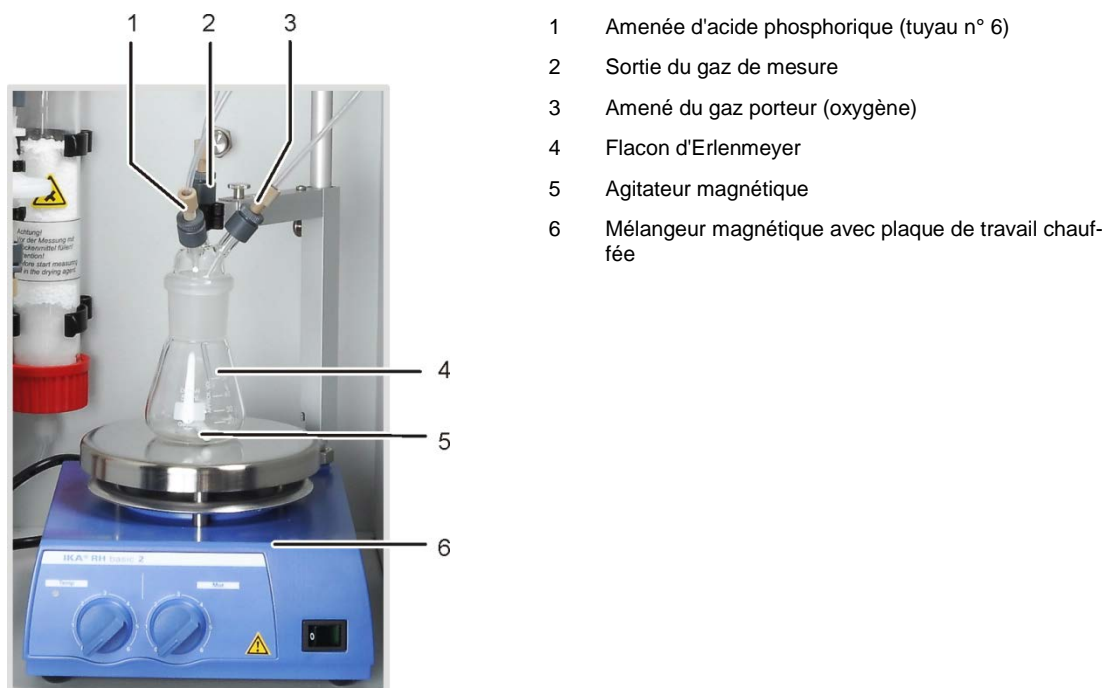
Caractéristiques générales	
Désignation / Type	Module pour solides TIC manuel
Dimensions	300 x 500 x 550 mm
Masse	Env. 10 kg
Données de processus	
Procédé de mesure	TIC
Détection	NDIR (couplé avec le procédé VITA)
Quantité d'échantillon	Jusqu'à 3000 mg
Alimentation en gaz	Oxygène au min. 2.5 2 – 4 bar
Paramètres électriques	
Raccord	230 V AC (+ 10 %, -15 %), 50/60 Hz
Protection	T 16 A/H
Puissance absorbée moyenne type	3700 VA

4.6.2 Structure du module pour solides TIC manuel

Chambre de réaction TIC

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

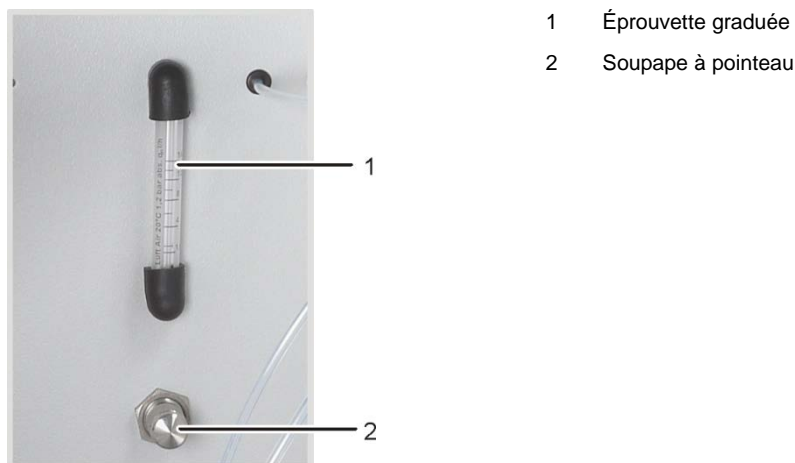
Un mélangeur magnétique avec plaque de travail chauffée garantit le mélange correct de l'échantillon avec l'acide amené et le réchauffe un peu afin d'accélérer la réaction.



Illust. 25 Réacteur TIC du module pour solides TIC manuel

Réglage du flux du gaz porteur

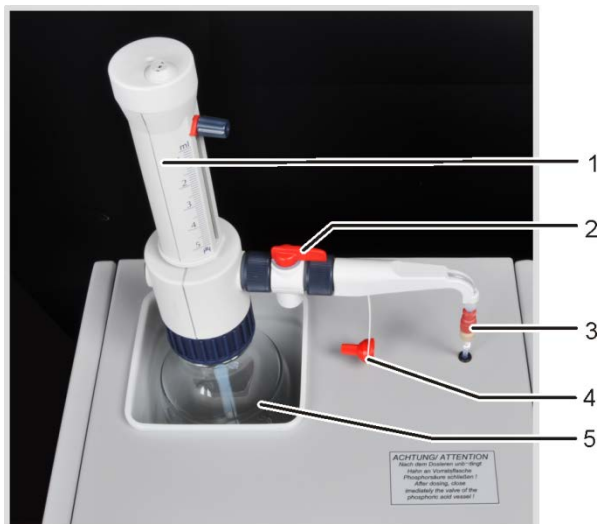
Le réglage du flux du gaz porteur s'effectue via la soupape à pointeau « O2 » avec une éprouvette graduée sur la paroi arrière du module pour solides TIC manuel.



Illust. 26 Débitmètre pour le flux d'oxygène

Amenée d'acide

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



- 1 Pompe de dosage avec graduation
- 2 Clapet antiretour de dosage
- 3 Valve de raccord du tuyau de dosage
- 4 Capuchon
- 5 Flaçon d'acide phosphorique

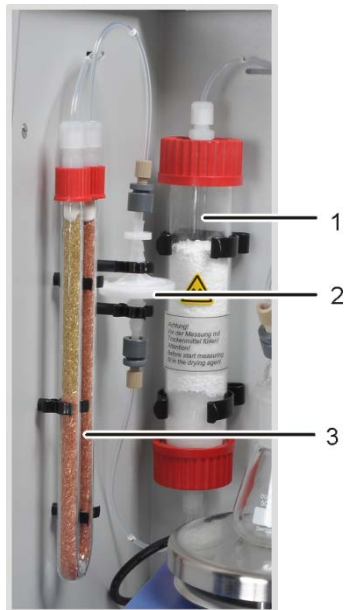
Illust. 27 Pompe de dosage pour l'acide sur le module pour solides TIC manuel

Séchage et nettoyage du gaz de mesure

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

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

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



- 1 Tube de séchage
- 2 Pièges à eau
- 3 Piège à halogènes

Illust. 28 Composants du séchage et du nettoyage du gaz de mesure sur le module pour solides TIC manuel

Raccords



- 1 Module d'entrée du secteur avec interrupteur secteur et porte-fusibles
- 2 Sortie du gaz de mesure « analyte »
- 3 Raccordement pour gaz porteur « O₂ »

Illust. 29 Raccords sur le module pour solides TIC manuel

4.7 Autres accessoires optionnels

4.7.1 Passeur d'échantillons

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

- Le passeur d'échantillons solides FPG 48
- L'avance manuelle

Passeur d'échantillons FPG 48

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

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

Avance manuelle

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

4.7.2 Détecteur de flamme

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

4.7.3 Balance

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

5 Procédé de mesure

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

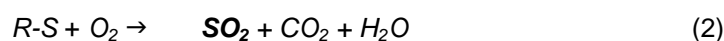
- TS – soufre total (Total Sulfur)
- TC – carbone total (Total Carbon)
- TCl – chlore total (Total Chlorine)
- TOC – carbone organique total (Total Organic Carbon)
- TIC – carbone anorganique total (Total Inorganic Carbon)
- EC – carbone élémentaire (Elemental Carbon)
- TC-EC Détermination du carbone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

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

5.1 Analyse TC/TS

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

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



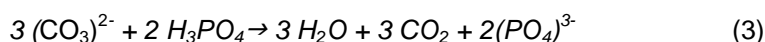
R Substance carbonée

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

5.2 Analyse TIC

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

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



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

5.3 Analyse TOC

Lors de l'analyse TOC, le carbone organique total contenu dans l'échantillon est saisi.

Dans le multi EA 4000, la teneur en TOC peut être déterminée de deux manières :

- Méthode différentielle
- Méthode directe

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



IMPORTANT

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

5.3.1 Méthode différentielle pour l'analyse TOC

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

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

TOC ... carbone organique total

TC ... carbone total

TIC ... carbone inorganique total

5.3.2 Méthode directe pour l'analyse TOC

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



ATTENTION

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

Sans utilisation du module pour solides TIC automatique, l'échantillon solide est mélangé à de l'acide chlorhydrique sur la nacelle de combustion, afin de supprimer l'oxygène anorganique combiné. Le CO₂, obtenu à partir des carbonates à travers la réaction, se volatilise. L'échantillon, mélangé à de l'acide, est séché dans l'armoire de séchage à une température < 40 °C au minimum pendant 3 heures, l'excédent d'acide chlorhydrique se volatilise alors. L'échantillon ainsi préparé peut être étudié ensuite dans l'analyseur comme lors de l'analyse TC/TS pour détecter le carbone organique combiné.



IMPORTANT

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

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

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

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

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

5.5 Analyse des données dans le module C/S

5.5.1 Procédé d'étalonnage

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

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

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

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

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

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

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

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

5.5.2 Facteur journalier

Grâce au facteur journalier, il est possible de contrôler et de corriger l'étalonnage avec une solution étalon. Tous les résultats de mesure suivants sont multipliés par ce facteur.

Le facteur journalier est calculé selon l'équation (7) :

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

5.5.3 Caractéristiques du procédé

Écart par défaut résiduel

L'écart par défaut résiduel (variance résiduelle) exprime la dispersion des valeurs intégrales autour de la fonction de régression (précision de la régression).

Écart par défaut du procédé

L'écart par défaut du procédé décrit de manière plus claire et générale la qualité de l'étalonnage. Pour évaluer la qualité d'un étalonnage de manière fiable, utiliser l'écart par défaut résiduel.

Coefficient de variation du procédé

Le coefficient de variation du procédé (écart par défaut de procédé relatif) doit être utilisé pour comparer différents étalonnages avec différentes plages de mesure.

Coefficient de corrélation

Le coefficient de corrélation compare la dispersion des points de mesure d'étalonnage de la fonction de régression avec la dispersion totale de l'étalonnage. Si tous les points de mesure d'étalonnage sont sur la fonction de régression, le coefficient de corrélation est +1 ou -1. Avec des coefficients de corrélation positifs, la fonction de régression monte et avec des coefficients de corrélation négatifs, elle descend.

Mesure de détermination

Le carré du coefficient de corrélation est indiqué comme mesure de détermination.

5.5.4 Autres calculs

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

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

Valeur moyenne

La valeur moyenne du résultat final est calculée à partir des concentrations déterminées pour les déterminations individuelles.

Valeur à blanc de la nacelle

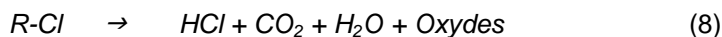
La valeur à blanc de la nacelle est déterminée en amenant dans le four de combustion et en analysant une nacelle vide ou avec des additifs pour l'échantillon.

La valeur à blanc de la nacelle peut être déterminée de manière séparée et entrée dans le logiciel de commande et d'analyse multiWin. Cette valeur peut changer avec le temps et doit être à nouveau déterminée avant de commencer une série de mesures. Sinon, la dernière valeur entrée est utilisée.

5.6 Détermination Cl

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

La réaction a lieu suivant l'équation suivante :



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



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

5.7 Analyse des données en mode Cl

5.7.1 Routine du point final

Après le remplissage de la cellule de mesure ou après chaque remplacement de la solution électrolyte, une routine du point final doit être effectuée, le seuil d'arrêt du système étant déterminé. La valeur indicatrice déterminée représente aussi bien le point de départ que le point final de la titration. La routine du point final est démarrée par le logiciel multiWin.

5.7.2 Mesure avec dissociation / facteur de dissociation

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

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

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

**IMPORTANT**

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

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

5.7.3 Analyse

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

6 Première mise en service

6.1 Exigences locales

6.1.1 Conditions d'installation

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

- Plage de température : +10 °C à +35 °C
- Humidité ambiante maximum : 90 % à 30 °C
- Pression atmosphérique : 0,7 bar à 1,06 bar

L'atmosphère du laboratoire doit autant que possible être pauvre en TOC et poussière et ne pas comporter de courants d'air, vapeurs caustiques et organiques et vibrations. Interdiction de fumer dans la pièce de l'analyseur !

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

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

6.1.2 Encombrement

L'encombrement nécessaire est stipulé par les composants du poste de mesure. Prévoir suffisamment de place pour l'ordinateur, le moniteur et d'éventuels appareils complémentaires.

6.1.3 Alimentation en énergie



ATTENTION

L'analyseur multi EA 4000 ne doit être connecté qu'à une prise mise à la terre conformément à la tension indiquée sur la plaque signalétique.

Le multi EA 4000 fonctionne avec un courant alternatif monophasé.

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

6.1.4 Alimentation en gaz

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

Les tuyaux de raccordement, d'un diamètre extérieur de 6 mm et intérieur de 4 mm, sont fournis. La longueur standard est de 2 m. Si vous désirez des tuyaux d'une autre longueur, veuillez contacter le service après-vente d'Analytik Jena AG.

6.2 Déballage et montage de l'analyseur



IMPORTANT

L'analyseur multi EA 4000 doit être monté et installé exclusivement par le service après-vente d'Analytik Jena AG ou par un personnel spécialisé autorisé et formé par elle.

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



IMPORTANT

Conserver l'emballage de transport ! En cas de besoin de service, renvoyer l'appareil dans son emballage d'origine. Seulement de cette manière, il est possible d'éviter des dommages durant le transport.

Le déballage et le montage de l'analyseur multi EA 4000 doivent être effectués par le service après-vente d'Analytik Jena AG ou par un personnel spécialisé autorisé et formé par elle.

Veuillez vérifier lors du déballage de l'appareil que le contenu livré est complet et sans dommages, conformément à la liste de colisage.

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

7 Utilisation

7.1 Mise sous tension / Phase de démarrage / Programmation



PRUDENCE ! EAU DE CONDENSATION

En cas de grandes différences entre les températures de stockage et d'installation, attendre avant de raccorder le multi EA 4000 qu'il atteigne la température ambiante afin d'éviter d'endommager l'appareil à cause de l'eau de condensation.

Contrôler avant la mise sous tension :

- Les gaz (oxygène et argon (détermination Cl ou détermination du carbone élémentaire) sont raccordés avec une pression d'admission de 4 – 6 bar.
- Un tube de combustion est utilisé dans le four.
- Les tuyaux d'alimentation des gaz sont raccordés à l'écluse à gaz.
- Les modules d'analyse sont raccordés.
- Le passeur d'échantillons (en option) est installé.
- L'ordinateur est raccordé et le logiciel multiWin est installé.

Ordre de mise en marche

1. Ouvrir les robinets des gaz sur le détendeur (pression d'admission 4 – 6 bars).
2. Démarrer l'ordinateur.
3. Mettre le passeur d'échantillons FPG 48 (en option) sous tension.
 - ✓ **Le passeur d'échantillons FPG 48 s'initialise.**
4. Mettre l'appareil de base multi EA 4000 sous tension.
5. Démarrer les modules d'analyse.
 - ✓ **Les appareils s'initialisent. Les lampes de statut à l'avant de l'appareil de base et des modules sont allumées.**
6. Démarrer le programme multiWin.
7. Exécuter l'enregistrement de l'utilisateur.

Toujours entrer **Admin** comme USER et PASSWORD. Cet utilisateur est créé lors de la nouvelle installation du programme et possède des droits d'administrateur.
8. Cliquer sur le bouton [INITIALIZE ANALYZER].
 - ✓ **Une fois l'utilisateur identifié, l'initialisation et la détection automatique de tous les composants raccordés et mis en service s'effectuent.**

Phases de démarrage et de rodage

Une fois l'utilisateur identifié, le système lance automatiquement l'initialisation et l'interrogation des composants. Les valeurs actuelles s'affichent dans la fenêtre de statut :

- Flux du gaz de mesure : apparaît après l'activation de la pompe d'aspiration (100 ± 5 l/h).
- Pompe d'aspiration dans l'appareil de base : la pompe s'active 50 K avant d'atteindre la température théorique.

- ❑ Température du four : la durée de chauffage est d'env. 30 – 40 min en fonction de la température théorique spécifiée.
- ❑ Détecteur NDIR (uniquement déterminations C, S ou C/S) : ce module nécessite une durée de rodage d'env. 15 min après la mise en service du module C/S.
- ❑ Coulomètre (uniquement détermination Cl) : durée de rodage d'env. 100 min.

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

7.2 Mesure C/S

7.2.1 Préparations du multi EA 4000 et du module C/S



ATTENTION ! RISQUE D'ELECTROCUTION !

Le four de combustion comporte des tensions électriques potentiellement mortelles ! Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Pour cette raison, n'allumez l'analyseur qu'avec le tube de combustion inséré ! Pour les travaux de transformation ou de maintenance sur le tube de combustion ou le four de combustion, désactivez toujours l'analyseur avec l'interrupteur secteur et débranchez le multi EA 4000 du secteur.

Vérifier les raccords électriques et pneumatiques selon le paragraphe « Installation du multi EA 4000 C/S » page 128 et suivantes.

Montage du tube en céramique sur l'écluse à gaz et insertion dans le four de combustion

Un tube de combustion en céramique est utilisé pour les mesures C/S.





Attention : le tube en céramique est biseauté d'un côté afin de le centrer pour la fixation dans le four. L'extrémité chanfreinée est insérée dans le four. L'écluse est montée à l'extrémité sans biseau.

1. Remplir l'extrémité biseautée du tube en céramique sur une épaisseur d'env. 2,5 cm d'ouate de quartz et enfoncer le bouchon d'ouate sur env. 2 cm dans le tube.

Attention : ne pas enfoncer la ouate de quartz trop loin vers le centre du tube en céramique puisque la ouate s'agglutine à des températures élevées.

2. Pousser la bague de pression sur l'extrémité du tube en céramique sans biseau.
3. Pousser la bague d'étanchéité sur env. 3 cm sur le tube en céramique.

	<p>4. Placer l'écluse à gaz de sorte que les orifices de l'écluse et de la bague de pression soient l'un au-dessus de l'autre.</p>
	<p>5. Fixer la bague de pression sur l'écluse avec trois vis. Serrer les vis sur tout le pourtour de manière uniforme.</p>
	<p>La largeur de la fente entre la bague de pression et l'écluse doit être uniformément d'env. 1 mm.</p>
	<p>6. Pousser le tube en céramique dans le four de combustion. Le raccord de gaz sur l'écluse doit être légèrement tourné vers la gauche (env. 45°).</p>
	<p>7. Appuyer l'écluse à gaz en le tournant légèrement sur le support dans la paroi du multi EA 4000. Le tube en céramique s'insère dans la fixation du four de combustion.</p> <p>Le tube en céramique est placé correctement lorsque le raccord de gaz est tourné vers le haut et que la largeur de la fente entre le raccord de l'écluse et cette dernière est d'env. 2 mm.</p>

	<p>8. Brancher le tuyau pour l'amenée d'oxygène sur l'écluse à gaz et le fixer avec un écrou-raccord.</p>
	<p>9. Afin de fixer le tuyau de gaz en courbe sans le plier, placer le tuyau dans le clip à droite sur la paroi de l'analyseur et torsader le clip.</p>

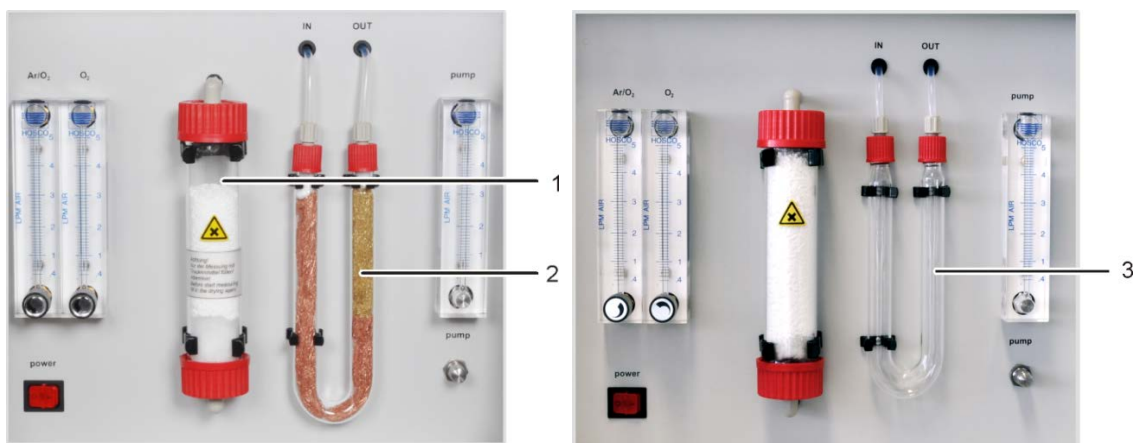
Vérification du piège à halogènes et du tube de séchage

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



IMPORTANT

Le piège à halogènes absorbe le soufre. Pour les déterminations C/S, il convient de peser le pour et le contre de l'utilisation du piège à halogènes. En fonction de la matrice, il est recommandé en cas de concentrations de soufre faibles de ne pas utiliser de pièges à halogènes, mais en cas de concentrations plus élevées, le piège à eau doit être monté dans la conduite de gaz.



- 1 Tube de séchage rempli de perchlorate de magnésium
- 2 Piège à halogènes avec laine de cuivre et de laiton pour les déterminations C
- 3 Tube en U vide pour les déterminations S

Illust. 30 Vérification du piège à halogènes et du tube de séchage

7.2.2 Exécution d'une mesure C/S

1. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000, le module C/S et le cas échéant, le FPG 48 avec l'interrupteur principal.

✓ **Les lampes de statut sur l'avant des appareils sont allumées.**

Remarque :

si un module pour solides TIC automatique est intégré, le mettre également en marche. Le parcours de transport plus long de la nacelle, en raison du réacteur TIC intercalé, est pris en compte.

S'il existe un module Cl, il ne doit pas être mis en marche.

2. Démarrer le programme multiWin.
3. Commuter entre les différents modules de l'analyseur, activer d'abord les capteurs :
 - Sélectionner la rubrique DEVICE / DEVICE - EDIT.
 - Activer les ELEMENTS à analyser.
 - Lorsque le carbone/soufre comme le chlore est activé, cliquer dans la liste COMBUSTIONTUBE sur CERAMICTUBE (CS).
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
4. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
5. Chargez une méthode (rubrique METHOD / METHOD - ACTIVATE) ou créez une nouvelle méthode (rubrique METHOD / METHOD- NEW).

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


- TC (détermination uniquement de la teneur totale en carbone)
 - TS (détermination uniquement de la teneur totale en soufre)
 - TC+TS (détermination de la teneur totale en carbone et en soufre)
6. À l'issue de la durée de rodage, régler les flux de gaz suivants :


pump	O ₂	Ar/O ₂
à régler de sorte que dans la fenêtre STATUS ANALYZER, la valeur NOMINAL = 100 ± 5 s'affiche Cela correspond à env. 1,7 l/min	2,3 – 2,5 l/min	-





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

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

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

- Ajouter au tableau des échantillons le nombre souhaité d'échantillons avec .
- Entrer les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLING POSITION	<i>Uniquement pour les mesures avec passeur d'échantillons</i> Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons Les numéros de position dans le rack d'échantillons sont croissants. Ils ne doivent pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR, CALIBRATION, MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT ou BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les étalons d'étalonnage ou solution étalon AQS
Opérandes	Entrée de la pesée

- Remplir le passeur d'échantillons. Utiliser les boutons  et  pour déplacer le rack d'échantillons sur la position souhaitée.
 - Cliquer sur  dans la ligne de la séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de la séquence peuvent être activées en cliquant sur .
 - ✓ **Les lignes de la séquence activées pour la séquence passent sur fond vert.**
11. Cliquer sur [START MEASUREMENT].

Remarque :

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

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



IMPORTANT

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

7.3 Détermination du carbone après pyrolyse

7.3.1 Préparations du multi EA 4000 et du module C/S



ATTENTION ! RISQUE D'ELECTROCUTION !

Le four de combustion comporte des tensions électriques potentiellement mortelles ! Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Pour cette raison, n'allumez l'analyseur qu'avec le tube de combustion inséré ! Pour les travaux de transformation ou de maintenance sur le tube de combustion ou le four de combustion, désactivez toujours l'analyseur avec l'interrupteur secteur et débranchez le multi EA 4000 du secteur.

Pour la détermination du carbone après pyrolyse, le multi EA 4000 doit disposer du mode pyrolyse optionnel.

1. Vérifier les raccords électriques et pneumatiques conformément au paragraphe « Installation du multi EA 4000 C/S » page 128. Vérifier en particulier le raccord pour l'argon sur le multi EA 4000.
2. Raccorder via l'écluse à gaz sur le côté droit du multi EA 4000 un dispositif d'aspiration afin de collecter et d'évacuer les gaz de pyrolyse qui s'échappent.
3. Effectuer tous les autres préparatifs de l'analyseur comme décrit dans le paragraphe « Préparations du multi EA 4000 et du module C/S » page 55 :
 - Monter le tube en céramique avec l'écluse à gaz dans le four de combustion.
 - Garantir que la laine de cuivre et la laine de laiton ne sont pas décolorées dans le piège à halogènes.
 - Installer le passeur d'échantillons.

7.3.2 Exécution de la détermination du carbone après pyrolyse

1. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000, le module C/S et le cas échéant, le FPG 48 avec l'interrupteur principal.

✓ **Les lampes de statut sur l'avant des appareils sont allumées.**

Remarque : si le module CI est présent, ne pas l'activer. Le module pour solides TIC automatique ne doit pas être mis en marche.

2. Démarrer le programme multiWin.
3. Commuter entre les différents modules de l'analyseur, activer d'abord les capteurs :
 - Sélectionner la rubrique DEVICE / DEVICE - EDIT.
 - Activer les ELEMENTS à analyser.
 - Lorsque le carbone/soufre comme le chlore est activé, cliquer dans la liste COMBUSTIONTUBE sur CERAMICTUBE CS.

- Activer l'option SOLID comme STATES.
4. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
 5. Chargez une méthode (rubrique METHOD / METHOD - ACTIVATE) ou créez une nouvelle méthode (rubrique METHOD / METHOD- NEW).
 - Sélectionner le paramètre « EC/TC » pour la détermination du carbone après pyrolyse.
 - Paramètres recommandés pour le paramétrage de la méthode (onglet PROCESS):

FURNACE TEMPERATURE	850 °C
EC PURGE TIME	300 s


6. À l'issue de la durée de rodage, régler les flux de gaz suivants :


pump	O₂
à régler de sorte que dans la fenêtre STATUS ANALYZER, la valeur NOMINAL = 100 ± 5 s'affiche Cela correspond à env. 1,7 l/min	2,3 – 2,5 l/min

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



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

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

- Ajouter au tableau des échantillons le nombre souhaité d'échantillons avec . Pour chaque échantillon, deux nacelles doivent être prévues ; elles doivent être traitées successivement dans la séquence.
- Entrer les données suivantes :

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

- Remplir le passeur d'échantillons. Utiliser les boutons  et  pour déplacer le rack d'échantillons sur la position souhaitée.

- Cliquer sur  dans la ligne de la séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de la séquence peuvent être activées en cliquant sur le bouton .

✓ **Les lignes de la séquence activées pour la séquence passent sur fond vert.**

11. Cliquer sur [START MEASUREMENT].

Remarque : pour les mesures avec une avance manuelle d'échantillons, une fenêtre d'entrée supplémentaire s'affiche avant chaque démarrage de mesure pour entrer la pesée.

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

- La teneur en carbone élémentaire (EC) est déterminée dans l'échantillon dans la **nacelle 1**. Avant la mesure de la **nacelle 1**, la coupure de la pompe d'aspiration et la commutation de l'oxygène sur l'argon s'effectuent automatiquement. Régler le flux d'argon sur le rotamètre **Ar/O₂** sur 2,3 – 2,5 l/min. Ce réglage de flux est conservé pour les mesures de pyrolyse suivantes.
- L'échantillon dans la **nacelle 1** est pyrolysé à l'issue du temps d'attente (rinçage du tube de combustion à l'argon) d'abord dans le flux d'argon. Les parties volatiles avec la température présélectionnée des composés carbonés contenus s'échappent alors. Dans le cas idéal et / ou après un prétraitement correspondant, le carbone élémentaire (EC) reste sur la nacelle.
- Après la pyrolyse la mise en marche de la pompe d'aspiration et la commutation de l'argon sur l'oxygène s'effectuent automatiquement. La part du carbone résiduel (EC) dans l'échantillon déjà pyrolysé est déterminée par combustion dans le flux d'oxygène.
- L'échantillon dans la **nacelle 2** est converti en flux d'oxygène pour déterminer la teneur totale en carbone (TC).
- À partir de la différence des deux valeurs de mesure obtenues (TC et EC), il est possible d'en déduire la quantité de carbone biodégradable ou actif.



IMPORTANT

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

7.4 Détermination CI

7.4.1 Préparatifs du multi EA 4000 pour les mesures CI




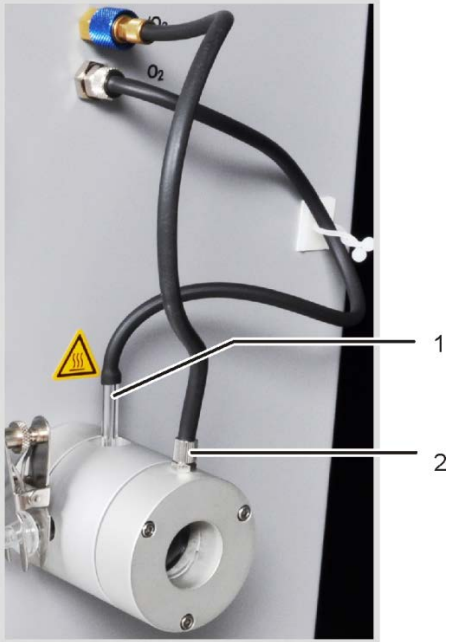
ATTENTION ! RISQUE D'ELECTROCUTION !

Le four de combustion comporte des tensions électriques potentiellement mortelles ! Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Pour cette raison, n'allumez l'analyseur qu'avec le tube de combustion inséré ! Pour les travaux de transformation ou de maintenance sur le tube de combustion ou le four de combustion, désactivez toujours l'analyseur avec l'interrupteur secteur et débranchez le multi EA 4000 du secteur.

Insertion du tube de quartz dans le four de combustion

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Remplir le tube de quartz sur env. 2,5 cm d'ouate de quartz et glisser le bouchon d'ouate à l'extrémité du tube.
	<ol style="list-style-type: none"> 2. Placer la bague d'étanchéité dans la bague de pression de l'écluse à gaz.
	<ol style="list-style-type: none"> 3. Glisser le tube de quartz dans la bague de pression de sorte que les sorties de gaz passent dans les fentes de la bague.
	<ol style="list-style-type: none"> 4. Fixer la pièce opposée de l'écluse à gaz avec les trois vis à six pans creux correspondants. Serrer les vis sur tout le pourtour de manière uniforme. Remarque : en serrant les vis, veiller à ce que le tube de quartz soit centré dans l'écluse à gaz.

	<p>✓ L'écluse à gaz est montée correctement lorsque la largeur de la fente entre la bague de pression et la pièce opposée est uniformément de 1 mm env.</p>
 <p>1 Raccord de l'oxygène 2 Raccord de l'argon</p>	<p>5. Insérer le tube de quartz dans le four de combustion jusqu'à la butée dans le raccord de la paroi de l'analyseur.</p> <p>6. <i>Sans utilisation du détecteur de flamme</i> : insérer le tuyau pour l'amenée d'oxygène sur le manchon en verre du tube de combustion (1).</p> <p>7. Raccorder le tuyau pour l'amenée d'argon sur l'écluse à gaz (2).</p> <p>✓ Le tube de combustion est inséré dans le multi EA 4000.</p> <p>Attention : les tuyaux ne doivent pas être pliés ni tournés !</p>

Branchement du détecteur de flamme (en option)

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Raccorder le tuyau pour l'amenée d'oxygène (2) sur la tête du détecteur (1). 2. Glisser successivement dans l'ordre l'obturateur noir (5), la douille en laiton et les deux bagues d'étanchéité sur le manchon de gaz du tube de combustion conformément à l'illustration.
<ol style="list-style-type: none"> 1 Tête du détecteur 2 Raccord de gaz oxygène 3 Bagues d'étanchéité 4 Douille en laiton avec raccord fileté 5 Obturateur 	<ol style="list-style-type: none"> 3. Placer la tête du détecteur sur le manchon en verre et la fixer avec la douille en laiton. Les bagues d'étanchéité sont alors enfoncées dans la tête du détecteur et rendent le détecteur de flamme étanche. 4. Brancher le raccord du détecteur de flamme entre la liaison multi EA 4000 et module C/ (ou module CI) sur le raccord « valve » du multi EA 4000.

Raccordement du réservoir d'acide sulfurique







ATTENTION

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

Pour changer l'acide sulfurique, porter des vêtements de protection adéquats ! Respecter toutes les spécifications de la fiche de données de sécurité CE ! Verser l'acide sulfurique très prudemment !

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

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Glisser le tuyau de gaz de mesure (incolore) et le tuyau de dérivation (noir) à travers le canal dans le multi EA 4000. Tirer le cas échéant les tuyaux avec une pince hors de l'autre extrémité du canal. Introduire les tuyaux à travers l'ouverture sur le côté droit du module CI. 																
 <table data-bbox="316 1301 858 1576"> <tr> <td>1</td> <td>Tuyau du gaz de mesure</td> <td>5</td> <td>Raccord à rodage sphérique</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>Olive en verre</td> <td>6</td> <td>Réservoir d'acide sulfurique</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>Vis moletée</td> <td>7</td> <td>Bac PTFE</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>Pince à fourches</td> <td>8</td> <td>Pinces pour réservoir de sécurité</td> </tr> </table>	1	Tuyau du gaz de mesure	5	Raccord à rodage sphérique	2	Olive en verre	6	Réservoir d'acide sulfurique	3	Vis moletée	7	Bac PTFE	4	Pince à fourches	8	Pinces pour réservoir de sécurité	<ol style="list-style-type: none"> 2. Remplir le réservoir d'acide sulfurique avec 12 – 15 ml d'acide sulfurique. 3. Tenir le réservoir d'acide sulfurique rempli au-dessus du bac PTFE (7) à côté de l'entrée du tube de combustion sur l'appareil de base. 4. Assembler la sortie de gaz du tube de combustion et l'entrée du réservoir d'acide sulfurique avec le raccord à rodage sphérique (5). 5. Fixer le raccord à rodage sphérique avec la pince à fourches (4) et serrer à la main la vis moletée (3). 6. Fermer le réservoir d'acide sulfurique avec l'olive en verre à l'aide du raccord de tuyau. 7. Pousser le tuyau du gaz de mesure (transparent) sur le raccord de l'olive en verre.
1	Tuyau du gaz de mesure	5	Raccord à rodage sphérique														
2	Olive en verre	6	Réservoir d'acide sulfurique														
3	Vis moletée	7	Bac PTFE														
4	Pince à fourches	8	Pinces pour réservoir de sécurité														

 <p>9 Tuyau de dérivation 11 Tuyau de raccorde- ment</p> <p>10 Sortie de dérivation 12 Réservoir de sécurité</p>	<p><i>Uniquement les réservoirs d'acide sulfurique avec sortie de dérivation</i></p> <ol style="list-style-type: none"> Relier la sortie de dérivation du réservoir d'acide sulfurique au raccord latéral du réservoir de sécurité. Appuyer le réservoir de sécurité dans la fixation. Raccorder le tuyau de dérivation noir (9) en haut sur le réservoir de sécurité (12). <p><i>Remarque</i> : pour les réservoirs d'acide sulfurique sans sortie de dérivation, le tuyau de connexion n'est pas accroché.</p>
	<p><i>Uniquement les réservoirs d'acide sulfurique avec sortie de dérivation</i></p> <ol style="list-style-type: none"> Raccorder le tuyau de dérivation sur la branche de l'entrée de gaz remplie de laine de cuivre du piège à halogènes.

7.4.2 Réalisation de la solution d'électrolyte



ATTENTION

L'acide acétique à 99 % et l'acide nitrique utilisés pour fabriquer la solution électrolytique ainsi que le thymol peuvent causer de graves blessures !

Porter les vêtements de protection adéquats lors de la fabrication de la solution électrolyte !

Respecter toutes les spécifications des fiches de données de sécurité CE !

Réactifs nécessaires :

200 ml Acide acétique c = 99 %

4 ml	Acide nitrique conc.
4 g	Gélatine
1,0 g	Thymol
0,3 g	Bleu thymol
500 ml	Méthanol

Réaliser la solution électrolytique comme suit :

1. Solution A :

Verser 500 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1000 ml, ajouter 4 ml HNO_3 (conc.), ajouter avec précaution 200 ml d'acide acétique et remplir d'eau jusqu'à la marque.

2. Solution B1 :

Mélanger 4 g de gélatine dans un bécher avec 400 ml d'eau, laisser gonfler 3 heures puis dissoudre en réchauffant à (35 – 45) °C.

3. Solution B2 :

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

4. Solution B :

Ajouter lentement et en mélangeant la solution B1 après refroidissement à (18 – 22) °C dans la solution B2, filtrer, transvaser dans une fiole jaugée de 1000 ml et remplir d'eau jusqu'à la marque.

5. Solution C – électrolyte prête à l'emploi :

Pipeter 8 ml de la solution B dans un cylindre de mesure de 100 ml et remplir avec la solution A jusqu'à 100 ml ou
pipeter 40 ml de la solution B dans un cylindre de mesure de 500 ml et remplir avec la solution A jusqu'à 500 ml.

Stockage et durée de conservation des solutions électrolytiques

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

7.4.3 Mise à disposition de la cellule de mesure



ATTENTION

Un dessèchement de l'électrolyte sur l'électrode bi-fonctionnelle peut entraîner un endommagement de l'électrode. En cas de pause courte de fonctionnement, par exemple d'un jour au lendemain, conserver l'électrode dans la solution d'électrolyte.



IMPORTANT

Avant la première utilisation, laisser l'électrode 1 à 2 h dans la solution électrolytique. C'est la durée requise pour obtenir des valeurs reproductibles.

La cellule de mesure remplie et l'électrode doivent être raccordées sur l'appareil, **avant** de mettre en marche le module Cl.

1. Remplir l'électrolyte dans le corps de base de la cellule de mesure (pour la réalisation de l'électrolyte, voir paragraphe « Réalisation de la solution d'électrolyte » page 67) :
 - Cellule « sensitive » : env. 20 ml
 - Cellule « high concentration » : env. 120 ml.
2. Placer un agitateur magnétique sur le fond de la cellule de mesure.
3. Fixer le couvercle de la cellule de mesure avec les 3 vis moletées.
4. Placer la cellule de mesure dans le support du module Cl.



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

5. Enficher l'électrode bi-fonctionnelle et l'olive du tuyau avec le tuyau d'aspiration dans les orifices prévues pour cela du couvercle de la cellule de mesure.
6. Brancher l'électrode bi-fonctionnelle et la cellule de mesure sur les raccords de la paroi arrière du module Cl.
7. Pousser le tuyau du gaz de mesure (incolore) de **1 cm** env. sur l'extrémité de l'électrode bi-fonctionnelle.

8. Mettre en marche le multi EA 4000 et ses composants (voir paragraphe « Exécution de la mesure Cl » page 70).
9. Réaliser une routine du point final (voir paragraphe « Routine du point final » page 70).
 - ✓ **Lorsque la routine du point final est terminée, le système est prêt pour la mesure.**
10. Contrôler éventuellement la cellule avec une méthode directe.

7.4.4 Routine du point final

Une routine du point final est nécessaire après changement d'électrolyte.

Le point de travail de la cellule de mesure coulométrique se situe dans la plage 1500 – 5000 Counts.

1. Démarrer la routine du point final manuellement via la rubrique SYSTEM / ENDPOINT ROUTINE.
2. Retirer l'olive avec le tuyau d'aspiration hors du couvercle de la cellule de mesure. Doser après y avoir été invité la solution HCl directement dans la cellule de mesure :
 - Cellule « sensitive » 100 µl d'une solution HCl 0,01N
 - Cellule « high concentration » 100 µl d'une solution HCl 0,1N
3. Démarrer immédiatement après le dosage la routine du point final en cliquant sur [OK].

Pendant le processus, le statut END POINT ROUTINE apparaît dans la fenêtre STATUS ANALYZER. Le statut STAND-BY TITRATION et la valeur indicatrice actuelle s'affichent après la routine du point final dans la fenêtre STATUS ANALYZER.

 - ✓ **Le système est prêt pour la mesure.**

Le point de travail déterminé de l'électrode bi-fonctionnelle est affiché dans la rubrique SYSTEM / COMPONENT TEST de l'onglet CL-AMP.



IMPORTANT

Afin de protéger l'électrode bi-fonctionnelle d'une usure inutile, respecter les points suivants :

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

7.4.5 Exécution de la mesure Cl

1. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000, le module Cl, le module C/S (uniquement sur le multi EA 4000 C/S Cl) et le cas échéant, le FPG 48 avec l'interrupteur principal.
 - ✓ **Les lampes de statut sur l'avant des appareils sont allumées.**
2. Démarrer le programme multiWin.
3. Commuter entre les différents modules de l'analyseur, activer d'abord les capteurs :

- Sélectionner la rubrique DEVICE / DEVICE EDIT.
 - Activer le chlore comme élément à analyser ELEMENT.
 - Lorsque le carbone/soufre comme le chlore est activé, cliquer dans la liste COMBUSTION TUBE sur QUARZ TUBE (CL).
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
4. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
 5. Chargez une méthode (rubrique METHOD / METHOD - ACTIVATE) ou créez une nouvelle méthode (rubrique METHOD / METHOD- NEW).

Les paramètres suivants peuvent être sélectionnés pour les mesures Cl :

- Cl_AMP (détermination de la teneur en chlore dans les solides)
- Cl_direct_AMP (vérification de la cellule de mesure en pipétant une solution étalon liquide directement dans la cellule de mesure)

6. Régler les flux de gaz :

Mesures Cl sans dissociation de gaz

- Dans cette méthode, il convient de choisir sur l'onglet PROCESS l'option SPLIT 100 % pour le mode sans dissociation.
- Les flux de gaz suivants doivent être réglés pour cela :

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

- Les points suivants doivent être pris en compte lors du réglage des flux de gaz :

Le flux d'aspiration doit être d'env. 200 ml/min supérieur au flux d'oxygène.

Afin de garantir l'efficacité de l'écluse à gaz, la somme des débits d'argon et d'oxygène doit être au minimum 200 ml/min supérieure au flux d'aspiration.

Lorsqu'il y est invité, l'utilisateur doit réduire manuellement le flux d'aspiration sur le débitmètre « pump » de l'appareil de base.



ATTENTION

Il est absolument nécessaire de réduire le flux d'aspiration en fonctionnement sans dissociation ! Dans le cas contraire, de l'acide sulfurique ou la solution électrolytique peut être aspiré dans la tuyauterie et les composants suivants, ce qui peut provoquer des dommages.

Mesures Cl avec dissociation de gaz

- Régler dans les paramètres de la méthode un des rapports de dissociation suivants dans l'onglet PROCESS :

Gaz de mesure (%)	Rapport de dissociation
10 %	1 : 10
20 %	1 : 5

- Les flux de gaz suivants doivent être réglés pour travailler avec une dissociation du gaz de mesure :

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


- Reprendre le facteur de dissociation tout d'abord d'une méthode existante puis le déterminer de nouveau.
7. Peser les échantillons sur les nacelles en quartz.


Remarque :





les échantillons tels que de l'huile usée doivent être versés lors de la pesée dans la nacelle en verre de quartz sur du sable silicieux calciné puis être recouverts d'une quantité suffisante de sable silicieux.

Les pesées d'huile usée ne doivent pas dépasser 50 mg.

8. Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].
9. Créer ou sélectionner un groupe d'analyse, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
10. Créer une séquence d'analyse.

- Ajouter au tableau des échantillons le nombre souhaité d'échantillons avec .
- Entrer les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLE POSITION	Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons Les numéros de position dans le rack d'échantillons sont croisés. Ils ne doivent pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR, AQA MEASUREMENT ou BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les solutions étalons AQA
Opérandes	Entrée de la pesée

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

✓ **Les lignes de la séquence activées pour la séquence passent sur fond vert.**

11. Cliquer sur [START MEASUREMENT].

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

Utilisation du passeur d'échantillons FPG 48

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

Utilisation de l'avance manuelle des échantillons



ATTENTION

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

- Démarrer la mesure avant de pousser la nacelle dans le four.
- Pousser la nacelle juste derrière l'écluse à gaz dans le tube de combustion de sorte que le milieu de la nacelle se trouve à hauteur de la tôle avant, laisser la nacelle se réchauffer à cœur.
- Pousser ensuite la nacelle avec précaution dans la zone chaude du four de combustion. Observer en permanence l'extrémité du tube d'amenée d'oxygène. Dès que la combustion des gaz de pyrolyse entraîne la formation de phénomènes lumineux, maintenir la nacelle sur sa position actuelle. Lorsque la lumière s'éteint, continuer d'avancer lentement la nacelle. En cas de nouvelle formation de phénomènes lumineux, la maintenir à nouveau sur sa position, procéder ainsi jusqu'à ce que la nacelle se trouve complètement dans le four (la position est spécifiée par la butée de l'outil d'amenée). Dans cette position, les produits de pyrolyse volatils sont calcinés à 1000 – 1100 °C.
- Après passage de la nacelle dans la zone chaude, confirmer par [OK] le message à l'écran.



IMPORTANT

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

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

7.4.6 Contrôle du rapport de dissociation

Le rapport de dissociation réglé doit être vérifié avant une série de mesure à l'aide d'une solution étalon et l'écart possible doit être corrigé.

Les concentrations suivantes de la solution étalon sont recommandées :

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

1. Amener 50 µl de la solution étalon sur la natte en céramique dans une nacelle dans le four chaud.
2. Réaliser la détermination selon la méthode suivante :
 - Renouveler la mesure de l'étalon standard mentionné 3x et déterminer la valeur moyenne.
 - Calculer le facteur de dissociation F :

$$F = \frac{a_{\text{sol}}}{a_{\text{ist}}}$$

a_{sol} ... teneur Cl absolue attendue en µg



... teneur CI absolu moyenne à partir des 3 mesures de la solution étalon

- Entrer le facteur calculé dans la méthode dans l'onglet CALIBRATION DAILY FACTOR et reprendre la valeur par [ACCEPT] pour les mesures suivantes.



IMPORTANT

Pour la détermination d'un nouveau facteur de dissociation, il convient de définir dans la méthode dans l'onglet CALIBRATION le DAILY FACTOR sur la valeur 1.

7.4.7 Flambage de la nacelle en quartz

Les nacelles en quartz doivent être flambées

- Avant la première utilisation
- Après le nettoyage de forts encrassements.

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

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

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



ATTENTION ! RISQUE D'ELECTROCUTION !

Le four de combustion comporte des tensions électriques potentiellement mortelles ! Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Pour cette raison, n'allumez l'analyseur qu'avec le tube de combustion inséré ! Pour les travaux de transformation ou de maintenance sur le tube de combustion ou le four de combustion, désactivez toujours l'analyseur avec l'interrupteur secteur et débranchez le multi EA 4000 du secteur.

1. Placer le module pour solides TIC automatique à droite à côté de l'appareil de base. Pousser le module pour solides TIC contre la paroi de l'appareil de base jusqu'à ce que les entretoises touchent la paroi de l'appareil.
2. Raccorder les connexions électriques et vérifier les raccords de tuyaux (voir paragraphe « Installation du module pour solides TIC automatique » page 137).

Montage du tube en céramique et du réacteur TIC sur le tube en céramique et insertion dans le four de combustion



1	Tube en céramique	4	Bague de pression
2	Raccord	5	Réacteur TIC
3	Bagues d'étanchéité		

Illust. 31 Pièces de connexion entre le réacteur TIC et le tube en céramique

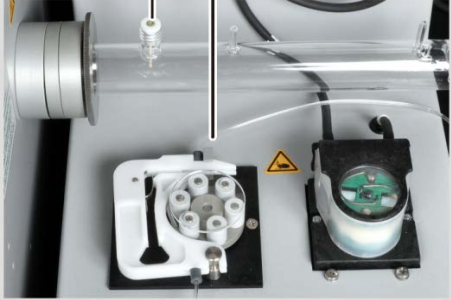
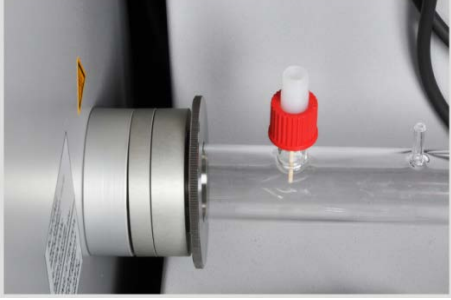






Monter d'abord le raccord avec le joint à l'intérieur sur le tube en céramique :

1. Pousser la bague de raccord et une bague d'étanchéité sur le tube en céramique.

	<p>2. Placer la 2e bague et la fixer avec les 3 vis à six pans creux fournies. Serrer les vis sur tout le pourtour.</p> <p>Attention : la largeur de la fente entre les deux bagues doit être uniformément de 1 mm env.</p>
	<p>3. Placer deux bagues d'étanchéité dans le raccord.</p>
	<p>4. Visser d'un demi-tour la bague moletée.</p>
	<p>5. Pousser le réacteur dans le raccord jusqu'à ce qu'il touche le tube en céramique. Fixer le réacteur TIC en vissant avec précaution la bague moletée.</p> <p>Attention : le réacteur doit être centré dans le support.</p>
	<p>6. Introduire le tube en céramique dans l'ouverture du four de combustion et l'appuyer dans le joint arrière. Les raccords du réacteur doivent être tournés vers le haut.</p>

Raccordement du réacteur et du passeur d'échantillons FPG 48

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Placer la canule en céramique (1) sur le port avec le raccord fileté. 2. Tendre le tuyau de la pompe dans la cassette de la pompe tubulaire (2). L'extrémité du tuyau avec le raccord sur le réacteur doit être tournée vers le réacteur.
	<ol style="list-style-type: none"> 3. Fixer la canule en céramique avec le bouchon fileté rouge.
	<ol style="list-style-type: none"> 4. Vérifier que le cône d'étanchéité, les joints et le bouchon fileté sont montés sur le tuyau de la pompe.
	<ol style="list-style-type: none"> 5. Visser le tuyau de la pompe sur le bouchon fileté rouge.
	<ol style="list-style-type: none"> 6. Relier la sortie du gaz de mesure (2) à l'extrémité supérieure du serpentin de réfrigération au dos du module pour solides TIC. 7. Pousser sur le manchon du réacteur pour le gaz porteur (3) le tuyau pour l'amenée d'oxygène (3 dans Illust. 7 page 26). <p>Attention : toujours tenir le réacteur d'une main pendant que vous branchez les tuyaux. En cas de pression unilatérale trop forte sur le cylindre en verre, le réacteur TIC peut se rompre.</p>

	8. Placer la coupelle de réactif avec le flacon d'acide dans un bac collecteur devant la pompe à acides.
	9. Pousser la bague PTFE blanche sur l'extrémité du réacteur TIC. 10. Placer le passeur d'échantillons modifié FPG 48 (voir paragraphe «Raccordement et utilisation du passeur d'échantillons» page 143) sur le module pour solides. Le réacteur TIC avec la bague PTF se trouve sur le bord du passeur d'échantillons. Positionner le passeur d'échantillons de sorte que la nacelle en céramique puisse être poussée tout droit dans le réacteur et ensuite dans le four pour les mesures TOC. Il doit rester une fente de 2 – 4 mm entre le réacteur TIC et le passeur d'échantillons afin d'éviter des contraintes du tube en céramique en raison de la dilatation thermique.
11. Placer à droite à côté du FPG 48 sous le rail d'éjection un récipient pour les nacelles en céramique utilisées.	

7.5.2 Réactifs nécessaires

Pour la détermination TIC, les réactifs suivants sont nécessaires :

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

7.5.3 Exécution de la détermination TIC avec le module pour solides TIC automatique

1. Mettre de l'acide orthophosphorique dans le flacon d'acide du module pour solides TIC.
2. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000, le module C/S, le module pour solides TIC automatique et le FPG 48 avec l'interrupteur principal.
 ✓ **Les lampes de statut sur l'avant des appareils sont allumées.**
Remarque : si le module CI est présent, ne pas l'activer.
3. Démarrer le programme multiWin.
4. Commuter entre les différents modules de l'analyseur, activer d'abord les capteurs :
 - Sélectionner la rubrique DEVICE / DEVICE - EDIT.
 - Activer « C » dans la liste ELEMENTS.
 - Cliquer dans la liste COMBUSTION TUBE sur CERAMIC TUBE (CS).
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
 - Activer l'option EJECTION RAIL.

5. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
6. Chargez une méthode (rubrique METHOD / METHOD - ACTIVATE) ou créez une nouvelle méthode (rubrique METHOD / METHOD NEW).

Choisir le paramètre TIC (détermination uniquement de la teneur du TIC).

7. À l'issue de la durée de rodage, régler les flux de gaz suivants :

pump	O ₂	Ar/O ₂ *
Env. 1,7 l/min	1 l/min	1,5 l/min
Cela correspond à NOMINAL = 100 ± 5 dans la fenêtre STATUS		


***Attention :**


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





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

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

8. Peser l'échantillon sur une nacelle en céramique.
9. Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].
10. Créer ou sélectionner un groupe d'analyse, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
11. Créer une séquence d'analyse.

- Ajouter au tableau des échantillons le nombre souhaité d'échantillons avec .
- Entrer les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLE POSITION	Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons Les numéros de position dans le rack d'échantillons sont croissants. Ils ne doivent pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR, CALIBRATION, MEASUREMENT, AQA ou BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les étalons d'étalonnage ou solution étalon AQA
Opérandes	Entrée de la pesée

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

12. Cliquer sur [START MEASUREMENT].

Remarque : pour les mesures avec une avance manuelle d'échantillons, une fenêtre d'entrée supplémentaire s'affiche avant chaque démarrage de mesure pour entrer la pesée.

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

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

7.5.4 Exécution de la détermination TOC selon la méthode différentielle avec le module pour solides TIC automatique (méthode recommandée)

1. Mettre de l'acide orthophosphorique à 40 % dans le flacon d'acide du module pour solides TIC.
2. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000, le module C/S, le module pour solides TIC automatique et le FPG 48 avec l'interrupteur principal.

✓ **Les lampes de statut sur l'avant des appareils sont allumées.**

Remarque : si le module CI est présent, ne pas l'activer.

3. Démarrer le programme multiWin.
4. Commuter entre les différents modules de l'analyseur, activer d'abord les capteurs :
 - Sélectionner la rubrique DEVICE / DEVICE - EDIT.
 - Activer « C » dans la liste ELEMENTS.
 - Cliquer dans la liste COMBUSTION TUBE sur CERAMIC TUBE (CS).
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
 - Activer l'option EJECTION RAIL.
5. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
6. Chargez une méthode (rubrique METHOD / METHOD - ACTIVATE) ou créez une nouvelle méthode (rubrique METHOD / METHOD- NEW).
Choisir le paramètre TOC.
7. À l'issue de la durée de rodage, régler les flux de gaz suivants :

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

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


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


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





Attention :

la pesée sur la nacelle 1 pour la détermination TIC doit être au maximum de 50 mg. Couvrir l'échantillon avec un peu de sable silicieux calciné. Le sable silicieux améliore l'humidification de l'échantillon avec l'acide.

9. Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].
10. Créer ou sélectionner un groupe d'analyse, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
11. Créer une séquence d'analyse.

- Ajouter au tableau des échantillons le nombre souhaité d'échantillons avec .
- Entrer les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLE POSITION	Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons Les numéros de position dans le rack d'échantillons sont croissants. Ils ne doivent pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR, CALIBRATION, MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT ou BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les étalons d'étalonnage ou solution étalon AQA
OPERANDES	Entrée de la pesée

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

12. Cliquer sur [START MEASUREMENT].

Remarque :

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

- ✓ **L'analyseur commence à traiter la séquence d'analyse. La fenêtre MEASUREMENT – ANALYSIS s'ouvre.**
- Le réceptacle prend la nacelle sur le rack d'échantillons et le dépose sur le crochet en céramique.
- Le crochet en céramique pousse la nacelle dans le réacteur TIC. Dès que la nacelle a atteint la position sous la canule en céramique, l'ajout d'acide commence automatiquement. Pendant la lente avance de la nacelle, tout l'échantillon est mélangé à de l'acide.

- Le gaz de mesure avec le TIC expulsé est envoyé dans le détecteur dans le module C/S en passant à travers le séchage et le nettoyage du gaz de mesure du module pour solides TIC automatique.
- La nacelle 1 est retirée du réacteur TIC et déposé sur le rail d'éjection.
- Le passeur d'échantillons réceptionne la nacelle 2 avec le même échantillon du rack d'échantillons et le pousse directement dans la zone chaude du four. La combustion dans le flux d'oxygène a lieu ici. La teneur totale en carbone (TC) est déterminée de cette manière.
- Puis la différence des deux valeurs de mesure (TC-TIC) est formée et est éditée dans le programme sous forme de résultat TOC.



IMPORTANT

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

7.5.5 Mesure TOC avec détermination directe



ATTENTION

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

Effectuer une mesure comme suit :


1. Mettre de l'acide chlorhydrique à 10 % dans le flacon d'acide.
2. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000, le module C/S, le module pour solides TIC automatique et le FPG 48 avec l'interrupteur principal.
✓ Les lampes de statut sur l'avant des appareils sont allumées.
Remarque : si le module CI est présent, ne pas l'activer.
3. Démarrer le programme multiWin.
4. Commuter entre les différents modules de l'analyseur, activer d'abord les capteurs :
 - Sélectionner la rubrique DEVICE / DEVICE - EDIT.
 - Activer les ELEMENTS à analyser.
 - Lorsque le carbone/soufre comme le chlore est activé, cliquer dans la liste COMBUSTIONTUBE sur CERAMICTUBE (CS).
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
 - Activer l'option EJECTION RAIL.
5. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
6. Chargez une méthode (rubrique METHOD / METHOD - ACTIVATE) ou créez une nouvelle méthode (rubrique METHOD / METHOD NEW).
Choisir le paramètre IC/OC.
7. À l'issue de la durée de rodage, régler les flux de gaz suivants :


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





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

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

8. Peser l'échantillon sur une nacelle en céramique.
9. Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].
10. Créer ou sélectionner un groupe d'analyse, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
11. Créer une séquence d'analyse.

- Ajouter au tableau des échantillons le nombre souhaité d'échantillons avec .
- Entrer les données suivantes :

Colonne	Description
SAMPLE POSITION	Position de l'échantillon sur le rack d'échantillons Les numéros de position dans le rack d'échantillons sont croissants. Ils ne doivent pas être forcément consécutifs.
NAME	ID échantillon Un ID échantillon automatique peut être généré avec  .
ANALYSIS TYPE	Sélection du type d'analyse (SAMPLE, DAILY FACTOR, CALIBRATION, MEASUREMENT, AQA-MEASUREMENT ou BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentration théorique pour les étalons d'étalonnage ou solution étalon AQS
Opérandes	Entrée de la pesée

- Remplir le passeur d'échantillons. Utiliser les boutons  et  pour déplacer le rack d'échantillons sur la position souhaitée.
 - Cliquer sur  dans la ligne de la séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de la séquence peuvent être activées en cliquant sur le bouton .
 - ✓ **Les lignes de la séquence activées pour la séquence passent sur fond vert.**
12. Cliquer sur [START MEASUREMENT].

Remarque : pour les mesures avec une avance manuelle d'échantillons, une fenêtre d'entrée supplémentaire s'affiche avant chaque démarrage de mesure pour entrer la pesée.

- ✓ **L'analyseur commence à traiter la séquence d'analyse. La fenêtre MEASUREMENT – ANALYSIS s'ouvre.**
- Le réceptacle prend une nacelle sur le rack d'échantillons et le dépose sur le crochet en céramique.
- Le crochet en céramique pousse la nacelle dans le réacteur TIC. Dès que la nacelle a atteint la position sous la canule en céramique, l'ajout d'acide commence

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

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

7.6 Détermination TIC avec le module pour solides TIC manuel

7.6.1 Préparatifs du module pour solides TIC manuel et de l'analyseur

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

1. Interrompre le raccord « pump » et « analyte » entre le multi EA 4000 et le module C/S. (Tous les autres raccords sont conservés).
2. Vérifier le câblage conformément au plan de la tuyauterie (voir Illust. 42 page 141 et Illust. 43 page 142).
3. Relier le module pour solides TIC manuel au module C/S :

Raccords du module C/S	Cible
« PC »	⇒ Port USB pour le raccordement à l'ordinateur
« scale »	⇒ Balance externe (en option)
Douille pour fiche secteur	⇒ Raccordement au réseau
Raccord « analyte »	⇒ Module TIC « analyte »
Autres raccords du module TIC	
« O ₂ »	⇒ Raccord de gaz oxygène avec raccord rapide Régler la pression d'admission d'oxygène sur 4– 6 bars.
Douille pour fiche secteur	⇒ Raccordement au réseau



ATTENTION

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

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

7.6.2 Exécution de la mesure TIC



IMPORTANT

Utiliser pour les analyses uniquement des flacons d'Erlenmeyer secs de 50 ml avec un ro-dage normé NS 29/32.

L'échantillon doit être broyé finement et être homogène.

Outre les consignes de sécurité prévues pour l'analyseur multi EA 4000 dans le paragraphe « Consignes de sécurité » page 11, les consignes suivantes s'appliquent spécifiquement pour le fonctionnement du module pour solides manuel :



AVERTISSEMENT POUR LA MANIPULATION AVEC DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE !

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

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

Porter des gants et des lunettes de protection quand vous manipulez de l'acide phosphorique concentré ! Si vous en recevez sur la peau, lavez les parties concernées immédiatement à grande eau.



PRUDENCE ! FONCTIONNEMENT DU MELANGEUR MAGNETIQUE !

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


1. Remplir le flacon d'acide avec de l'acide phosphorique à 40 – 50 % et le placer dans la garniture en plastique dans le boîtier supérieur.
2. Visser le distributeur sur le flacon. Raccorder le tuyau d'amenée de l'acide sur la valve et sur la tête TIC.
3. Mettre en marche l'appareil de base multi EA 4000, le module C/S et le module pour solides TIC automatique avec l'interrupteur principal.
 - ✓ **Les lampes de statut sur l'avant des appareils sont allumées.**
4. Allumer la plaque chauffante.


Réguler la température avec l'interrupteur rotatif gauche de la plaque chauffante. Un réglage de la température d'env. 80 °C est recommandé. Si la température est réglée sur une valeur trop élevée, trop d'eau est évaporée, et en cas de température trop faible, la réaction dure plus longtemps.
5. Démarrer le programme multiWin.
6. Commuter entre les différents modules de l'analyseur, activer d'abord les capteurs :
 - Sélectionner la rubrique DEVICE / DEVICE - EDIT.
 - Activer les ELEMENTS à analyser.
 - Cliquer dans la liste COMBUSTION TUBE sur l'option CERAMIC TUBE (CS).
 - Activer l'option SOLID comme STATES.
 - Activer l'option TIC MANUAL.
7. Initialiser le système en cliquant sur [INITIALIZE ANALYZER].
8. Chargez une méthode (rubrique METHOD / METHOD - ACTIVATE) ou créez une nouvelle méthode (rubrique METHOD / METHOD- NEW) avec le paramètre TIC (détermination uniquement de la teneur du TIC).



Remarque :
régler dans la méthode dans l'onglet PROCESS la température du four sur la valeur 0°C. Le four de combustion n'est ainsi pas surveillé et l'analyseur est activé pour la mesure.
9. Régler le flux d'oxygène sur la valve sur 16 l/h.
10. Peser l'échantillon finement broyé dans le flacon d'Erlenmeyer.

Remarque : L'échantillon ne doit pas rester coller sur la paroi du flacon lors du transfert. Uniquement le fond du flacon d'Erlenmeyer est recouvert d'acide. Les parties de l'échantillon adhérant sur les parois sont perdues pour l'analyse.

11. Placer avec précaution l'agitateur magnétique avec précaution dans le flacon d'Erlenmeyer et placer le flacon au milieu de la plaque chauffante.
12. Placer la tête TIC sur le flacon. Tourner le flacon et la tête TIC et les comprimer l'un contre l'autre légèrement. Le joint rodé doit être étanche au gaz pour n'avoir aucune perte du gaz de mesure.
13. Démarrer la mesure en cliquant sur [START MEASUREMENT].
14. Créer ou sélectionner un groupe d'analyse, dans lequel les données de mesure sont enregistrées.
15. Créer une séquence d'analyse.

- Ajouter au tableau des échantillons le nombre souhaité d'échantillons avec .
- Entrer les données suivantes :

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

- Cliquer sur  dans la ligne de la séquence afin de l'activer pour l'analyse. Toutes les lignes de la séquence peuvent être activées en cliquant sur le bouton .

✓ **Les lignes de la séquence activées pour la séquence passent sur fond vert.**

16. Cliquer sur [START MEASUREMENT].
17. Entrer la pesée de l'échantillon en [mg].
18. Attendre le message de disponibilité de l'analyseur.
Avant le début de la mesure, l'analyseur doit être conditionné avec l'oxygène. Pour cela, l'air doit être comprimé hors du flacon et de la tuyauterie et seul de l'oxygène doit encore parvenir dans le détecteur. Selon la taille du flacon, cela peut durer jusqu'à 2 minutes.
19. Cliquer après l'affichage du message « PLEASE PRESS 'OK' TO START INTEGRATION AND THEN ADD ACID! » sur [OK].
Doser d'abord 2 ml d'acide phosphorique.
Régler lentement l'agitateur sur la puissance 5. L'échantillon ne doit pas être cogné sur la paroi du flacon. Éviter absolument un mouvement par à-coups ou trop rapide de l'agitateur.
Ajouter régulièrement 1 à 3 fois 2 ml d'acide (en fonction de la concentration et la quantité d'échantillon).



IMPORTANT

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

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

20. Couper l'aimant mélangeur à la fin de la mesure et ouvrir le flacon : dévisser la tête TIC en la tournant. Lever le bras porteur, le basculer vers l'arrière et le bloquer dans cette position.
21. Nettoyer et sécher le flacon.
22. Raccorder pendant les pauses de mesure un flacon d'Erlenmeyer sec sur la tête TIC. Le rinçage à l'oxygène (conditionnement) est obtenu en conséquence et la tuyauterie est libérée d'éventuels résidus d'humidité par le flux de gaz sec.
23. Maintenir la plaque chauffante à température constante. Couper le régulateur de température uniquement en cas de pauses de mesure plus longues.

8 Maintenance et entretien

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

8.1 Appareil de base multi EA 4000

Intervalles de maintenance

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

8.1.1 Nettoyage et entretien de l'appareil

- Essuyer les éclaboussures des produits chimiques (acides, solutions électrolytiques) immédiatement avec de la pâte de cellulose.
- Nettoyer l'appareil avec un chiffon humide.

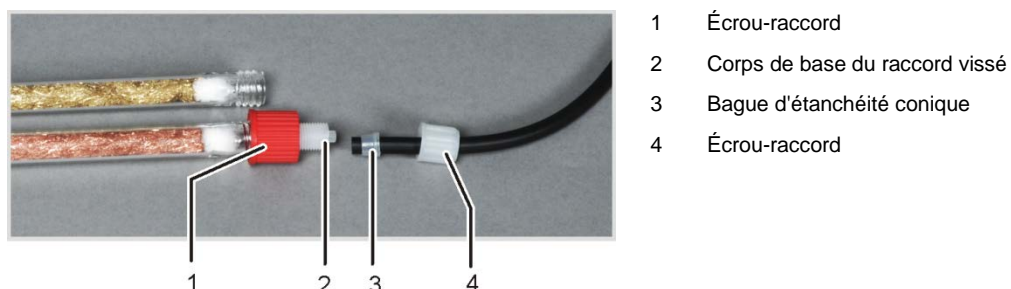


IMPORTANT

Ne pas mouiller les consignes de sécurité sur l'appareil avec des solvants. Remplacer les consignes de sécurité abîmées.

8.1.2 Contrôle des raccords de tuyaux

Pour le raccord des tuyaux sur les différents composants (piège à halogènes, tube de séchage, tube d'adsorption, etc.), des raccords Swagelock de différents matériaux et tailles sont principalement utilisés.



Illust. 32 Raccords de tuyaux sur le piège à halogènes

- Le côté conique du cône d'étanchéité est tourné vers l'extrémité du tuyau.
- Serrer les raccords uniquement à la main sans outil.
- Placer toujours les écrous-raccords de manière droite sur les filetages et ne les courber pas.
- Veiller à ce que les tuyaux flexibles ne puissent pas être tournés ni pliés.

8.2 Fonctionnement avec le module C/S

Intervalles de maintenance

Mesure de maintenance	Intervalle de maintenance
Vérifier si le tube en céramique est fissuré, endommagé visiblement, le remplacer	Tous les trois mois
Vérifier et nettoyer le piège à poussières	Chaque mois (en fonction de la combustion et de la matrice d'échantillon)
Changer l'agent desséchant dans le tube de séchage	En cas de besoin (noircissement ou agglutination en raison d'absorption d'humidité)
Remplacer le piège à halogènes	Si la moitié de la laine de cuivre ou la laine de laiton est décolorée

8.2.1 Contrôle et remplacement du tube en céramique



ATTENTION ! RISQUE D'ELECTROCUTION !

Le four de combustion comporte des tensions électriques potentiellement mortelles ! Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Pour cette raison, n'allumez l'analyseur qu'avec le tube de combustion inséré ! Pour les travaux de transformation ou de maintenance sur le tube de combustion ou le four de combustion, désactivez toujours l'analyseur avec l'interrupteur secteur et débranchez le multi EA 4000 du secteur.



ATTENTION

Il y a risque de brûlures sur le four de combustion ! Ne démonter le four de combustion qu'à froid ou après avoir laissé l'appareil refroidir suffisamment longtemps (toute la nuit si possible) !

Démontage du tube en céramique

1. Libérer sur le côté droit du multi EA 4000 de la place, au minimum 75 cm. Placer le FPG 48 ou l'avance manuelle sur le côté.
2. Débrancher le tuyau pour l'amenée d'oxygène de l'écluse à gaz.
3. Saisir l'écluse à gaz, retirer le tube de combustion du joint du piège à poussières derrière le four de combustion en le tournant un peu.
4. Lorsque le tube se détache, le retirer tout droit.
5. Dévisser les vis à six pans creux et démonter l'écluse à gaz. Enlever les bagues d'étanchéité du tube en céramique.
6. Retirer la ouate de quartz du tube en céramique.
7. Si le tube en céramique est cassé, ouvrir le piège à poussières au dos du four (voir paragraphe « Nettoyage du piège à poussières » page 91) et retirer le segment de tube.

Attention !

Les cartouches chauffantes du four ne doivent pas être endommagées lors du retrait des morceaux cassés !

Nettoyage du tube en céramique

1. Souffler les poussières avec de l'air comprimé hors du tube en céramique. Les dépôts peuvent être retirés à l'aide d'une brosse.
2. Rincer le tube en céramique avec de l'eau extra-pure et le laisser bien sécher.

Montage du tube en céramique

Monter le tube en céramique comme décrit dans le paragraphe « Montage du tube en céramique sur l'écluse à gaz et insertion dans le four de combustion » page 55.

8.2.2 Nettoyage du piège à poussières



ATTENTION ! RISQUE D'ELECTROCUTION !

Le four de combustion comporte des tensions électriques potentiellement mortelles ! Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Pour cette raison, n'allumez l'analyseur qu'avec le tube de combustion inséré ! Pour les travaux de transformation ou de maintenance sur le tube de combustion ou le four de combustion, désactivez toujours l'analyseur avec l'interrupteur secteur et débranchez le multi EA 4000 du secteur.



ATTENTION ! RISQUE D'ELECTROCUTION !

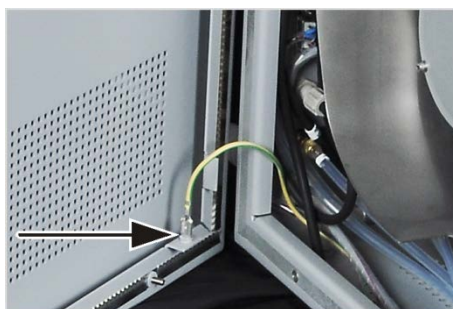
Avant d'ouvrir le boîtier de l'analyseur, couper l'analyseur et débrancher la fiche secteur de la prise de courant !



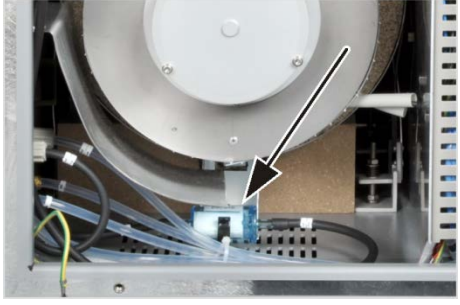
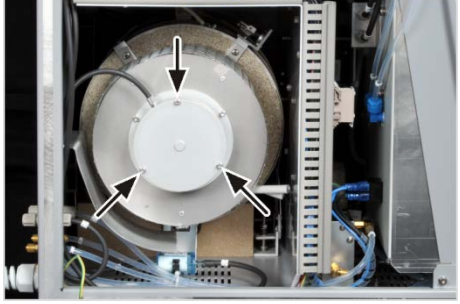
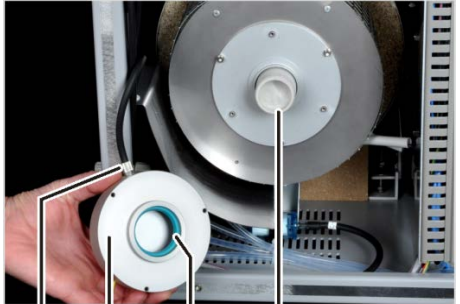
ATTENTION

Il y a risque de brûlures sur le four de combustion ! Ne démonter le piège à poussières qu'à froid ou après avoir laissé l'appareil refroidir suffisamment longtemps (toute la nuit si possible) !

Le filtre anti-poussière monté après le piège sert d'indicateur pour le nettoyage du piège à poussières. Contrôler chaque mois si le filtre anti-poussière est encrassé. Lorsque c'est le cas, le remplacer et nettoyer le piège à poussières.



1. Désactiver le multi EA 4000 avec le commutateur secteur sur la face arrière de l'appareil et retirer la fiche électrique de la prise secteur.
2. Ouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur. Dévisser les quatre vis de fixation ; les vis ne peuvent pas être perdues et restent dans la paroi. Défaire le raccordement du conducteur de protection et bien ranger la paroi latérale.

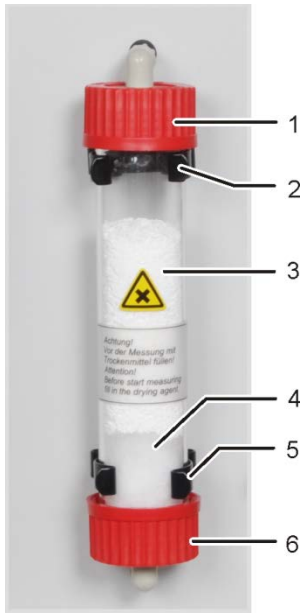
	<p>3. Contrôler le filtre anti-poussière. S'il est encrassé, le remplacer et nettoyer le piège à poussières comme décrit ci-dessous. Si le filtre anti-poussière est propre, une maintenance du piège à poussières n'est pas nécessaire.</p>
	<p>4. Dévisser les 3 vis à six pans creux, qui maintiennent le piège à poussières, et retirer ce dernier.</p>
 <p>1 Manchon de gaz 2 Piège à poussières 3 Bague d'étanchéité 4 Tube en céramique avec laine de quartz</p>	<p>5. Dévisser l'écrou-raccord sur le manchon de gaz et débrancher le tuyau. Nettoyer le manchon de gaz.</p> <p>6. Faire tomber les poussières présentes hors du piège à poussières en le tapotant ou retirer les poussières avec un pinceau.</p> <p>7. Contrôler la bague d'étanchéité et la remplacer si elle est endommagée. Respecter la position de montage de la bague d'étanchéité. Le côté fermé doit être tourné vers l'extérieur (vers l'utilisateur). Le côté ouvert tourne vers le piège à poussières.</p> <p>8. Remonter le piège à poussières et le visser de nouveau pour qu'il soit étanche au gaz.</p> <p>Attention : le tuyau du gaz de mesure doit être tourné à nouveau vers le haut et la gauche, voir illustration ci-dessus.</p>
<p>9. Brancher le conducteur de protection sur la paroi latérale et fixer cette dernière.</p> <p>10. Lorsque le tube en céramique s'est décalé sur le côté droit hors du raccord de l'écluse, le repousser à l'intérieur en le tournant légèrement (voir paragraphe « Montage du tube en céramique sur l'écluse à gaz et insertion dans le four de combustion » page 55).</p>	

8.2.3 Changement de l'agent desséchant dans le tube de séchage

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

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

L'agent desséchant doit être remplacé en cas d'absorption d'eau visible. Si de la suie ou d'autres particules décolorent l'agent desséchant, il doit être aussitôt remplacé.

 <p>1; 6 Fermetures à vis 2; 5 Pincettes de fixation 3 Agent desséchant (perchlorate de magnésium) 4 Laine de quartz</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Dévisser les fermetures à vis sur le tube en verre. Attention : les joints ne doivent être perdus et doivent être remontés de la même manière. 2. Retirer l'agent desséchant et la laine de quartz. 3. Rincer le tube en verre et le sécher. 4. Obturer l'extrémité du tube en verre avec de la laine de quartz sur 2 cm env. d'épaisseur. 5. Remplir le tube en verre de 50 – 60 g d'agent desséchant frais (perchlorate de magnésium). 6. Visser le tube en verre et le repousser dans la fixation. Ne pas plier les tuyaux.
--	---

8.2.4 Remplacement du piège à halogènes

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

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



ATTENTION

Domages aux composants optiques et électroniques (détecteurs, capteurs de débit) dus aux produits de combustion agressifs quand la laine de cuivre du piège à halogènes est usée !

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

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Retirer le tube en U de la fixation. 2. Dévisser l'écrou-raccord du tube en U et retirer ce dernier des attaches (3). 3. Retirer la laine de cuivre et la laine de laiton usagées du tube en U avec une pincette ou un petit crochet. 4. Vérifier que le tube en U n'est pas fissuré. <p><i>Remarque :</i> ne réutiliser le tube en U que s'il est totalement intact !</p> <ol style="list-style-type: none"> 5. Si nécessaire, rincer le tube en U avec de l'eau extra-pure et le laisser bien s'égoutter. 6. Remplacer le tube en U avec la nouvelle laine de cuivre et de laiton à l'aide d'une pincette ou d'un petit crochet. <p><i>Remarque :</i> remplacer tout le contenu du tube en U. Veiller lors du remplissage du piège à halogènes à ce que la laine de cuivre et de laiton ne soit pas trop tassée et qu'il n'y ait pas non plus d'espace vide important dans le tube en U.</p> <ol style="list-style-type: none"> 7. Recouvrir la laine de cuivre et de laiton avec du coton. 8. Faire prudemment rentrer le tube en U dans les attaches. 9. Fermer l'entrée du gaz sur le montant avec la laine de cuivre et la sortie du gaz sur le montant avec la laine de laiton.
--	---

- 1 Entrée de gaz
- 2 Sortie de gaz
- 3 Laine de cuivre
- 4 Laine de laiton
- 5 Attache

8.3 Fonctionnement avec le module CI

Intervalles de maintenance

Mesure de maintenance	Intervalle de maintenance
Enlever les éclaboussures des produits chimiques sur le boîtier	Immédiatement
Contrôler et si nécessaire remplacer le tube de combustion	Après 100 heures de fonctionnement env.
Nettoyer la cellule de mesure	Au minimum une fois par semaine, recommandation : l'essuyer lors du changement de l'électrolyte
Remplacer la solution électrolytique	En cas de besoin, au minimum 1x jour de mesure
Remplacement de l'acide sulfurique	En cas de diminution de l'acide sulfurique et passage en dessous de 70 %, donc, lorsque le volume d'acide augmente de 1/3
Remplacer le piège à halogènes	Si la moitié de la laine de cuivre ou la laine de laiton est décolorée
Remplacer l'adsorbant	Chaque semaine (toutes les 40 heures de fonctionnement)

Remplacer la laine de cuivre et de laiton dans le piège à halogènes de la même manière que pour le remplacement du piège à halogènes dans l'appareil de base multi EA 4000 (→ voir paragraphe « Remplacement du piège à halogènes » page 94).

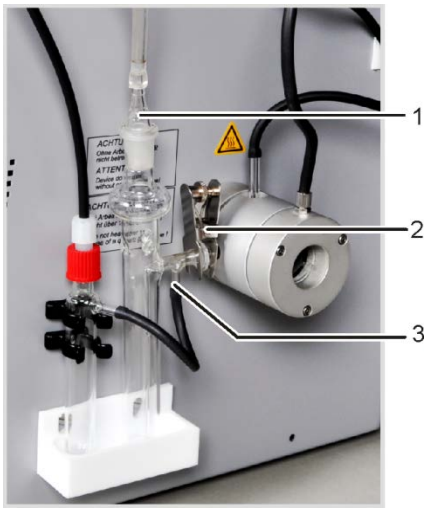
8.3.1 Remplacement de l'acide sulfurique / Nettoyage du réservoir d'acide sulfurique



ATTENTION

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

Porter des vêtements de protection adéquats pour travailler sur le réservoir d'acide sulfurique.

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Retirer l'olive en verre (1) du réservoir d'acide sulfurique. 2. En cas d'utilisation d'un réservoir avec sortie de dérivation : Débrancher le tuyau noir (3) de la dérivation du réservoir d'acide sulfurique. 3. Retirer la pince à fourches (2) et retirer la liaison à rosage sphérique. 4. Retirer le réservoir d'acide sulfurique avec précaution du bac collecteur. 5. Déverser avec précaution l'acide sulfurique. Respecter les prescriptions de manipulation d'acide sulfurique concentré.
<ol style="list-style-type: none"> 6. Rincer le réservoir d'acide sulfurique avec une faible quantité d'acide sulfurique frais. En cas d'encrassement important, le rincer plusieurs fois avec de l'eau distillée et le laisser sécher complètement. 7. Remplir le réservoir d'acide sulfurique avec env. 15 ml d'acide sulfurique concentré et le raccorder conformément au paragraphe « Raccordement du réservoir d'acide sulfurique » page 65. 	

8.3.2 Entretien / Remplacement du tube de combustion en verre de quartz



ATTENTION ! RISQUE D'ELECTROCUTION !

Le four de combustion comporte des tensions électriques potentiellement mortelles ! Le tube de combustion fait partie du couvercle des composants sous tension.

Pour cette raison, n'allumez l'analyseur qu'avec le tube de combustion inséré ! Pour les travaux de transformation ou de maintenance sur le tube de combustion ou le four de combustion, désactivez toujours l'analyseur avec l'interrupteur secteur et débranchez le multi EA 4000 du secteur.



ATTENTION

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

Porter des vêtements de protection adéquats pour travailler sur le réservoir d'acide sulfurique.



ATTENTION

Il y a risque de brûlures sur le four de combustion ! Ne démonter le tube de combustion qu'après avoir laissé l'appareil refroidir suffisamment longtemps !



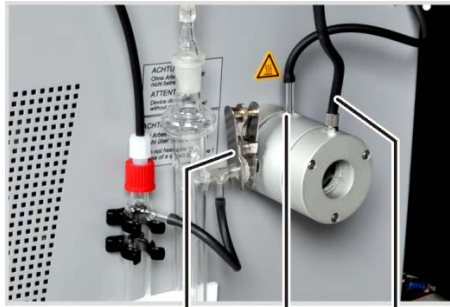
ATTENTION

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

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

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

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



- 1 Pince à fourches
- 2 Manchon pour l'amenée d'oxygène
- 3 Raccord de l'argon

2. Retirer l'olive en verre du réservoir d'acide sulfurique. En cas d'utilisation du réservoir de sécurité, débrancher le tuyau du réservoir de sécurité de la dérivation du réservoir d'acide.
3. Retirer la pince à fourches (1) et retirer la liaison à rodage sphérique entre la sortie de gaz du tube de quartz et le réservoir d'acide sulfurique.
4. Retirer avec précaution le réservoir d'acide sulfurique et le vider.
5. Débrancher le tuyau de gaz du manchon d'entrée de gaz du tube de quartz (2). En cas d'utilisation du détecteur de flamme, le dévisser (voir également le paragraphe « Branchement du détecteur de flamme (en option) » page 65).
6. Défaire l'écrou-raccord sur le raccord de l'argon de l'écluse à gaz (3) et débrancher le tuyau.
7. Saisir l'écluse à gaz et retirer le tube de quartz hors du four de combustion.



8. Dévisser les vis à six pans creux et démonter l'écluse à gaz.
9. Retirer avec un crochet la laine de quartz du tube.

10. Contrôler le tube de quartz à la recherche de cristallisation excessive, de fissures et d'éclatements.

Remarque :

ne réutiliser les tubes que s'ils sont intacts.

11. Rincer le tube et le sécher.
12. Remplir env. 2,5 cm de laine de quartz dans l'entrée du tube de quartz et pousser la laine avec un crochet à l'extrémité du tube.
13. Monter ensuite l'écluse à gaz et insérer le tube de combustion dans le four. Rétablir tous les raccords de gaz (voir paragraphe « Préparatifs du multi EA 4000 pour les mesures CI » page 63).

8.3.3 Entretien de l'électrode bi-fonctionnelle



ATTENTION

Destruction possible de l'électrode bi-fonctionnelle à cause du nettoyant ou de l'abrasif.

L'électrode bi-fonctionnelle peut être rincée pour le nettoyage uniquement avec de l'éthanol ou de l'eau distillée. Il est interdit d'utiliser des nettoyants agressifs ou des abrasifs.

Un dessèchement de l'électrolyte sur l'électrode bi-fonctionnelle peut entraîner une diminution irréversible de la sensibilité ou un endommagement de l'électrode. Garantir en conséquence que l'électrolyte ne sèche jamais sur l'électrode bi-fonctionnelle :

- ❑ En cas de pause courte de fonctionnement (d'un jour au lendemain) : conserver l'électrode dans la solution d'électrolyte.
- ❑ En cas de mise hors service pendant plusieurs jours : rincer l'électrode bi-fonctionnelle avec de l'eau extra-pure et avec de l'éthanol. Agiter l'électrode dans de l'éthanol pendant la nuit. Essuyer l'électrode bi-fonctionnelle ensuite avec de la pâte de cellulose et la conserver à l'état sec.





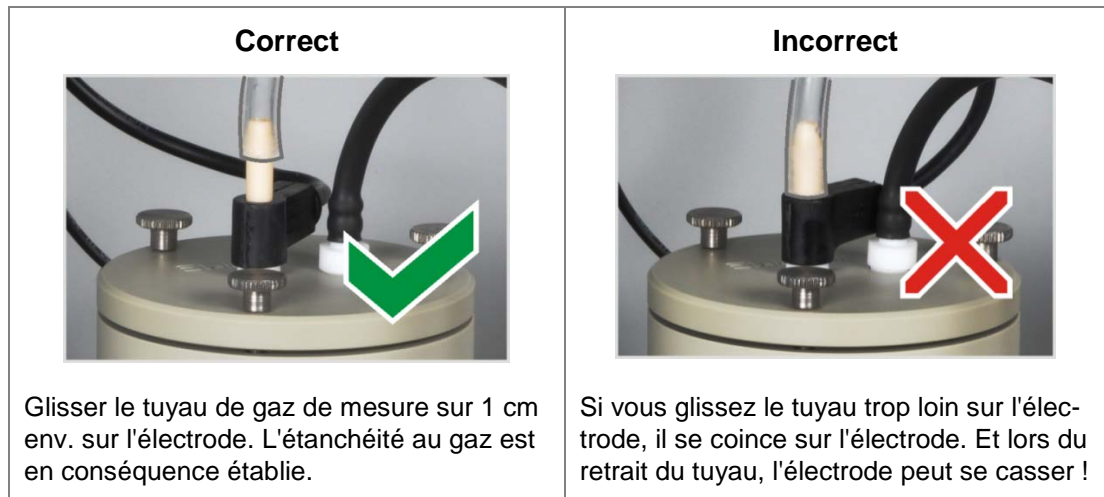
IMPORTANT

L'électrode bi-fonctionnelle est fabriquée en matériaux céramiques et est particulièrement sensible au niveau des soudures des électrodes.

Procéder particulièrement avec précaution avec l'électrode bi-fonctionnelle ! En tant que consommable, elle n'est pas garantie !

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

Correct	Incorrect
	
<p>Saisir l'électrode par le dessus et retirer l'électrode du couvercle en la levant tout droit.</p>	<p>Ne pas tirer ni donner des saccades sur la douille de raccord latérale pour les connexions électriques. Les raccords peuvent se rompre dans la douille (non visibles de l'extérieur) !</p>



8.3.4 Entretien des cellules de mesure


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

1. Retirer l'électrolyte usagée.
2. Rincer la cellule de mesure et l'agitateur magnétique avec de l'eau distillée ou de l'éthanol.
3. Essuyer la cellule de mesure et l'agitateur magnétique ensuite avec précaution avec de la pâte de cellulose afin d'éliminer d'éventuels dépôts de chlorure d'argent existants.
4. Remplir la cellule de mesure de nouveau avec de l'électrolyte (voir paragraphe « Mise à disposition de la cellule de mesure »).

Respecter les remarques suivantes :

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

8.3.5 Remplacement de l'adsorbant



1. Mettre l'appareil de base et le module CI hors tension sur l'interrupteur secteur. Couper l'amenée de gaz.
2. Retirer le tube d'adsorption de la fixation.
3. Dévisser les bouchons filetés du tube en verre.
4. Retirer le bouchon d'ouate et déverser l'adsorbant.
5. Fermer un côté du tube en verre avec de l'ouate et remplir d'adsorbant.
6. Fermer le tube en verre avec du coton.
7. Visser de nouveau à la main le tube d'adsorption rempli.
8. Appuyer le tube d'adsorption de nouveau dans la fixation.

Attention :
ne pas tourner ni plier les tuyaux.

8.4 Fonctionnement avec le module pour solides TIC automatique

Intervalles de maintenance

Mesure de maintenance	Intervalle de maintenance
Enlever les éclaboussures des produits chimiques sur le boîtier	Immédiatement
Nettoyer le réacteur TIC	Chaque jour, en cas de salissures visibles
Changer l'agent desséchant dans le tube de séchage	En cas de besoin (noircissement ou agglutination en raison d'absorption d'humidité)
Changer le piège à halogènes	En cas de besoin, si la moitié de la laine de cuivre ou la laine de laiton est décolorée
Vérifier l'absence de dommage sur le serpentin de condensation	Après 3 mois
Nettoyer le serpentin	En cas de besoin, après 12 mois au plus tard
Vérifier l'absence de dommage sur le réceptacle de condensat	Après 3 mois
Nettoyer le réceptacle de condensat	En cas de besoin, après 12 mois au plus tard
Remplacer la pompe de dosage, le tuyau de la pompe	Après 3 mois
Remplacer la pompe de condensats, le tuyau de la pompe	Après 3 mois

Remplacer l'agent desséchant dans le tube de séchage de la même manière que dans l'appareil de base multi EA 4000 (→ voir paragraphe « Changement de l'agent desséchant dans le tube de séchage » page 93).

Remplacer la laine de cuivre et de laiton dans le piège à halogènes de la même manière que pour le remplacement du piège à halogènes dans l'appareil de base multi EA 4000 (→ voir paragraphe « Remplacement du piège à halogènes » page 94).

8.4.1 Nettoyage du réacteur TIC du module pour solides TIC manuel



ATTENTION

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

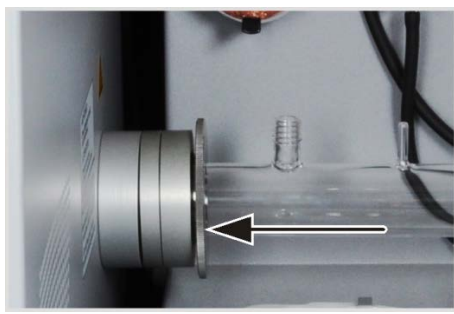
Porter des gants et des lunettes de protection quand vous manipulez de l'acide concentré ! Si vous en recevez sur la peau, rincez immédiatement à l'eau.

1. Mettre l'appareil de base et le module pour solides TIC hors tension sur l'interrupteur secteur. Couper l'amenée de gaz.
2. Laisser refroidir l'appareil suffisamment (au minimum 2 h).
3. Déplacer le FPG 48 d'env. 30 cm vers la droite afin de libérer de la place pour le démontage du réacteur TIC.



Attention : le tenir d'une main lorsque vous débranchez le tuyaux hors des raccords. En exerçant une pression unilatérale, le réacteur peut se casser. Il est aussi possible de retirer d'abord le réacteur du raccord puis de retirer ensuite les raccords.

4. Dévisser le raccord pour l'amenée d'acide. Sortir la canule en céramique hors du manchon.
Prudence ! Veiller à ce que l'acide sortant du tuyau ne goutte pas dans l'appareil.
5. Rincer la canule en céramique avec de l'eau extra pure et l'essuyer avec de la pâte de cellulose.
Attention ! La canule en céramique est très fragile !
6. Débrancher les tuyaux pour l'amenée d'oxygène et d'oxygène.
7. Mettre le réservoir d'acide et le bac collecteur sur le côté.



8. Maintenir les bagues de connexion et tourner la bague moletée dans le sens contraire des aiguilles d'une montre. Le joint se desserre autour du réacteur.
9. Retirer le réacteur hors du joint des bagues de connexion.

10. Vérifier que le réacteur n'est pas fissuré ni éclaté.

Remarque :

ne réutiliser les réacteurs que s'ils sont intacts.

11. Nettoyer le réacteur éventuellement avec un solvant adéquat et une brosse ou de la pâte de cellulose.
12. Rincer le réacteur à l'eau extra pure et le sécher.
13. Pousser le réacteur à nouveau dans le raccord et le fixer en serrant la bague moletée.
14. Fixer les raccords d'acide et de gaz sur le réacteur et replacer le FPG 48 sur son emplacement (voir paragraphe « Raccordement du réacteur et du passeur d'échantillons FPG 48 » page 77 et « Équipement ultérieur » page 149).

8.4.2 Nettoyage du serpentin de condensation

1. Couper l'appareil de base et le module pour solides TIC automatique sur l'interrupteur secteur, débrancher la fiche secteur du module de la prise et couper l'alimentation en gaz.
2. Pousser le FPG 48 sur le côté, sortir le réservoir d'acide et le bac collecteur et démonter le réacteur TIC.
3. Tourner le module pour solides TIC de sorte à accéder au dos.



4. Débrancher les tuyaux du serpentin de condensation.
5. Retirer soigneusement le serpentin de la fixation.
6. Contrôler le serpentin à la recherche de dépôts et de fissures.
7. Laver si nécessaire le serpentin avec de l'eau extra-pure et bien le laisser sécher.
8. Appuyer de nouveau le serpentin dans la fixation sur la paroi arrière du module pour solides TIC.
9. Raccorder le tuyau n° 72 (venant du réacteur) sur le raccord supérieur du serpentin.
10. Raccorder le tuyau n° 73 (vers le réceptacle de condensat) sur le raccord inférieur du serpentin.

11. Tourner le module pour solides TIC de nouveau dans la position d'origine.
12. Remonter le réacteur TIC et le FPG 48 (voir paragraphe « Raccordement du réacteur et du passeur d'échantillons FPG 48 » page 77 et « Raccordement et utilisation du passeur d'échantillons » page 143).

8.4.3 Démontage et remplacement du tuyau de la pompe

Pompe à acides



ATTENTION

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

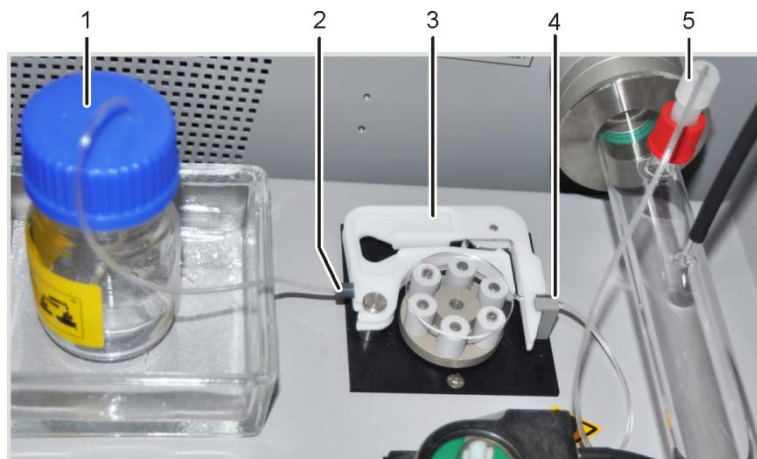
Porter des gants et des lunettes de protection quand vous manipulez de l'acide concentré ! Si vous en recevez sur la peau, rincez immédiatement à l'eau.

Remplacer le tuyau de la pompe sur la pompe à cassette de la manière suivante :

1. Retirer le tuyau du flacon d'acide. Mettre le flacon d'acide et le bac collecteur sur le côté.
2. Dévisser le tuyau de la pompe sur le réacteur.
3. Ouvrir la cassette du tuyau et retirer le tuyau.



4. Retirer les joints et l'écrou-raccord blanc du tuyau de pompe utilisé.
5. Glisser les joints dans l'ordre indiqué sur le nouveau tuyau de la pompe.



- 1 Flacon d'acide phosphorique
- 2, 4 Butoir sur le tuyau de la pompe
- 3 Cassette du tuyau
- 5 Raccord de tuyaux sur le réacteur TIC

6. Tendre le tuyau de la pompe entre les deux butoirs en plastique dans la cassette du tuyau.
7. Insérer la cassette du tuyau dans la pompe et l'enclencher.
8. Visser le tuyau de la pompe sur le réacteur TIC.
9. Placer le réservoir d'acide dans le bac collecteur sur le module TIC. Glisser l'autre extrémité du tuyau de la pompe dans une ouverture du réservoir d'acide.

Pompe de condensats

Contrôler l'étanchéité du tuyau de la pompe tous les trois mois. Remplacer chaque année le tuyau de la pompe.

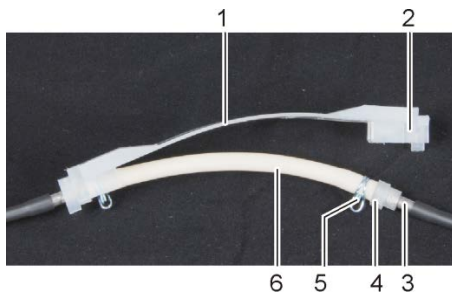


1. Pousser vers la gauche l'étrier sur la pompe de condensats.
2. Retirer les deux tuyaux n° 77 et n° 78 des raccords.

3. Retirer la bande de roulement avec le tuyau de la pompe du corps de la pompe.
4. Contrôler le tuyau de la pompe et les raccords à la recherche de forte usure et de fissures.
Remarque :
si de l'humidité sort du tuyau de la pompe ou des raccords, remplacer le tuyau de la pompe.
5. Essuyer le corps de la pompe et le galet guide avec de l'eau extra-pure.
6. Contrôler l'usure du corps de la pompe et du galet guide.

Remarque :

si le corps de la pompe et le galet guide sont fortement atteints, informer le S.A.V.



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

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

Remarque :

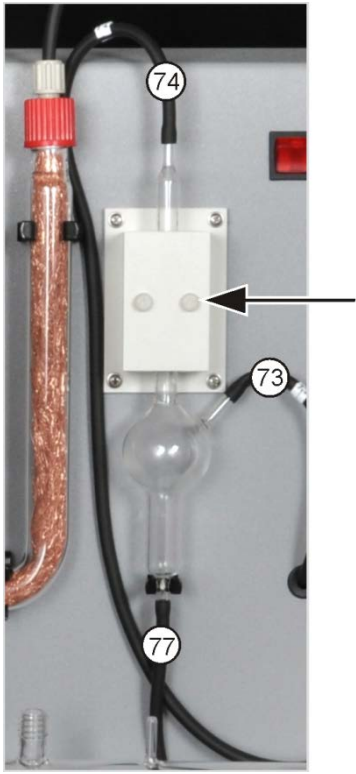
lors du montage, les attaches du tuyau doivent être tournées vers le bas. Pousser le guide du tuyau dans la rainure de la bande de roulement.



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

8.4.4 Nettoyage du réceptacle de condensat

Nettoyer le réceptacle de condensat en cas de besoin :



1. Défaire les 2 vis moletées (flèche) sur le couvercle du bloc de refroidissement et retirer le couvercle.
2. Retirer les tuyaux des raccords du réceptacle de condensat.
3. Contrôler le réceptacle de condensat à la recherche de dépôts et de fissures.
4. Nettoyer si nécessaire le réceptacle de condensat avec de l'eau extra-pure.
5. Fixer les tuyaux selon l'illustration ci-contre :
 - Tuyau n° 73 (venant de l'extrémité inférieure du serpentín de condensation au dos) sur l'entrée latérale du réceptacle de condensat
 - Tuyau n° 77 (vers la pompe de condensats) sur la sortie inférieure
 - Tuyau n° 74 (vers le réservoir de séchage) sur la sortie supérieure

Glisser les tuyaux sur 1 cm env. sur les manchons en verre du réceptacle de condensat.

8.5 Module pour solides TIC manuel

Intervalles de maintenance

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

Remplacer l'agent desséchant dans le tube de séchage de la même manière que dans l'appareil de base multi EA 4000 (→ voir paragraphe « Changement de l'agent desséchant dans le tube de séchage » page 93).

Remplacer la laine de cuivre et de laiton dans le piège à halogènes de la même manière que pour le remplacement du piège à halogènes dans l'appareil de base multi EA 4000 (→ voir paragraphe « Remplacement du piège à halogènes » page 94).

8.5.1 Nettoyage du réacteur TIC sur le module pour solides TIC manuel

Rincer après chaque analyse le réacteur TIC (flacon d'Erlenmeyer) avec de l'eau extra pure. Le sécher ensuite soigneusement (voir également « Exécution de la mesure TIC » page 85).

8.6 Remplacement des pièges à eau



IMPORTANT

Vous pouvez remplacer les pièges à eau (préfiltre TC et filtre de retenue une voie) quand l'analyseur est allumé, mais pas pendant une mesure. Remplacer impérativement les deux pièges à eau !

Les pièges à eau ne remplissent leur fonction seulement s'ils sont mis en place dans l'ordre et le sens de montage prescrits !

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



1. Retirer les pièges à eau des attaches.
2. Retirer les raccords de tuyaux des pièges à eau.
3. Monter les nouveaux pièges à eau.

Remarque :

l'inscription « INLET » sur le grand piège à eau (piège à aérosols) doit être orientée vers le bas et celle sur le petit piège à eau (filtre de retenue une voie) vers le haut (flèches sur l'illustration à droite).

4. Placer le grand piège à eau sur le tuyau n° 8.
5. Raccorder le petit piège à eau au tuyau n° 9.
6. Enfoncer les pièges à eau dans les attaches de la paroi de l'appareil.

9 Résolution des pannes

9.1 Remarques générales

Il est possible d'afficher des données de protocole pour l'analyse d'erreurs. Il est possible d'activer l'enregistrement des fichiers de protocole pour certains défauts spécifiques, en accord avec le S.A.V. d'Analytik Jena AG.

Le lieu d'enregistrement des fichiers de protocole peut être déterminé via le menu EXTRAS / CONFIGURATION onglet ERROR ANALYSIS.

Les emplacements prédéfinis pour les fichiers de protocole multiWin® multiWin_Exception.log et multiWin_trace.log sont

- sous Windows XP :
C:\Documents and Settings\All Users\Application Data\ajIDC\multiWin\
- sous Windows Vista/7 :
C:\ProgramData\ajIDC\multiWin\

Les emplacements prédéfinis pour les fichiers de protocole spécifiques aux appareils multiWin_ERROR.log (l'enregistrement est toujours activé automatiquement), multiWin_Comm.log et multiWin_Flow.log sont

- sous Windows XP :
C:\Documents and Settings\All Users\Application Data\ajIDC\multiWin\...\Numéro appareil
- sous Windows Vista :
C:\ProgramData\ajIDC\multiWin\...\Numéro appareil



IMPORTANT

Si ces problèmes apparaissent de manière répétée, en informer dans tous les cas le S.A.V. d'Analytik Jena AG. Cela vaut également si une erreur donnée se produit régulièrement. Pour le diagnostic des erreurs, envoyer les fichiers correspondants par e-mail au S.A.V. d'Analytik Jena AG.

9.2 Messages d'erreur dans multiWin

Message d'erreur	
1	No reply from firmware!
	Origine
	Remède
	Module de commande et appareil de base non mis en service
	– Mettre le module de commande et l'appareil de base en service
	Module de commande non connecté à l'ordinateur
	– Contrôler la liaison module de commande - ordinateur
	Mauvaise interface sélectionnée sur l'ordinateur
	– Contrôler l'interface enfichée sur l'ordinateur
	– Le cas échéant, sélectionner une autre interface dans multiWin via la rubrique EXTRAS / INTERFACE
	– Initialiser

2	Serial port not present!	
	Origine	Remède
	Problèmes de communication	<ul style="list-style-type: none"> – Débrancher la liaison USB entre le module de commande et l'ordinateur puis rebrancher au bout de 10 s env. – Initialiser
3	Serial port not reachable!	
	Origine	Remède
	Problèmes de communication	<ul style="list-style-type: none"> – Débrancher la liaison USB entre le module de commande et l'ordinateur puis rebrancher au bout de 10 s env. – Initialiser
4	Unknown connection type!	
	Origine	Remède
	Problèmes de communication	<ul style="list-style-type: none"> – Débrancher la liaison USB entre le module de commande et l'ordinateur puis rebrancher au bout de 10 s env. – Initialiser
5	Error when opening the port!	
	Origine	Remède
	Problèmes de communication	<ul style="list-style-type: none"> – Débrancher la liaison USB entre le module de commande et l'ordinateur puis rebrancher au bout de 10 s env. – Initialiser
7	Operating system error: Unauthorized access!	
	Origine	Remède
	Arrêt indéfini de multiWin	<ul style="list-style-type: none"> – Quitter multiWin – Débrancher le câble USB puis le rebrancher après 10 s env. – Redémarrage du système d'exploitation (ordinateur) – Redémarrage du Firmware (module de base) – Redémarrage de multiWin
11	no reply to signal	
	Origine	Remède
	Firmware planté	<ul style="list-style-type: none"> – Quitter multiWin – Couper l'analyseur – Débrancher le câble USB entre le module de commande et l'ordinateur puis rebrancher au bout de 10 s env. – Redémarrer le système d'exploitation (ordinateur) – Activer l'analyseur – Démarrer multiWin
12	Signal echo received, check port selection	
	Origine	Remède
	Mauvaise interface sélectionnée	<ul style="list-style-type: none"> – Contrôler la sélection de l'interface

14	Data transfer interrupted	
	Origine	Remède
	Aucun transfert de données depuis 10 s	– Initialiser
17	Incorrect interface protocol ID	
	Origine	Remède
	Erreur après mise à jour (les versions des logiciels Firmware – multiWin® ne sont pas compatibles)	– Mise à jour nécessaire
20	Timeout: InitEnd	
	Origine	Remède
	Dépassement de temps lors de l'initialisation	– Initialiser
21	Timeout: StatusBusy	
	Origine	Remède
	Dépassement de temps en fonctionnement (appareil non prêt à mesurer)	– Confirmer le message – Initialiser
22	Timeout: End	
	Origine	Remède
	Dépassement de temps en quittant multiWin	– Confirmer le message – Initialiser
23	Timeout: StopEnd	
	Origine	Remède
	Dépassement de temps lors de l'interruption de la mesure	– Confirmer le message – Initialiser
24	Timeout: Measurement	
	Origine	Remède
	Dépassement de temps pendant la mesure La durée d'intégration maximale a été dépassée	– Contrôler l'analyseur – Contrôler le réglage de la méthode
25	Timeout: Analyzer command processing	
	Origine	Remède
	Dépassement de temps lors du traitement de l'ordre	– Confirmer le message – Initialiser
30	Chloride needs adding	
	Origine	Remède
	L'ajout de chlorure est nécessaire	– Ouvrir la rubrique SYSTEM / COMPONENT TEST
50	Firmware-Reset	
	Origine	Remède
	L'ordinateur interne (Firmware) a redémarré	– Confirmer le message – Initialiser

52	Firmware standby	
	Origine	Remède
	Le Firmware est passé en veille	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmer le message – Initialiser
61	Command from the PC not complete	
62	Command from the PC without STX	
64	Command from the PC CRC error	
65	Command from the PC invalid command	
66	Command from the PC invalid MEAS command	
67	Command MTEXT from PC missing	
	Origine	Remède
	Erreur de communication	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmer le message – Initialiser
100	C sensor: no connection	
	Origine	Remède
	Communication perturbée après la détection du capteur lors de l'initialisation	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmer le message – Initialiser
101	C detector: CRC error	
	Origine	Remède
	Communication perturbée après la détection du capteur lors de l'initialisation	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmer le message – Initialiser
104	C sensor: Analog values out of range	
107	C sensor: Analog values out of range (coarse)	
	Origine	Remède
	Les valeurs analogiques du détecteur sont en dehors de la plage de travail	<ul style="list-style-type: none"> – Contrôler la qualité du gaz porteur – Initialiser – Contrôler les valeurs analogiques dans le test des composants (via la rubrique SYSTEM / COMPONENT TEST onglet C-NDIR)
106	C sensor: incorrect response to command	
	Origine	Remède
	Communication perturbée	<ul style="list-style-type: none"> – Mettre hors puis à nouveau en service le module QC – Initialiser
110	N sensor: no connection	
120	S sensor: no connection	
130	CI sensor: no connection	
	Origine	Remède
	Communication perturbée après la détection du capteur lors de l'initialisation	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmer le message – Initialiser

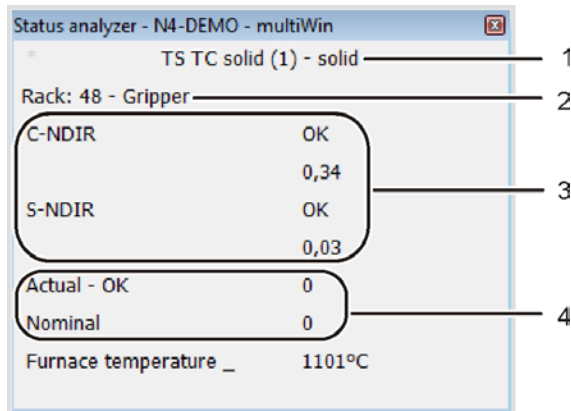
120	S detector: no connection	
	Origine	Remède
	Communication perturbée après la détection du détecteur lors de l'initialisation	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmer le message – Initialiser
124	S detector: incorrect status	
	Origine	Remède
	Commutation facteur de lissage / Mise en marche LSCM échouée	<ul style="list-style-type: none"> – Renouveler l'action
128	S detector: inactive	
	Origine	Remède
	Transfert type de détecteur échoué	<ul style="list-style-type: none"> – Renouveler l'action
130	CI detector: no connection	
	Origine	Remède
	Communication perturbée après la détection du détecteur lors de l'initialisation	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmer le message – Initialiser
131	CI detector: incorrect command structure	
	Origine	Remède
	Communication avec le module de chlore perturbée	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmer le message – Mettre hors service puis en service le module de chlore – Initialiser
133	CI detector: incorrect cell	
	Origine	Remède
	Aucune initialisation après le changement de cellule	<ul style="list-style-type: none"> – Initialiser
134	CI sensor: incorrect status	
	Origine	Remède
	Communication perturbée	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmer le message – Initialiser – Contrôler le statut de la cellule de titration via la rubrique SYSTEM / COMPONENT TEST onglet CHLOR
135	CI detector: incorrect version	
	Origine	Remède
	Erreur de transfert	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmer le message – Initialiser – Contrôler le statut de la cellule de titration via la rubrique SYSTEM / COMPONENT TEST / CHLOR
137	CI sensor: check measuring cell	
	Origine	Remède
	Routine du point final 3x non réussie	<ul style="list-style-type: none"> – Contrôler le remplissage de l'électrolyte – Contrôler les électrodes

138	CI sensor: inactive	
	Origine	Remède
	Transfert type de détecteur échoué	– Renouveler l'action
139 140	CI detector: STA-Error	
	Origine	Remède
	Erreur lors de la mise à jour du détecteur CI	– Renouveler la mise à jour
207	Flow error	
	Origine	Remède
	Statut du flux non OK.	– Contrôler l'étanchéité – Contrôler l'amenée de gaz
208	O₂ pressure missing	
	Origine	Remède
	Flux de gaz O ₂ insuffisant	– Contrôler le raccord d'O ₂ – Contrôler la pression
209	Ar pressure missing	
	Origine	Remède
	Flux d'argon insuffisant	– Contrôler le raccord d'argon – Contrôler la pression
220	Sampler: no connection	
	Origine	Remède
	Communication perturbée après la détection du passeur d'échantillons lors de l'initialisation	– Confirmer le message – Initialiser
226	Sampler: runtime exceeded	
	Origine	Remède
	Le message de fin du mouvement du passeur d'échantillons dure trop longtemps (passeur d'échantillons défectueux)	– Enregistrer les fichiers de protocole – Contacter le service après-vente
290	Scales: no connection	
	Origine	Remède
	Aucune communication avec la balance	– Vérifier la connexion – Contrôler les réglages de la balance
291	Scales: incorrect weight unit	
	Origine	Remède
	Actuellement, seule l'unité [g] est admissible	– Régler dans le menu de la balance, l'unité gramme [g]
300	Temperature controller: no connection	
	Origine	Remède
	Communication perturbée	– Confirmer le message – Initialiser

0301	Thermocouple break	
	Origine	Remède
	Thermocouple HT 1500 défectueux	– Contacter le S.A.V.
303	Temperature controller: Error EPROM	
304	Temperature controller: communication error	
	Origine	Remède
	Erreur de communication avec l'appareil de base	– Mettre hors service puis en service l'appareil de base – Initialiser
306	External furnace not present	
	Origine	Remède
	Appareil de base non détecté comme matériel	– Contrôler la connexion entre l'appareil de base et le module de commande

9.3 Affichages dans la fenêtre STATUS ANALYZER

Des informations sur le statut de l'appareil ou des informations à propos des différents modules sont indiquées dans la fenêtre STATUS ANALYZER.



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

Illust. 33 Fenêtre STATUS ANALYZER

Les affichages dans la fenêtre STATUS ANALYZER ont un codage couleur. Les couleurs ont la signification suivante :

Couleur	Description
Noir	Le statut du composant correspondant est en ordre, l'appareil est prêt pour la mesure
Gris	Le détecteur est inactif
Vert	Le détecteur est en ordre, l'appareil est prêt pour la mesure (OK) ou Le détecteur est occupé, un démarrage de la mesure est possible uniquement après l'exécution de la routine (spécifique au détecteur)
Rouge	Le composant n'est pas prêt pour la mesure La durée de rodage n'est pas encore écoulée ⇒ attendre la fin de la durée de rodage Erreurs ⇒ Consulter les informations sur la recherche d'erreurs, le composant correspondant dans multiWin via la rubrique SYSTEM/COMPONENT TEST

La ligne supérieure de la fenêtre STATUS ANALYZER indique le nom de la méthode active et l'état de l'échantillon (solide).

Lors de l'initialisation, le système détecte si le passeur d'échantillons FPG 48 est raccordé et mis en service. Dans ce cas, l'affichage « Rack 48 » apparaît. En outre, un module pour solides TIC automatique raccordé est aussi détecté et indiqué par « TIC (automatic) ».

La zone Détecteur / Module du capteur affiche tous les modules de détecteur qui sont détectés lors de l'initialisation. Les affichages suivants sont possibles :

Affichage	Description
C-NDIR	Détecteur NDIR pour le carbone
S-NDIR	Détecteur NDIR pour le soufre
CI-AMP smallCell	Module de chlore avec cellule « sensitive »
CI-AMP largeCell	Module de chlore avec cellule « high concentration »

Le statut de chaque module de détecteur est codé en couleur (voir ci-dessus). Les affichages de statut suivants sont possibles :

Appareil prêt pour la mesure	
Affichage	Description
OK (vert, noir)	Le détecteur est prêt pour la mesure
Appareil non prêt pour la mesure - général	
Affichage	Description
Aucun détecteur affiché (affichage vide)	Aucun détecteur détecté : <ul style="list-style-type: none"> – Mettre le détecteur en service – Initialiser
Erreur de communication (rouge)	Communication perturbée : <ul style="list-style-type: none"> – Mettre l'appareil hors puis en service – Initialiser
Aucune connexion (rouge)	Connexion perturbée : <ul style="list-style-type: none"> – Contrôler le câble de connexion – Mettre l'appareil hors puis en service – Initialiser
Appareil non prêt pour la mesure – C-NDIR / S-NDIR	
Affichage (rouge)	Description
Avertissement valeurs analogiques	Valeurs analogiques hors plage : <ul style="list-style-type: none"> – Relever les valeurs via la rubrique SYSTEM / COMPONENTTEST dans l'onglet C-NDIR, S-NDIR – Voir également la description des erreurs du module C/S page 125
Durée de rodage	Le détecteur n'est pas encore opérationnel : laisser s'écouler la durée de rodage après la mise en service (env. 30 min)
Appareil non prêt pour la mesure - CI-AMP	
Affichage (rouge)	Description
Non actif	Aucune cellule détectée : insérer une cellule
Appareil non prêt pour la mesure - CI-AMP	
Affichage (vert)	Description
Titration de pause	La titration de pause est en cours : <ul style="list-style-type: none"> – démarrage de la mesure possible
Routine du point final	La routine du point final est en cours : <ul style="list-style-type: none"> – attendre sa fin

La zone de l'affichage du flux indique le flux d'aspiration actuel (ACTUAL) et le flux théorique à atteindre (NOMINAL). Le flux théorique est de 100 l/h. Le flux d'aspiration peut différer de ± 10 l/h du flux théorique. Réguler le flux d'aspiration sur le rotamètre « pump » à l'avant de l'appareil de base.

L'affichage de température indique la température actuelle du four. Lorsque l'affichage de la température est rouge, la température actuelle du four ne correspond pas à la température réglée dans la méthode. Attendre dans ce cas jusqu'à ce que la température théorique soit atteinte ou contrôler le réglage de la température dans la méthode.

9.4 Erreurs de l'appareil

D'autres problèmes ne pouvant pas être détectés par la surveillance du système peuvent survenir. La mesure peut débiter. Il est le plus souvent possible de détecter ces erreurs au travers de résultats de mesure non plausibles (problèmes d'analyse) ou bien parce qu'ils sont visibles.

Si les solutions proposées ne fonctionnent pas, contacter le S.A.V.

9.4.1 Appareil de base

Erreur	
Le four ne chauffe pas	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Erreur dans l'électronique – Rupture de cartouche chauffante. 	<ul style="list-style-type: none"> – Contrôler la fiche de raccordement électrique. – Vérifier le fusible interne. – Contacter le service après-vente.
Les ventilateurs placés au dos de l'appareil ne fonctionnent pas	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Fusible défectueux. – Électronique défectueuse. 	<ul style="list-style-type: none"> – Mettre l'analyseur hors tension sur l'interrupteur principal. – Contacter le service après-vente.
Aucun flux d'aspiration sur le débitmètre « pump »	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Pompe non activée. 	<ul style="list-style-type: none"> – Contrôler la différence de température. – Attendre que la différence de température entre la température théorique et la température réelle s'approche de 50 °C. Lorsque la pompe ne se met pas en service en cas d'une différence de température entre la température théorique et la température réelle est inférieure à 50 °C, contacter le service après-vente.
<ul style="list-style-type: none"> – Tuyaux coincés. 	<ul style="list-style-type: none"> – Vérifier que les tuyaux ne sont pas pliés ni coincés.

9.4.2 Module C/S

multiWin : erreur de flux	
Flux du gaz de mesure RÉEL < 90 l/h ou >110 l/h	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Aucun flux d'aspiration ou flux trop faible 	<ul style="list-style-type: none"> – En cas de pompe d'aspiration activée, corriger le flux d'aspiration sur le débitmètre « pump » sur le module de base. – Vérifier que les tuyaux ne sont pas pliés ni coincés.
<ul style="list-style-type: none"> – Agent desséchant trop humide et agglutiné. 	<ul style="list-style-type: none"> – Changer l'agent desséchant.
multiWin : erreur de flux	
Flux du gaz de mesure RÉEL = 0	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Aucun flux d'aspiration. – Pompe non activée. 	<ul style="list-style-type: none"> – Contrôler la différence de température. – Attendre que la différence de température entre la température théorique et la température réelle s'approche de 50 K. Lorsque la pompe ne se met pas en service en cas d'une différence de température entre la température théorique et la température réelle est inférieure à 50 K, contacter le service après-vente.
Oscillations des valeurs analogiques de l'optique NDIR	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Défauts d'étanchéité – Réglages ou défaut du détecteur NDIR – Stabilisation du détecteur pendant la phase de démarrage de l'analyseur non encore terminée 	<ul style="list-style-type: none"> – Attendre la phase de démarrage de 15 min. – Lorsque les valeurs analogiques ne sont pas constantes après 1 h (pendant que l'oxygène est présent), un défaut d'étanchéité peut être présent. Contacter le service après-vente. – Remplacer le piège à halogènes lorsque des décolorations sont présentes afin de protéger le détecteur.
multiWin : erreurs optiques, valeurs analogiques hors plage	
Les valeurs du détecteur NDIR affichent dans la fenêtre du statut jaune.	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Les valeurs ADU du détecteur NDIR varient de la valeur de consigne et sont en dehors de la plage de tolérance <p>Remarque : les mesures continuent d'être possibles.</p>	<ul style="list-style-type: none"> – Vérifier l'amenée d'oxygène de l'alimentation en gaz – Vérifier l'amenée d'oxygène sur le débitmètre, ouvrir la valve – Vérifier le flux d'oxygène passant à travers le détecteur (câblage) – Contacter le service après-vente.
multiWin : aucune liaison au système optique (NDIR)	
multiWin : erreur de statut du système optique	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Erreur de communication – Détecteur NDIR défectueux 	<ul style="list-style-type: none"> – Réinitialiser l'appareil. – Contacter le service après-vente.

Le voyant de contrôle ne s'allume pas	
Origine	Solution
– Le programme interne n'a pas démarré	– Redémarrer l'ordinateur interne avec l'interrupteur secteur du module.



IMPORTANT

Les valeurs ADU du détecteur NDIR diminuent avec l'usure normale. Si ces valeurs diminuent en l'espace de quelques analyses seulement, cela indique que le détecteur est endommagé par des composants du gaz d'analyse.

9.4.3 Module CI



IMPORTANT

Pour éviter des erreurs, respecter absolument les points suivants :

- Raccorder la cellule de mesure avec le mélangeur (rempli d'électrolyte) et l'électrode avant de mettre en service l'analyseur.
- Démarrer le logiciel multiWin env. 3 min après la mise en service de l'analyseur.

multiWin : aucune connexion au capteur CI	
Origine	Solution
– Aucune communication entre l'ordinateur interne et le coulomètre. – Module CI non mis en service.	– Respecter la séquence de mise en marche : 1. Mettre l'appareil de base en service. 2. Mettre le module CI en service. 3. Attendre 3 minutes environ jusqu'à ce que le coulomètre communique avec l'ordinateur interne. 4. Démarrer le logiciel multiWin.
– Le câble de connexion n'est pas branché ou est défectueux.	– Contrôler la connexion par câble
multiWin : structure incorrecte de commande du capteur CI	
Origine	Solution
– Déangement lors du transfert des données coulomètre - ordinateur interne	– Initialiser encore une fois l'analyseur. – Contacter le service après-vente.
multiWin : erreurs d'indication	
Origine	Solution
– Connecteur d'électrode non raccordé – Électrode défectueuse.	– Raccorder l'électrode et réinitialiser l'appareil. – Remplacer l'électrode défectueuse. – Contacter le service après-vente.

9.5 Erreurs dans la communication d'appareils

Le logiciel ne réagit pas.	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> - Plantage de l'ordinateur 	<ul style="list-style-type: none"> - Mettre l'analyseur complètement hors tension, y compris l'appareil de base, l'imprimante, le passeur d'échantillons et l'ordinateur externe, et au bout de quelques secondes, redémarrer le système.
multiWin : erreurs de communication - appareil d'analyse	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> - Module avec ordinateur interne non mis en service - multiWin démarré trop tôt - Module avec ordinateur interne non connecté à l'ordinateur - Mauvaise interface COM enfichée sur l'ordinateur externe ou sélectionnée dans multiWin 	<ul style="list-style-type: none"> - Mettre le module en service - Contrôler la connexion du module avec l'ordinateur interne - l'ordinateur - Démarrer MultiWin uniquement lorsque la DEL LOCK IN est allumée - Contrôler l'interface enfichée sur l'ordinateur extérieur et celle réglée dans multiWin (ordre de menu Configuration / Interface / Selection interface)
En fonctionnement de l'appareil en même temps que l'erreur multiWin : redémarrage de l'ordinateur dans l'appareil d'analyse	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> - Réinitialisation de l'ordinateur interne 	<ul style="list-style-type: none"> - Lorsque la DEL avant est allumée, initialiser l'appareil d'analyse. - En cas d'apparition renouvelée, observer le moment de l'apparition de l'erreur (ligne de statut) et contacter le service après-vente.
multiWin : erreur de communication - mauvaise série d'instructions entre l'ordinateur et l'appareil	
<ul style="list-style-type: none"> - Les versions de programme interne et externe ne sont pas compatibles. 	<ul style="list-style-type: none"> - Renouveler la mise à jour.
multiWin : aucune liaison avec le contrôleur de température	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> - Appareil de base non mis en service. - Câble d'interface entre le module avec l'ordinateur interne et l'appareil de base non raccordé ou défectueux. - Contrôleur de température défectueux. 	<ul style="list-style-type: none"> - Mettre l'appareil de base en service et réinitialiser multiWin 1 minute plus tard - Contrôler le raccord du câble d'interface
Aucune liaison au passeur d'échantillons	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> - Aucune communication entre l'appareil de base et le passeur d'échantillons - Le passeur d'échantillons n'est pas mis en service - Le câble de connexion n'est pas branché ou est défectueux. 	<ul style="list-style-type: none"> - Contrôler le câble de connexion - Mettre le passeur d'échantillons en service et initialiser l'analyseur.

9.6 Problèmes analytiques

9.6.1 Détermination C/S

Généralités - récupération trop faible	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Agent desséchant trop humide – Filtre et tuyaux du gaz de mesure encrassés 	<ul style="list-style-type: none"> – Contrôler et remplacer l'agent desséchant – Contrôler et remplacer le filtre – Contrôler le piège à poussières, s'il est fortement encrassé (dépôts de particules), nettoyer le piège à poussières et remplacer le tuyau du gaz de mesure jusqu'au filtre
Résultats trop bas pour le TS	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Piège à halogènes encore dans le flux du gaz de mesure 	<ul style="list-style-type: none"> – Remplacer le piège à halogènes contre un tube en verre vide
<ul style="list-style-type: none"> – Température d'attaque trop faible (surtout pour la forme de liaison sulfatique) 	<ul style="list-style-type: none"> – Augmenter la température du four dans la méthode, si la courbe de mesure S apparaît très irrégulière ou présente un long tailing et ne diminue pas sur la ligne de base. – Ajouter éventuellement des additifs (par ex. phosphate de fer, oxyde de tungstène, étain, ...).
<ul style="list-style-type: none"> – Encrassement des tuyaux conducteurs du gaz de mesure jusqu'au système optique 	<ul style="list-style-type: none"> – Démontez les tuyaux jusqu'au système optique NDIR, les nettoyez, séchez puis remonter. <p>Remarque : nous recommandons de faire procéder au nettoyage des tuyaux par le S.A.V.</p>
Résultats trop élevés pour le TC	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Le tube de combustion a une fissure ou est cassé. 	<ul style="list-style-type: none"> – En raison des fissures, de l'air ambiant peut pénétrer dans le système, ce qui peut entraîner des résultats nettement trop élevés pour le TC. ⇒ Remplacer le tube de combustion.
Dérive de la ligne de base	
Origine	Solution
<ul style="list-style-type: none"> – Détecteur instable 	<ul style="list-style-type: none"> – Pendant la phase de démarrage de l'appareil, le détecteur doit se stabiliser. Au début de la mesure, il peut arriver en conséquence que la ligne de base se décale encore un peu (en fonction de la température). La surface du pic modifiée par la dérive est corrigée automatiquement de sorte que les résultats de mesure n'en dépendent jamais. – Si la dérive ne disparaît pas, contacter le service après-vente.

9.6.2 Détermination Cl



IMPORTANT

Pour éviter des erreurs, respecter absolument les points suivants :

- Raccorder la cellule de mesure avec le mélangeur (rempli d'électrolyte) et l'électrode avant de mettre en service l'appareil de base et le module Cl.
- Démarrer le logiciel multiWin env. 3 min après la mise en service de l'analyseur.

Récupérations trop faibles (facteur de dissociation > 1,4)	
Origine	Solution
– Acide sulfurique trop dilué	– Vérifier et remplacer l'acide sulfurique.
– Composants ou tuyaux de gaz de mesure encrassés	<ul style="list-style-type: none"> – Vérifier l'encrassement du tube de combustion. Nettoyer le tube de combustion par flambage des dépôts au moyen d'un bec Bunsen ou dans un four à moufle à 1000 °C. Remplacer les tubes fortement encrassés. Changer la laine de quartz dans le tube de combustion. – Vérifier le niveau de suie du réservoir d'acide sulfurique. Si des particules sont arrivées dans le réservoir d'acide sulfurique, nettoyer le réservoir et la tubulure à la sortie du tube du four et remplir de nouveau le réservoir.
Récupération trop élevée (facteur de dissociation < 0,6)	
Origine	Solution
– Dépôts d'échantillons dans le tube de combustion (par ex. sels)	– Remplacer ou nettoyer le tube de combustion, par ex. en « faisant tremper » le tube de combustion pendant la nuit dans du HNO ₃ à 10 %, le rincer ensuite soigneusement avec de l'eau distillée et le sécher.
Seuil de coupure en dessous de 1500	
Origine	Solution
– Électrode bi-fonctionnelle défectueuse ou vieillie fortement	– Utiliser une nouvelle électrode pour la détermination du chlorure.

9.6.3 Détermination TIC (module pour solides TIC automatique)

Résultats trop bas	
Origine	Solution
– Pesée sélectionnée sur une valeur trop élevée	– La pesée ne doit pas dépasser 50 mg puisque, sinon, la quantité d'acide dosée (400 µl) ne suffit pas afin de décomposer entièrement le carbonate ou la quantité d'acide ne peut pas humidifier complètement l'échantillon.
– Échantillon non réparti de manière homogène sur toute la longueur de la nacelle	– L'échantillon doit être réparti de manière homogène pour que l'échantillon puisse être humidifié complètement avec l'acide.
– Force de l'acide trop faible (longue extinction de la courbe de mesure, la courbe de mesure ne revient pas sur la ligne de base)	– Si l'échantillon contient en quantité plus importante du carbonate extrêmement stable (par ex. FeCO_3), la vitesse de décomposition est trop lente avec du H_3PO_4 à 40 %. Utiliser alors de l'acide plus fort (par ex. HCl à 25 %). Attention : ne pas utiliser le HCl en permanence.
Résultats de mesure fortement divergents	
Origine	Solution
– Échantillon non réparti de manière homogène sur toute la longueur de la nacelle	– L'échantillon doit être réparti de manière homogène pour que l'échantillon puisse être humidifié complètement avec l'acide.
– La matrice d'échantillon est hydrophobe	– Si l'échantillon ne peut pas être humidifié correctement avec l'acide, il est utile de recouvrir l'échantillon avec du sable silicieux calciné afin d'améliorer l'action de l'acide. – Parfois, l'humidification est meilleure avec de l'acide chlorhydrique qu'avec de l'acide phosphorique. Attention ne pas utiliser le HCl en permanence.

9.6.4 Détermination TIC (module pour solides TIC manuel)

Résultats trop bas	
Origine	Solution
– Force de l'acide trop faible (longue extinction de la courbe de mesure, la courbe de mesure ne revient pas sur la ligne de base avec une durée d'intégration max. de 600 s)	– Si l'échantillon contient en quantité plus importante du carbonate extrêmement stable (par ex. FeCO_3), la vitesse de décomposition est trop lente avec du H_3PO_4 à 40 %. Utiliser alors de l'acide plus fort (par ex. HCl à 25 %). Attention : ne pas utiliser le HCl en permanence.

9.6.5 Mesures en mode pyrolyse (EC)

Résultats trop bas du carbone élémentaire (après pyrolyse)	
Origine	Solution
– Durée d'attente pour expulser l'oxygène avec l'argon dans le tube de combustion réglée sur une valeur trop courte	– La durée d'attente après la commutation de l'alimentation en oxygène à l'alimentation en argon doit être au minimum de 60 s.
Résultats trop élevés du carbone élémentaire (après pyrolyse)	
Origine	Solution
– Durée de pyrolyse réglée sur une valeur trop courte	– La durée de pyrolyse doit être au minimum de 3 minutes afin de garantir que toutes les liaisons organiques soient complètement décomposées et expulsées.
– Température de pyrolyse sélectionnée sur une valeur trop élevée	– Avec des températures supérieures à 1000 °C, de la suie est formée de plus en plus à partir des liaisons organiques (plastiques) par « cokéfaction », la suie étant alors également saisie dans le niveau 2 comme carbone élémentaire. La température du four optimale pour les mesures de pyrolyse est de 850 °C.

10 Transport et stockage

10.1 Transport

10.1.1 Préparation de l'analyseur pour le stockage



PRUDENCE ! RISQUE DE BRULURE SUR LE FOUR BRULANT !

Il existe un risque de brûlures sur le four de combustion brûlant. Ne démonter les tubes de combustion qu'à froid ou après avoir laissé l'appareil refroidir suffisamment longtemps.



ATTENTION ! RISQUE D'ACCIDENT PAR BRIS DE VERRE !

Lors du démontage des pièces en verre, il y a risque de blessures par bris de verre ! Démontez prudemment toutes les pièces en verre de l'analyseur !



ATTENTION ! UTILISER UN EMBALLAGE DE TRANSPORT APPROPRIE !

Un emballage de transport inapproprié ainsi que les restes de solution de mesure et de substances chimiques peuvent endommager les composants de l'analyseur !

Ne transporter l'analyseur que dans son emballage d'origine ! Veiller à ce que toutes les sécurités de transport soient en place et que l'analyseur soit complètement vidé !

Préparer le multi EA 4000 avec ses modules comme suit pour le transport :

Appareil de base multi EA 4000

1. Couper l'analyseur sur l'interrupteur principal et laisser l'appareil refroidir.
2. Couper l'alimentation en gaz et débrancher la fiche secteur de la prise de courant.
3. Défaire tous les raccords sur la face arrière de l'analyseur.
4. Ouvrir les portes de l'analyseur. Vider le tube de séchage. Insérer de nouveau le tube de séchage.
5. Retirer les raccords sur le piège à halogènes et sortir le piège à halogènes de ses attaches.
6. Retirer le tube de combustion du four.
7. Emballer soigneusement les accessoires, en particulier les pièces en verre.

Module C/S

1. Couper le module C/S sur l'interrupteur principal.
2. Débrancher la fiche secteur de la prise de courant.
3. Défaire tous les raccords sur la face arrière du module.

Module CI

1. Couper le module CI sur l'interrupteur principal.
2. Retirer la cellule de mesure de l'appareil et la vider complètement (voir paragraphe « Entretien des cellules de mesure » page 99).

3. Rincer et sécher la cellule de mesure et l'électrode bi-fonctionnelle.
4. Dévisser le tube d'adsorption et le vider.
5. Monter le piège à halogènes.
6. Défaire tous les raccordements sur la face arrière du module.
7. Retirer le réservoir d'acide sulfurique et le réservoir de sécurité sur l'appareil de base multi EA 4000. Vider le réservoir d'acide sulfurique (voir paragraphe « Remplacement de l'acide sulfurique / Nettoyage du réservoir d'acide sulfurique » page 95).
8. Débrancher le tuyau du gaz de mesure (incolore) et le tuyau de dérivation (noir) du canal dans le multi EA 4000.

Module pour solides TIC automatique

1. Couper le module pour solides TIC sur l'interrupteur principal à l'avant.
2. Défaire tous les raccordements sur la face arrière du module.
3. Couper l'alimentation en gaz et débrancher la fiche secteur de la prise de courant.

10.1.2 Consignes de transport

Observer les consignes de sécurité du paragraphe « Consignes de sécurité pour le transport et le montage » page 14). Transporter l'analyseur avec le plus grand soin pour éviter les dommages dus aux chocs, secousses ou vibrations. Le transport de l'analyseur doit avoir lieu de manière à éviter les variations importantes de température et ainsi la formation de condensation.

10.1.3 Déplacement de l'analyseur dans le laboratoire



ATTENTION

Il y a risque de blessures et d'endommagement de l'analyseur si vous le laissez tomber par mégarde.

Vous devez être très prudent lorsque vous déplacez l'analyseur ! 2 personnes sont nécessaires pour soulever et porter l'analyseur !

Lorsque l'analyseur est déplacé dans le laboratoire, observer ce qui suit :

- Il y a risque de blessures si des pièces ne sont pas fixées correctement ! Avant de déplacer l'analyseur, retirer toutes les pièces non fixées, en particulier les flacons de réactif contenant de l'acide phosphorique, ainsi que le réservoir d'acide sulfurique.
- Déconnecter tous les raccords d'alimentation et les appareils complémentaires de l'analyseur.
- Afin d'éviter toute blessure, observer ceci quand vous soulevez et portez l'analyseur dans le laboratoire :
 - Pour des raisons de sécurité, 2 personnes sont nécessaires, de part et d'autre de l'appareil, pour le transport de l'analyseur.
 - Comme l'analyseur n'a pas de poignée, le saisir fermement des deux mains par le dessous et s'assurer avant de le soulever que les pièces sensibles à l'avant sont bien protégées par les portes fermées.

- ❑ Observer les valeurs indicatives et respecter les valeurs limites légales relatives au levage et à la manutention de charges sans dispositif de levage !
- ❑ Pour la mise en place de l'analyseur à son nouvel emplacement, observer les consignes du paragraphe « Exigences locales » page 52.

10.2 Stockage



ATTENTION

Le milieu environnant et la condensation peuvent détruire certains composants de l'analyseur.

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

Si l'analyseur et les appareils complémentaires ne sont pas montés immédiatement après la livraison, ou s'ils ne sont pas utilisés pendant une période prolongée, les stocker dans l'emballage d'origine. Mettre un agent desséchant approprié dans l'appareil ou l'emballage afin d'éviter les dommages dus à l'humidité.

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

- ❑ Plage de température : +5 °C à +55 °C
- ❑ Humidité ambiante maximum : 10 % à 30 %
- ❑ Pression atmosphérique : 0,7 bar à 1,06 bar

10.3 Remise en service après le transport ou le stockage

10.3.1 Installation du multi EA 4000 C/S

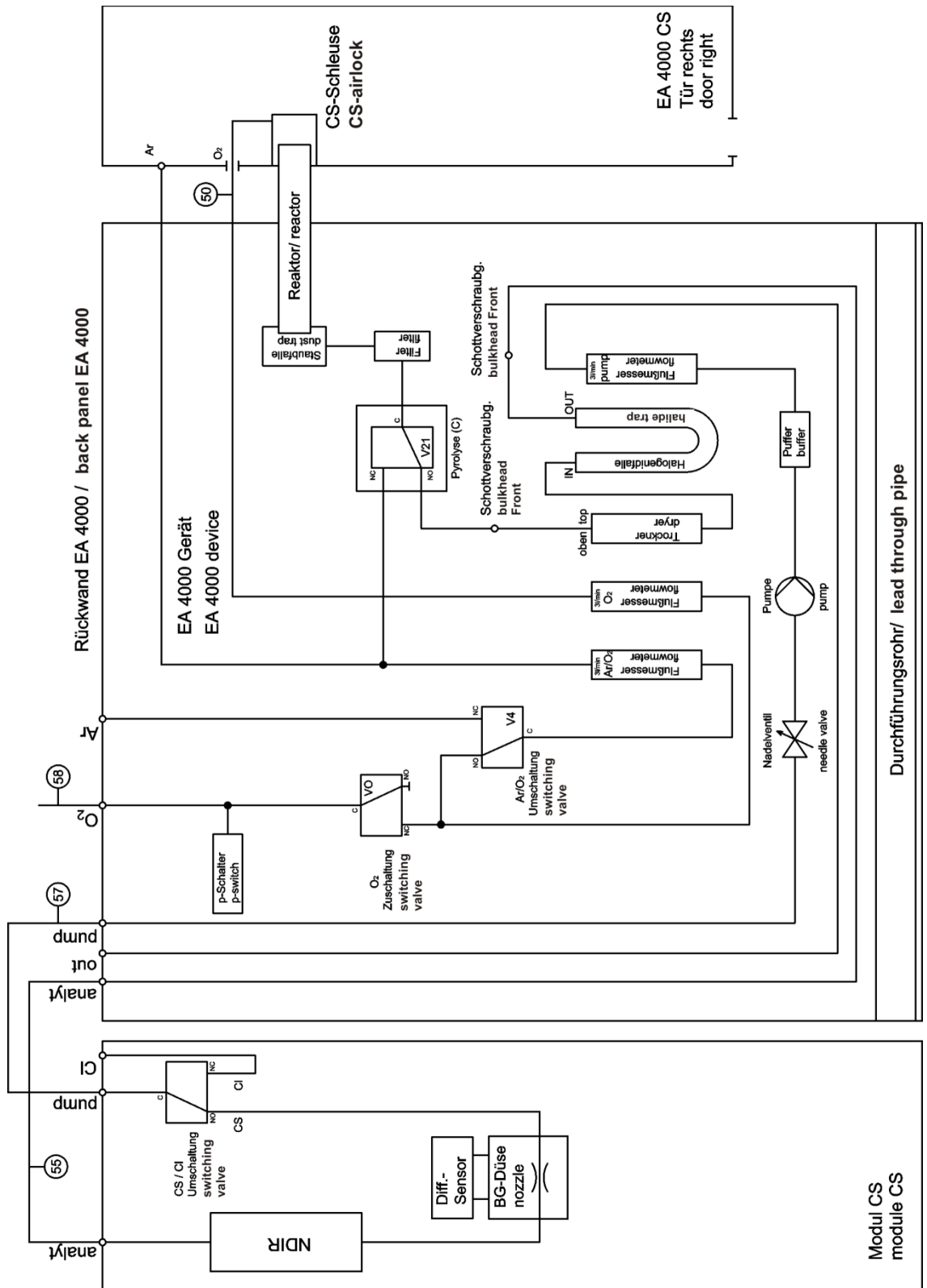
Raccords

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

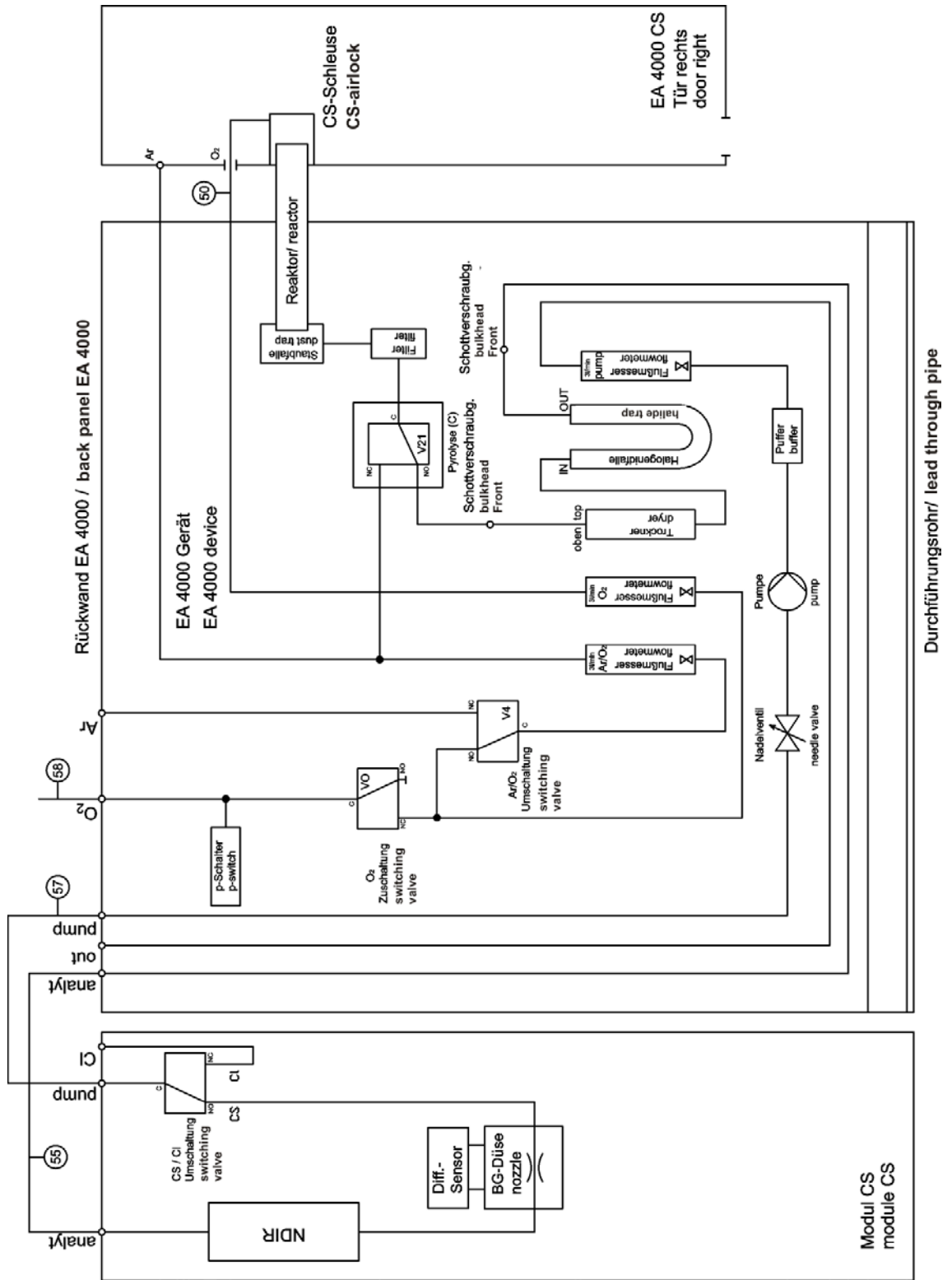
Raccords multi EA 4000		Cible
« valve »	⇒	Module C/S « valve »
« analyte »	⇒	Module C/S « analyte »
« O ₂ »	⇒	Raccord de gaz oxygène
Câble secteur	⇒	Raccordement au réseau
« COM »	⇒	Module C/S « COM »
« pump »	⇒	Module C/S « pump »
« Ar »	⇒	Raccord de gaz pour l'argon (est nécessaire uniquement pour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

Pour la détermination du carbone après pyrolyse, disponible en option, fixer en plus un tube d'aspiration à proximité immédiate de l'entrée du four.

Plan de la tuyauterie



Illust. 34 Plan de la tuyauterie du multi EA 4000 C/S



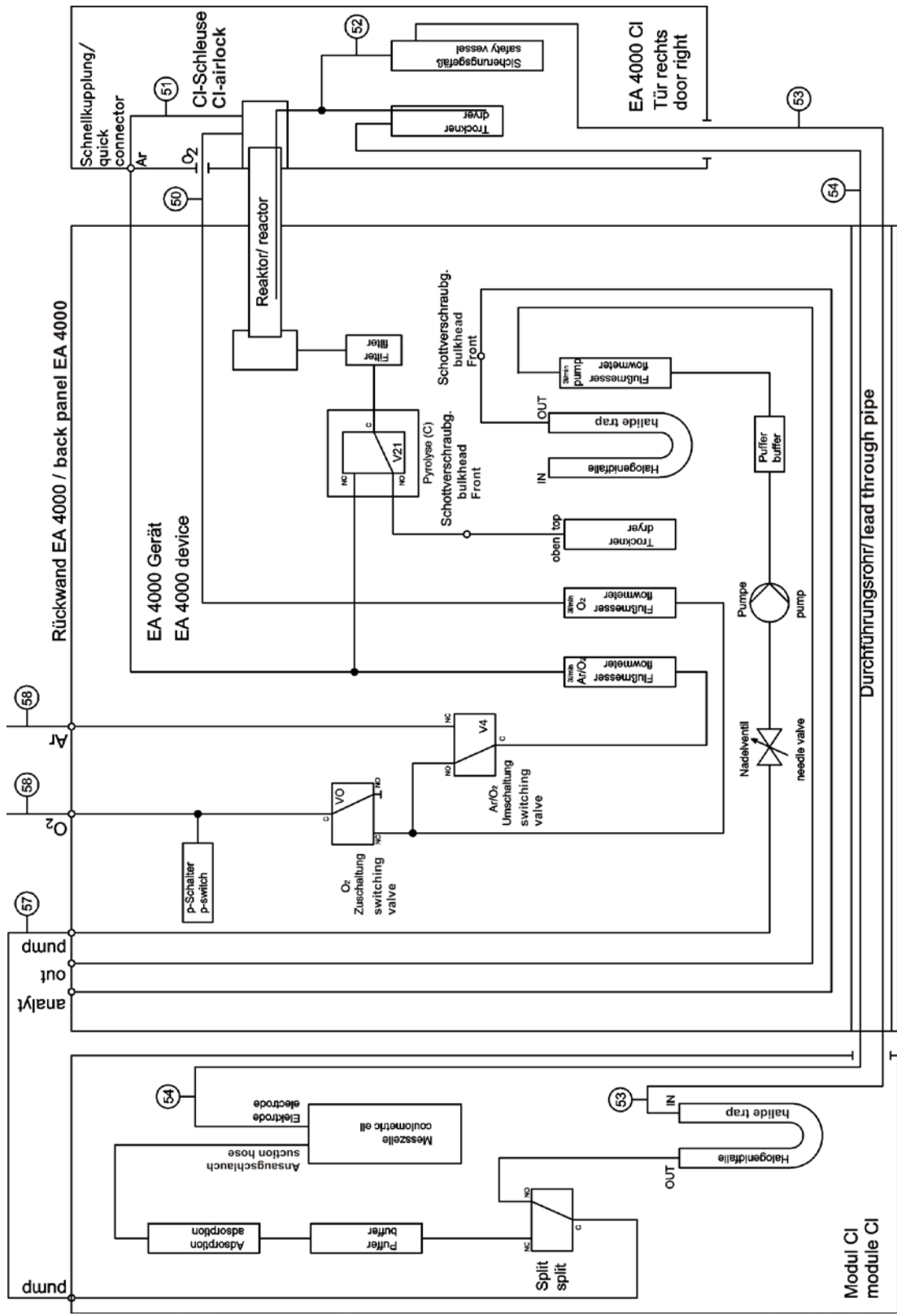
Illust. 35 Plan de la tuyauterie multi EA C/S pour la mesure en mode pyrolyse

10.3.2 Installation du multi EA 4000 CI

Raccords

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

Plan de la tuyauterie



Illust. 36 Plan de tuyauterie multi EA CI

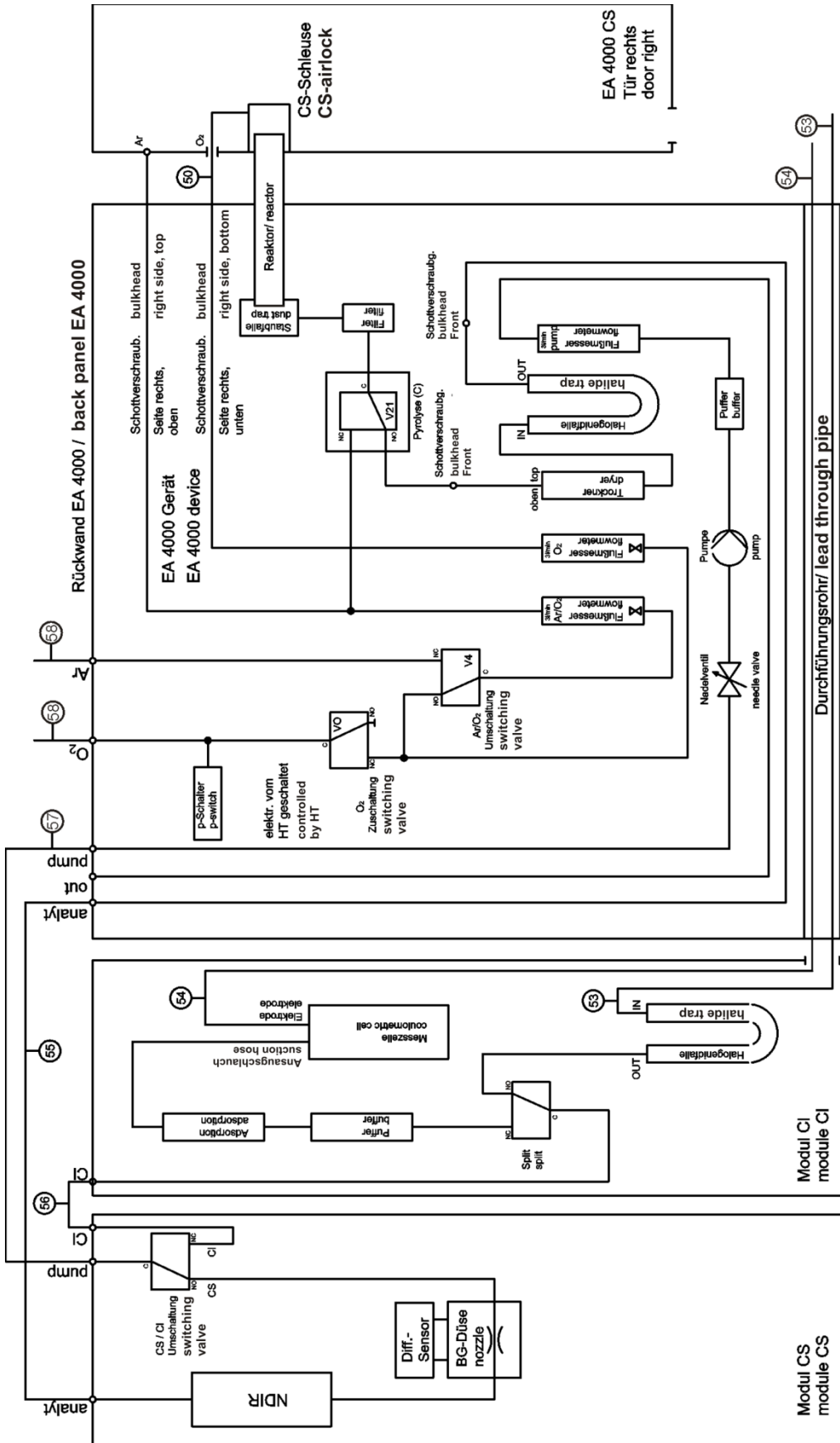
10.3.3 Installation du multi EA 4000 C/S CI

Raccords

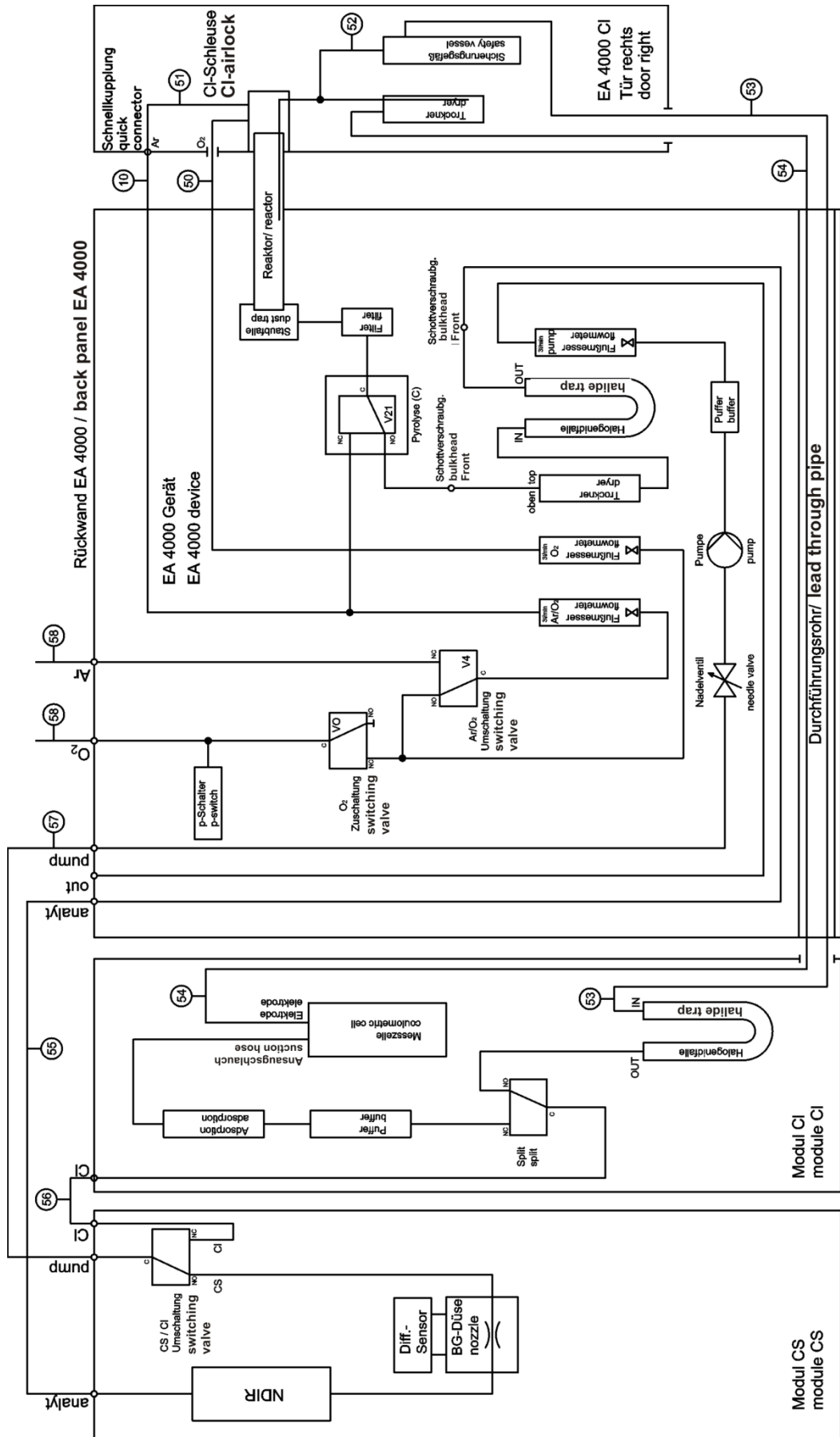
Pour la combinaison multi EA 4000 – module C/S - module CI, les raccords et liaisons suivants doivent être établis :

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

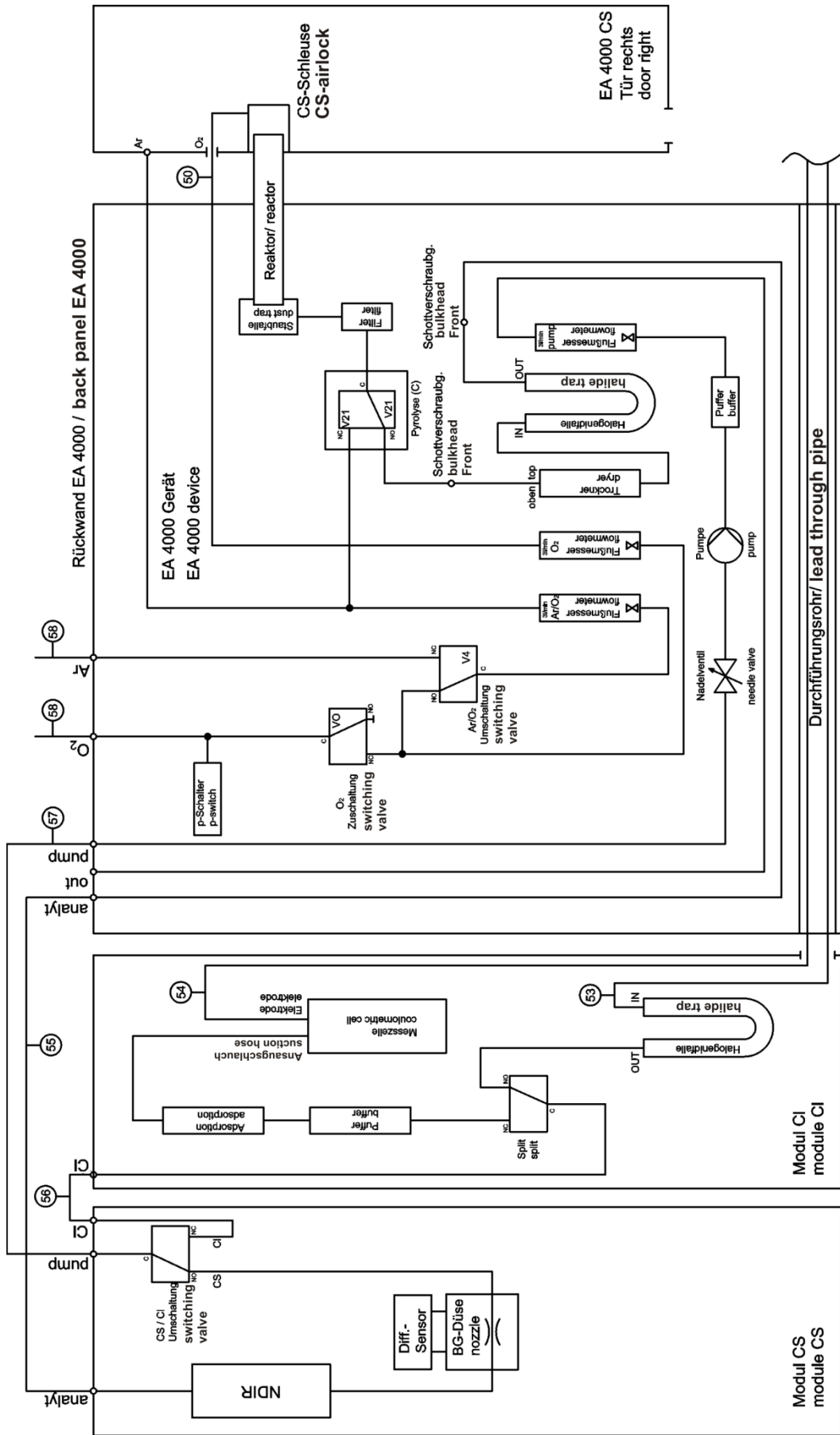
Plan des tuyauteries



Illust. 37 Plan de la tuyauterie multi EA C/S CI pour les mesures C/S avec tube en céramique et écluse à oxygène



Illust. 28 Plan de la tuyauterie multi EA C/S CI pour les mesures CI avec tube de quartz et écluse à argon



Illust. 39 Plan de la tuyauterie multi EA C/S CI pour les mesures en mode pyrolyse

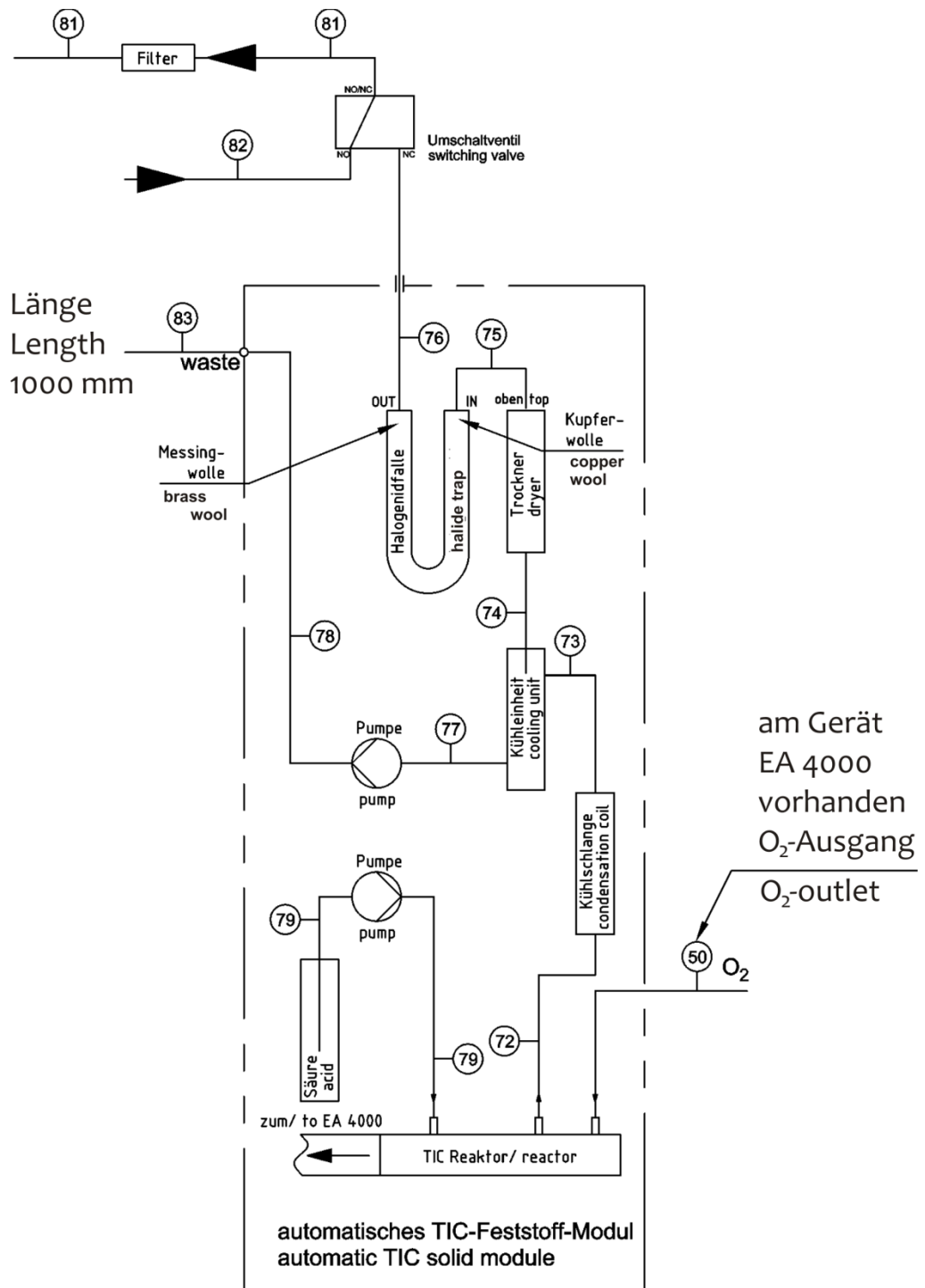
10.3.4 Installation du module pour solides TIC automatique

Raccords

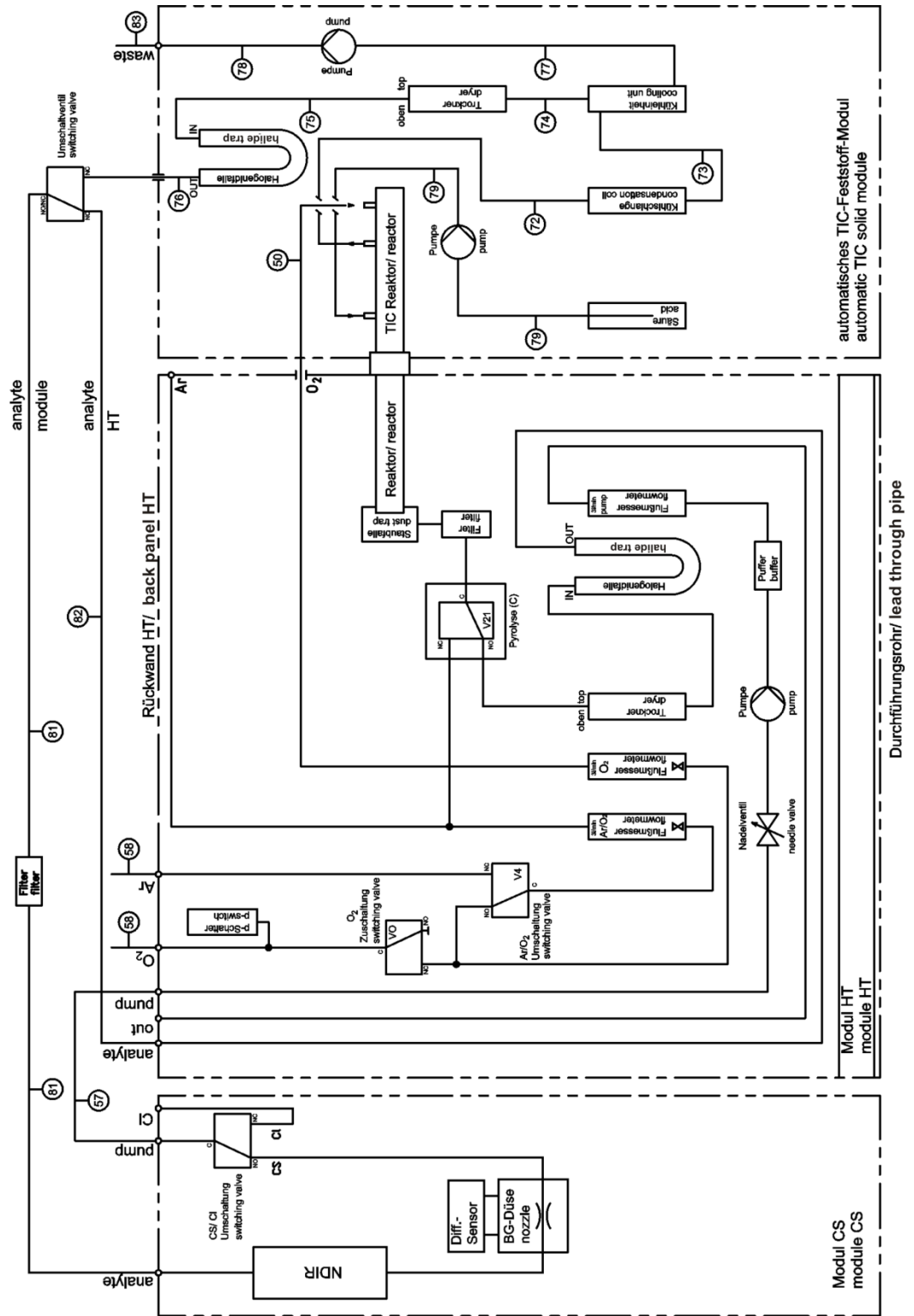
Pour la combinaison multi EA 4000 – module C/S - module CI, les raccords et liaisons suivants doivent être établis :

Raccords multi EA 4000	Cible
« valve »	⇒ Module TIC « valve (HT) »
« analyte »	⇒ Module TIC « analyte (HT) »
« O ₂ »	⇒ Raccord de gaz oxygène
Câble secteur	⇒ Raccordement au réseau
« COM »	⇒ Module TIC « COM (HT) »
« pump »	⇒ Module C/S « pump »
« Ar »	⇒ Raccord de gaz pour l'argon
« out »	⇒ Sortie ouverte
Autres raccords du module C/S	Cible
« PC »	⇒ Port USB pour le raccordement à l'ordinateur
« valve »	⇒ Module TIC « valve (module) »
« scale »	⇒ Balance externe (en option)
« COM »	⇒ Module TIC « COM (module) »
« sampler »	⇒ Raccord du passeur d'échantillons FPG 48
« analyte »	⇒ Module TIC « analyte (module) » Entre ces deux raccords, le piège à poussière doit être utilisé (voir Illust. 22 page 38).
Douille pour fiche secteur	⇒ Raccordement au réseau
Autres raccords du module TIC	Cible
« waste »	⇒ Raccord pour le tuyau de déchets pour évacuer le condensat
Douille pour fiche secteur	⇒ Raccordement au réseau

Plan de la tuyauterie



Illust. 40 Plan de la tuyauterie du module pour solides TIC automatique



Illust. 41 Plan de la tuyauterie multi EA C/S avec module pour solides TIC automatique raccordé

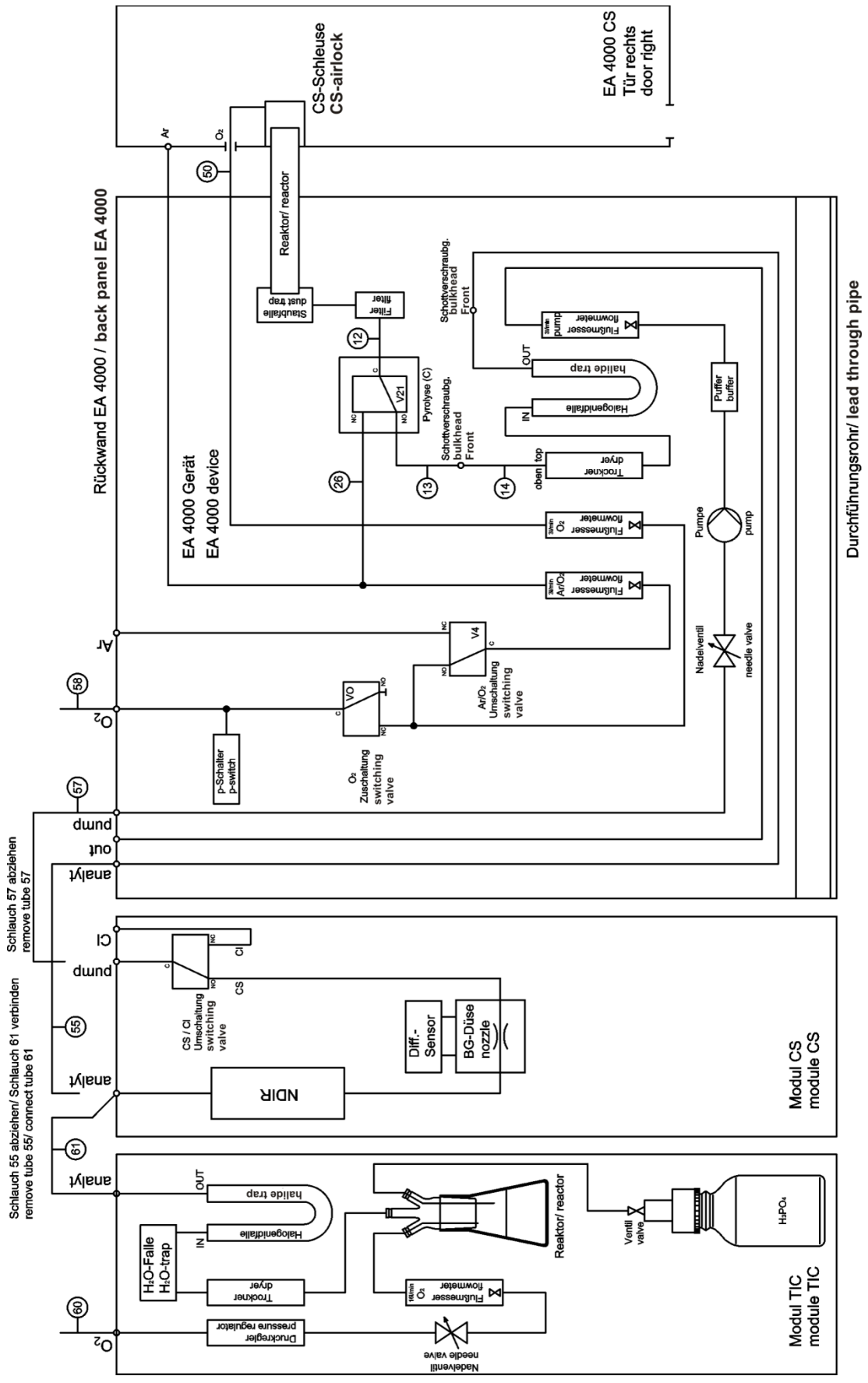
10.3.5 Installation du module TIC manuel

Réalisation des raccords et liaisons

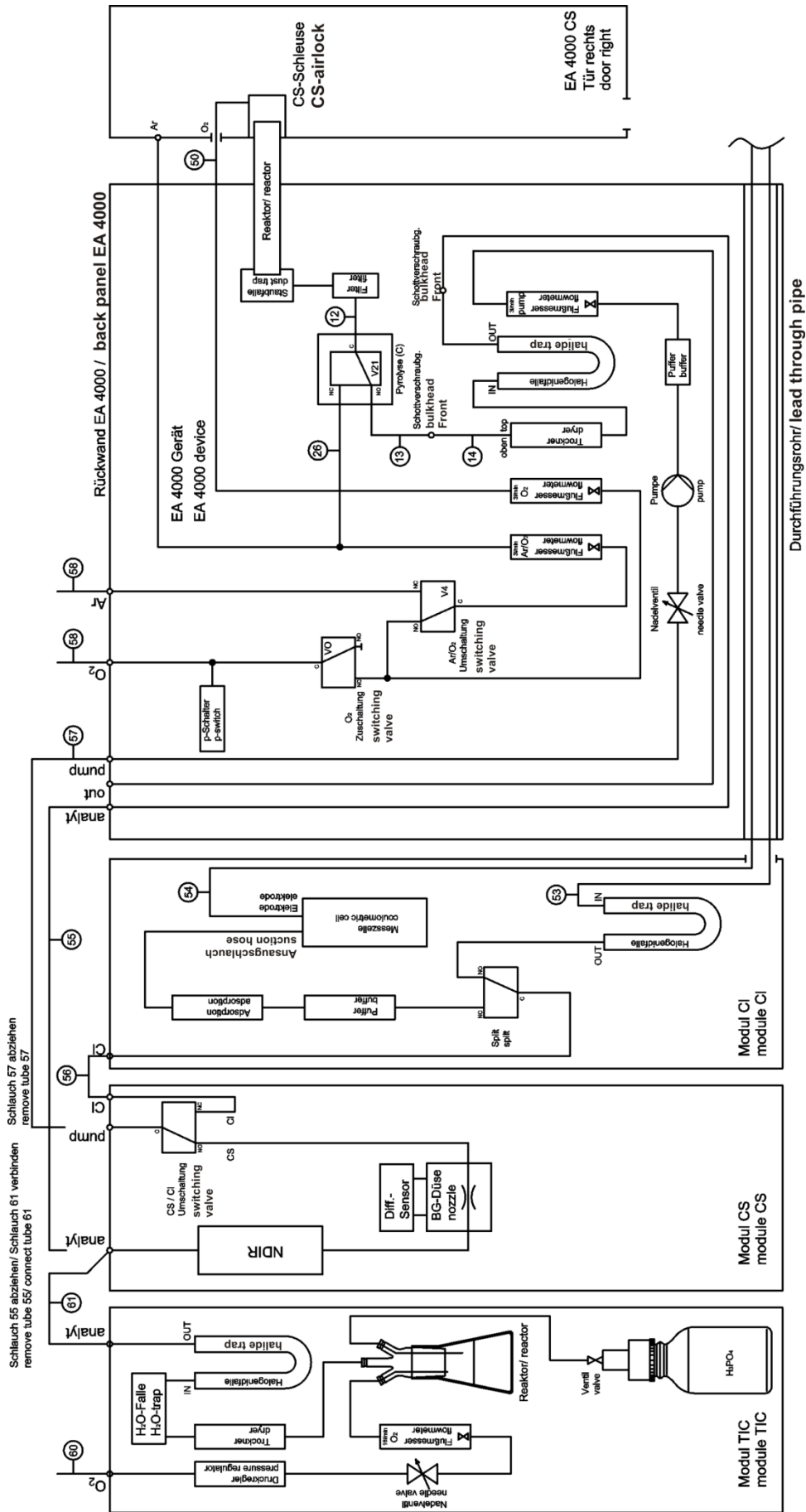
Pour la combinaison multi EA 4000 – module C/S - module pour solides TIC, les raccords et liaisons suivants doivent être établis :

Raccords multi EA 4000		Cible
« valve »	⇒	Module C/S « valve »
« analyte »	⇒	ouvert
« O ₂ »	⇒	Raccord de gaz oxygène
Câble secteur	⇒	Raccordement au réseau
« COM »	⇒	Module C/S « COM »
« pump »	⇒	ouvert
« Ar »	⇒	Raccord de gaz pour l'argon
« out »	⇒	Sortie ouverte
Raccords du module C/S		Cible
« PC »	⇒	Port USB pour le raccordement à l'ordinateur
« scale »	⇒	Balance externe (en option)
« pump »	⇒	ouvert
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau
Raccord « analyte »	⇒	Module TIC « analyte »
Autres raccords du module TIC		
« O ₂ »	⇒	Raccord de gaz oxygène avec raccord rapide Régler la pression d'admission de l'oxygène de 2 à 4 bar.
Douille pour fiche secteur	⇒	Raccordement au réseau

Plan des tuyauteries



Illust. 42 Plan de la tuyauterie multi EA C/S avec module pour solides TIC manuel



Illust. 43 Plan de la tuyauterie multi EA C/S CI avec module pour solides TIC manuel

10.4 Raccordement et utilisation du passeur d'échantillons FPG 48

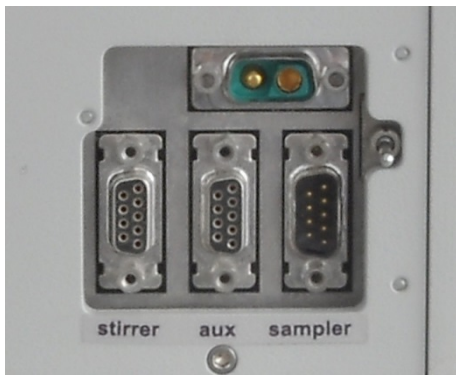
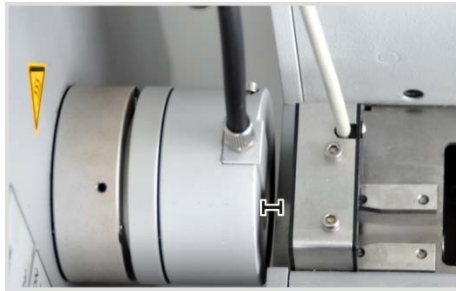



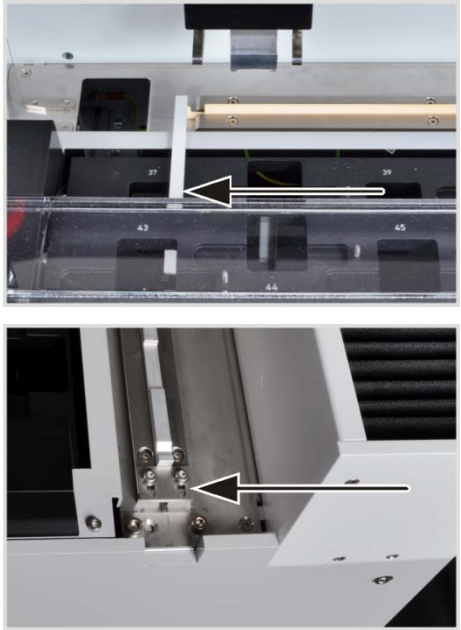
ATTENTION

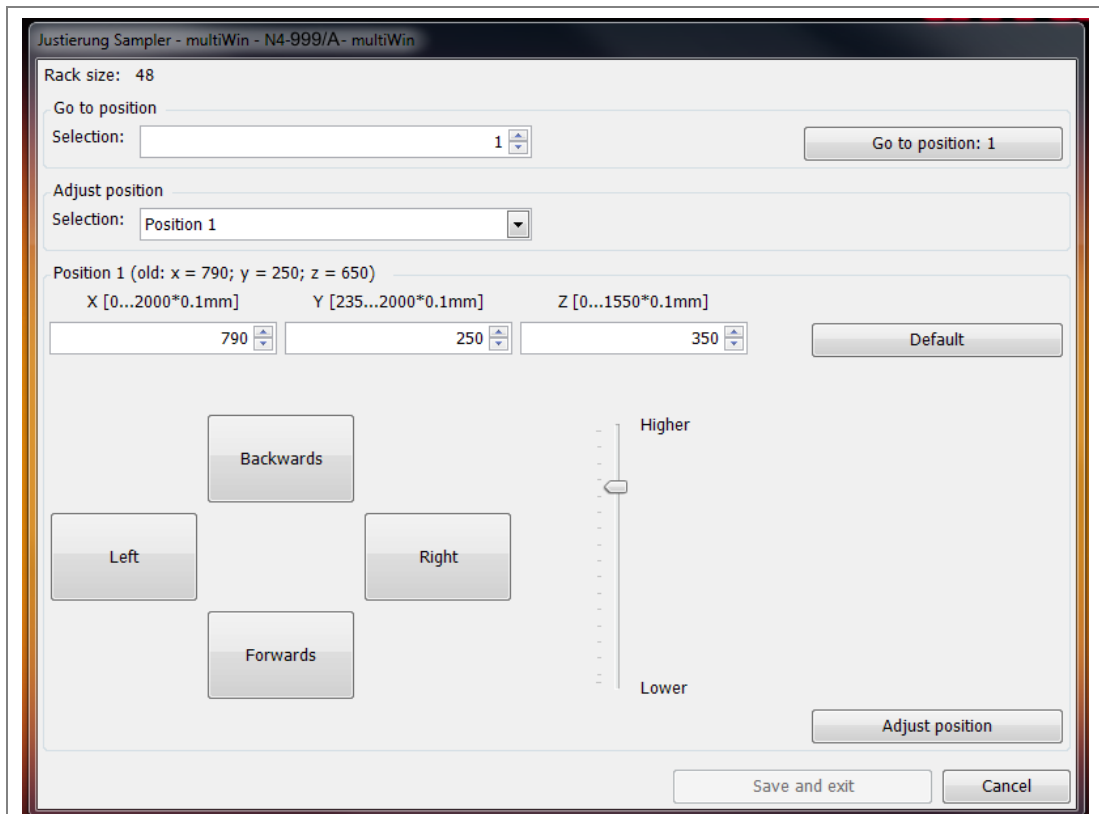
Lors de l'installation et avant de traiter les échantillons, veiller à ce que le passeur d'échantillons soit parallèle à l'appareil de base et se trouve au même niveau que le tube de travail ! Si la nacelle d'échantillon est introduite dans le four en biais ou à la mauvaise hauteur par rapport au tube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

10.4.1 Installation et ajustage du passeur d'échantillons FPG 48

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

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Placer le passeur d'échantillon à droite de l'analyseur. 2. Brancher le câble côté basse tension du bloc d'alimentation de table au raccord situé au dos du passeur d'échantillon. Raccorder le bloc d'alimentation au secteur. 3. Raccorder le câble de données sériel fourni à l'interface « sampler » située au dos du passeur d'échantillons. Connecter l'autre extrémité du câble à l'interface « sampler » au dos du module qui contient l'unité de commande (module C/S ou module CI). 4. Brancher le détecteur de nacelles au raccord « aux » situé au dos du passeur d'échantillons. 5. Brancher le conducteur de protection au raccord situé au dos de l'appareil de base.
	<ol style="list-style-type: none"> 6. Installer le passeur d'échantillons parallèlement à l'appareil de base. Le prolongement du crochet doit se situer au milieu de l'écluse à gaz. <p>Attention : il doit rester entre le FPG 48 et l'écluse à gaz une fente d'env. 2 mm afin de pouvoir compenser la dilatation thermique du tube de combustion. Le FPG 48 ne doit pas appuyer sur l'écluse à gaz.</p> 7. Corriger le cas échéant la hauteur du passeur d'échantillons avec les pieds réglables. Le bord inférieur de l'ouverture de l'écluse à gaz doit se situer au niveau du bord supérieur de la surface de pose du passeur d'échantillons.

	<ol style="list-style-type: none"> 8. Placer le crochet en céramique dans le rail de guidage du passeur d'échantillons. 9. Mettre la tringle coulissante sur le crochet, de manière à ce que la broche se trouve dans la fente. 10. Insérer une nacelle dans l'avancée (accrocher l'œillet de la nacelle dans le crochet) et pousser la nacelle à la main avec précaution dans le four. Veiller à ce que le crochet ne se plie pas ou avance de travers. Si c'est le cas, corriger la position du passeur d'échantillons.
	<p>Contrôler la position de départ du crochet en céramique. Le crochet doit être aligné avec le bord droit de la position gauche de la nacelle (ici position 37).</p> <ol style="list-style-type: none"> 11. Poser une bande de papier ou de plastique droite (par ex. une règle) sur le bord et positionner la pointe du crochet en céramique. 12. Si le réglage effectué à l'usine n'est pas correct, desserrer les vis se trouvant sur la tôle de butée du rail de guidage. Pousser la tôle jusqu'à ce qu'elle touche l'extrémité de la tringle coulissante. Fixer la tôle de butée avec les vis.
<p>Attention ! Ne pas déplacer le bras du passeur d'échantillons à la main lorsque le passeur d'échantillons est sous tension. Les entraînements du FPG 48 risqueraient d'être endommagés.</p> <p>Ajustage du grappin</p> <p>Ajuster le grappin à l'aide du logiciel multWin aux positions suivantes :</p> <ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> Position 1 <input type="checkbox"/> Position d'insertion <input type="checkbox"/> Rail d'éjection (par ex. après l'installation du module pour solides TIC automatique) <p>Position 1</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Mettre sous tension l'appareil de base, le détecteur avec l'unité de commande, et le cas échéant le module pour solides TIC automatique et le FPG 48. Démarrer le logiciel multiWin et initialiser l'analyseur. 2. Sélectionner la commande de menu SYSTEM / SAMPLER ALIGNMENT. La fenêtre du même nom s'ouvre. 	


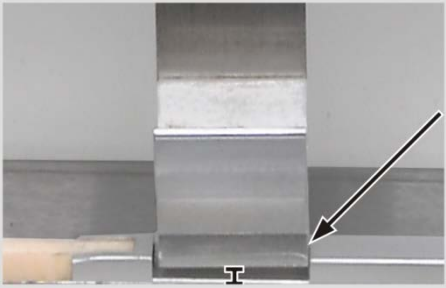
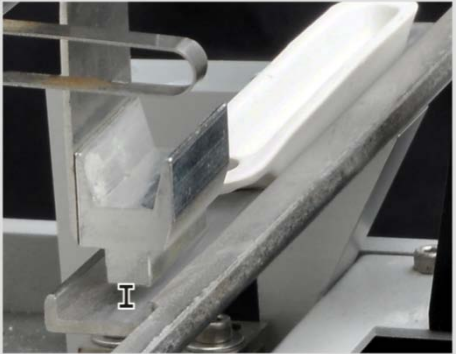


3. Insérer l'outil d'ajustage dans la position de nacelle à ajuster sur le rack (ici position 37).
4. Choisir dans la liste l'option POSITION 1 et cliquer sur [ADJUST POSITION]. Le bras du passeur d'échantillons se déplace au-dessus de la position gauche de la nacelle.
5. Vérifier que le grappin se trouve au milieu au-dessus de l'outil d'ajustage et qu'il peut rentrer dans l'ouverture sans obstacle. Corriger si nécessaire l'orientation dans les directions x et y en utilisant les touches de direction.

Sélectionner pour l'ajustage grossier une valeur z de 350, et pour l'ajustage de précision des valeurs de 450-550. Cela permet d'éviter que le griffon ne percute trop brutalement le passeur d'échantillons.

Contrôler les modifications en cliquant sur [ADJUST POSITION].

6. Ajuster le niveau d'abaissement du grappin. Cliquer à nouveau sur [ADJUST POSITION] et retirer l'outil d'ajustage lors du retour du bras de prélèvement dans sa position initiale.
7. Régler avec le régulateur HIGHER / LOWER le niveau d'abaissement du grappin et régler la nouvelle position en cliquant sur [ADJUST POSITION].

	<ol style="list-style-type: none"> 8. Répéter la procédure jusqu'à ce que le griffon ne soit plus qu'à quelques millimètres en dessous du plateau de la nacelle. Vous évitez ainsi que la nacelle ne glisse lors de la prise par le griffon. 9. Cliquer sur [SAVE AND EXIT].
	<p>Position d'insertion</p> <p>La position d'insertion est l'encoche située sur la tringle coulissante du crochet en céramique. Le bras du passeur d'échantillons s'insère dans cette encoche et pousse le crochet dans le four.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Mettre le crochet en céramique avec la tringle coulissante sur la tôle de butée du FPG 48. 2. Dans la fenêtre SAMPLER ALIGNMENT, sélectionner dans la liste l'option SLIDING POSITION et cliquer sur [ADJUST POSITION]. Le bras du passeur d'échantillons se déplace au-dessus de la position d'insertion. 3. Régler le niveau d'abaissement du grappin avec le régulateur HIGHER / LOWER. Ajuster la position dans l'encoche en utilisant les boutons [LEFT] / [RIGHT] et [BACKWARDS] / [FORWARDS]. Le grappin doit être ajusté sur la droite et au milieu de l'encoche. Le grappin doit flotter à env. 1 mm au-dessus de l'encoche. Le bras du passeur d'échantillons ne doit pas exercer de pression vers le bas sur la tringle coulissante. 4. Régler la nouvelle position en cliquant sur [ADJUST POSITION]. 5. Répéter la procédure jusqu'à ce que l'ajustage soit suffisant. Cliquer ensuite sur [SAVE AND EXIT].
	<p>Rail d'éjection</p> <p>Uniquement lorsque le plateau de la nacelle est monté (par ex. en cas d'utilisation du module pour solides TIC automatique)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Dans la fenêtre SAMPLER ALIGNMENT, sélectionner dans la liste l'option EJECTION RAIL et cliquer sur [ADJUST POSITION]. 2. Régler le niveau d'abaissement du grappin avec le régulateur HIGHER / LOWER. Le grappin doit flotter à env. 1 mm au-dessus du rail et ne doit pas reposer dessus.

- | | |
|--|--|
| | <ol style="list-style-type: none"> 3. Placer une nacelle à côté du grappin et vérifier que la nacelle ne peut pas glisser sous le grappin. 4. Régler la nouvelle position en cliquant sur [ADJUST POSITION]. 5. Lorsque la position est ajustée, cliquer sur [SAVE AND EXIT]. |
|--|--|

10.4.2 Remplir le passeur d'échantillons FPG 48





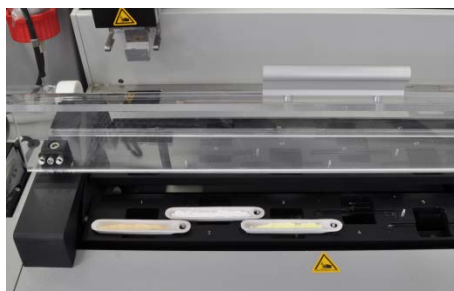
PRUDENCE ! RISQUE D'ECRASEMENT !

Le rack d'échantillons tournant et le grappin de nacelles peuvent écraser la main.

- Soyez particulièrement prudent lorsque vous garnissez le rack d'échantillons.
- Fermez le couvercle en verre acrylique au-dessus du rack d'échantillons.
- Pendant la mesure, ne saisissez pas le rack d'échantillons ni le grappin de nacelles.

La garniture du FPG 48 a lieu pendant la préparation de mesure du multi EA 4000. Le multi EA 4000 et le FPG 48 doivent être allumés et initialisés dans le programme multiWin.

- | | |
|--|--|
| <ol style="list-style-type: none"> 6. Garnir les nacelles en céramique d'échantillon et disposez les nacelles à côté du passeur d'échantillon. 7. Relever le couvercle au-dessus du rack d'échantillon. 8. Tourner avec les boutons  et  dans multiWin le rack d'échantillon dans la position voulue. | |
|--|--|



- | | |
|--|---|
| | <ol style="list-style-type: none"> 9. Mettez la nacelle chargée dans la position d'échantillon voulue. La courte tige métallique à côté de la position d'échantillon doit rentrer dans l'œillet de la nacelle. 10. Rabattre le couvercle vers le bas après avoir garni le rack d'échantillon. |
|--|---|

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

Après l'interruption manuelle ou en cas d'interruption par une erreur de l'appareil, le crochet de céramique peut se trouver dans une position incorrecte et se casser lorsque la mesure reprend.

- Pousser à la main le crochet en céramique jusqu'à la butée d'extrémité avant de reprendre les mesures.

10.4.4 Équipement ultérieur du passeur d'échantillons FPG 48 avec le détecteur de nacelles


Le détecteur de nacelles surveille le transfert de la nacelle du passeur d'échantillons FPG 48 jusqu'au four. Il reconnaît les états de défaut suivants :

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

Lorsqu'un état de défaut survient, la mesure est immédiatement interrompue. Le logiciel multiWin génère un message d'erreur.

Remarque : le détecteur de nacelles peut aussi être commandé séparément et être monté ultérieurement.

Installer le détecteur de nacelles comme suit sur le passeur d'échantillons :

	<ol style="list-style-type: none">1. Glisser le détecteur de nacelles par la gauche sur le rail de guidage court du FPG 48.2. Fixer le détecteur de nacelles à l'aide des deux vis à six pans creux.3. Brancher le détecteur de nacelles au raccord « aux » situé au dos du FPG 48.
--	---

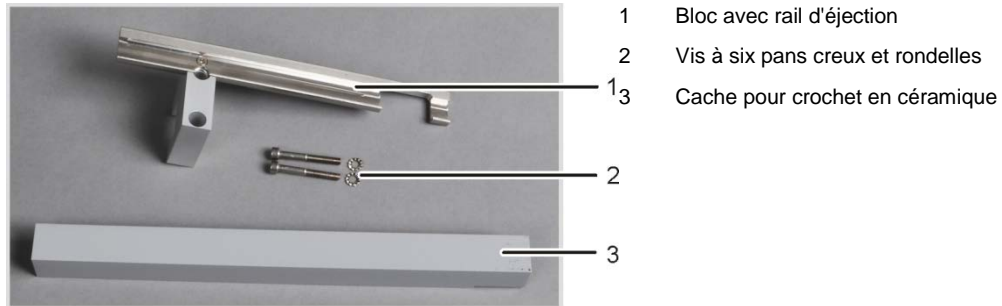
Pour reprendre une mesure après une interruption :

1. Confirmer l'erreur dans le logiciel.
2. Retirer le cas échéant la nacelle cassée.
3. Pousser le crochet en céramique et la tringle coulissante à la main sur la butée d'extrémité.
4. Réinitialiser l'appareil.

10.4.5 Équipement ultérieur du passeur d'échantillons FPG 48 avec le plateau de la nacelle

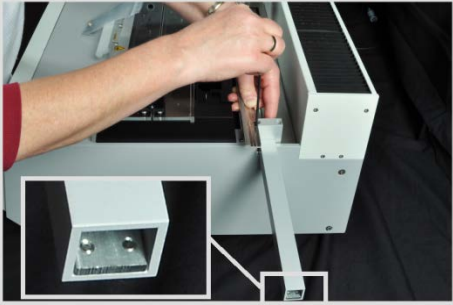
Pour les mesures avec le module pour solides TIC automatique, le passeur d'échantillons doit être modifié. Un rail d'éjection pour les nacelles usagées et un cache pour la tringle coulissante plus longue sont montés.

Remarque : le plateau de la nacelle peut aussi être commandé séparément et être monté ensuite.



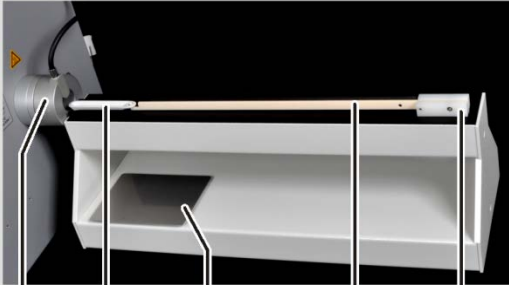
Illust. 44 Kit de modification du FPG 48 pour l'utilisation du plateau de la nacelle

<p>1 2</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Dévisser la tôle de butée du rail de guidage (1). 2. Retirer les deux vis à six pans creux (2).
	<ol style="list-style-type: none"> 3. Visser avec les vis fournies le bloc avec le plateau de la nacelle sur le FPG 48 sans le serrer. 4. Pousser le cache du crochet sous le bloc.
<p>37 43 44 45</p>	<ol style="list-style-type: none"> 5. Placer le crochet en céramique dans le rail de guidage du passeur d'échantillons. 6. Mettre la tringle coulissante sur le crochet, de manière à ce que la broche se trouve dans la fente. 7. Ajuster le crochet en céramique dans la position de sortie. La pointe du crochet doit être alignée avec le bord droit de la position gauche de la nacelle (ici position 37). Poser une bande de papier ou de plastique droite (par ex. une règle) sur le bord et positionner le crochet en céramique.

	<ol style="list-style-type: none"> 8. Déplacer le cache de sorte que l'extrémité arrière de la tringle coulissante touche la tôle de butée à l'extrémité du cache. (tôle de butée, voir fragment d'image) 9. Serrer les vis à six pans creux sur le bloc à la main et coincer le cache dans sa position ajustée.
<ol style="list-style-type: none"> 10. Démarrer le logiciel Software multiWin et se connecter en tant qu'administrateur. 11. Sélectionner la commande de menu DEVICE / DEVICE – EDIT. La fenêtre du même nom s'ouvre. 12. Dans la partie ACCESSORY MODULES, cocher EJECTION RAIL. 13. Ajuster la position du grappin par rapport au rail d'éjection (voir paragraphe « Installation et ajustage du passeur d'échantillons FPG 48 » page 143). 	

10.5 Utilisation de l'avance manuelle d'alimentation des échantillons

Placer l'avance manuelle des échantillons de la manière suivante :

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Placer l'avance manuelle des échantillons avant l'écluse à gaz. Positionner l'avance de l'échantillon de sorte que la nacelle en céramique se déplace exactement au milieu dans l'écluse à gaz. La distance entre l'avance et l'écluse à gaz doit être env. de 2 mm. 2. Placer une nacelle avec l'oeillet sur le crochet de l'avance d'échantillon et pousser la nacelle dans le four. Attention : Saisir le crochet uniquement sur la poignée. Il existe un risque de brûlures sur le four de combustion brûlant. S'assurer que la nacelle ne se plie pas, sinon, corriger la position de l'avance d'échantillons. 												
<table border="0"> <tr> <td>1</td> <td>Écluse à gaz</td> <td>4</td> <td>Crochet en céramique</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>Nacelle en céramique</td> <td>5</td> <td>Poignée</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>Surface de dépose</td> <td></td> <td></td> </tr> </table>	1	Écluse à gaz	4	Crochet en céramique	2	Nacelle en céramique	5	Poignée	3	Surface de dépose			<ol style="list-style-type: none"> 3. Retirer les nacelles chaudes du crochet avec une pincette et les laisser refroidir sur la surface de dépose.
1	Écluse à gaz	4	Crochet en céramique										
2	Nacelle en céramique	5	Poignée										
3	Surface de dépose												

10.6 Raccordement et utilisation d'une balance externe

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

1. Raccorder la balance sur le raccord « scale » du module C/S ou du module CI.
2. Raccorder la balance au secteur.
3. Régler le débit en baud sur 9600.
4. La documentation de votre balance comprend des informations sur les autres réglages.

Lors de la reprise de la pesée des échantillons, procéder de la manière suivante :

1. Démarrer la mesure jusqu'à l'entrée de la séquence d'analyse.
2. Cliquer dans le tableau de la séquence sur le champ WEIGHT de l'échantillon.
3. Peser l'échantillon sur la nacelle.
4. Reprendre la valeur de la balance avec [OK].
✓ **La pesée s'affiche dans le champ d'entrée.**
5. Répéter les étapes (2) - (4) pour chaque ligne de séquence.

11 Mise au rebut



PROTECTION DE L'ENVIRONNEMENT

Une fois neutralisés, les déchets sont à éliminer conformément à la législation en vigueur.

Acide sulfurique

L'agent desséchant usagé de la détermination Cl est d'abord dilué avec précaution dans l'eau puis neutralisé avec une soude caustique. Les consignes de sécurité et signalements des dangers correspondants doivent être respectés ! Ces déchets neutralisés sont à éliminer conformément à la législation en vigueur.

Perchlorate de magnésium

L'agent desséchant usagé des déterminations C et S est transformé en produits réactifs moins dangereux en l'ajoutant à une solution de thiosulfate de sodium - éventuellement par acidification. Une fois neutralisés, le cas échéant, les déchets sont à éliminer conformément à la législation en vigueur.

Solution électrolytique

La solution électrolytique doit être neutralisée avec précaution et être collectée dans des récipients comme résidus de sel d'argent. Ces déchets sont à éliminer ou à recycler conformément à la législation en vigueur.

Adsorbant

Le charbon actif utilisé pour l'adsorption des vapeurs d'acide acétique doit être éliminé conformément à la législation en vigueur.

Piège à halogènes

Le piège à halogènes contient du cuivre. Prendre contact avec l'autorité responsable (administration ou entreprise de recyclage de déchets). Vous obtiendrez des informations sur le recyclage ou la mise au rebut.

Analyseur

Le multi EA 4000 doit être éliminé avec ses composants électroniques dès l'expiration de la durée de vie de l'appareil et conformément à la législation en vigueur sur les déchets électroniques.