

## **multi EA 4000**

Elementaranalysator

C-, S- und Cl-Feststoffanalytik



---

Betriebsanleitung

Service: Analytik Jena AG  
Kundendienst  
Konrad-Zuse-Str. 1  
07745 Jena  
Deutschland

Telefon: Hotline: + 49 (0) 3641 / 77-7407  
Fax: + 49 (0) 3641 / 77-7449  
E-Mail: service@analytik-jena.de

Allgemeine Informationen über die **Analytik Jena AG**  
im Internet: <http://www.analytik-jena.com>

## Copyrights und Warenzeichen

multi EA und multiWin sind in Deutschland eingetragene Warenzeichen der Analytik Jena AG.  
Microsoft und Windows sind eingetragene Warenzeichen der Microsoft Corp.  
Auf die Kennzeichnung ® oder TM wird in diesem Handbuch verzichtet.

Dokumentationsnummer: 11-889.704  
Version 01.16  
Ausführung der Technischen Dokumentation:  
Analytik Jena AG

# Inhalt

<b>1</b>	<b>Grundlegende Informationen</b>	<b>7</b>
1.1	Hinweise zur Benutzeranleitung	7
1.2	Verwendungszweck	7
1.3	Gewährleistung und Haftung	8
<b>2</b>	<b>Technische Daten</b>	<b>9</b>
<b>3</b>	<b>Sicherheitshinweise</b>	<b>11</b>
3.1	Normen und Richtlinien	11
3.2	Verwendete Symbole und Signalwörter	11
3.3	Sicherheitskennzeichnung am Analysator	12
3.4	Technischer Zustand	13
3.5	Anforderungen an das Bedienpersonal	13
3.6	Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen	14
3.7	Sicherheitshinweise Betrieb	15
3.7.1	Allgemeines	15
3.7.2	Sicherheitshinweise Explosionsschutz, Brandschutz	15
3.7.3	Sicherheitshinweise Elektrik	16
3.7.4	Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen	16
3.7.5	Umgang mit Hilfs- und Betriebsstoffen	17
3.7.6	Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur	21
3.8	Verhalten im Notfall	21
<b>4</b>	<b>Systemaufbau</b>	<b>22</b>
4.1	Gesamtübersicht	22
4.2	Grundgerät	22
4.2.1	Verbrennungssystem	22
4.2.2	Pneumatik und Schlauchsystem	23
4.2.3	Komponenten zur Messgastrocknung und Reinigung	24
4.2.4	Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse	25
4.3	C/S-Modul	27
4.4	CI- Modul	29
4.4.1	Coulometerbaugruppe und Messzelle	29
4.4.2	Verbrennungsrohr und Messgastrocknung	31
4.4.3	Messgasreinigung	32
4.4.4	Anschlüsse	33
4.5	Automatisches TIC-Feststoffmodul	34
4.5.1	Technische Daten	35
4.5.2	Aufbau	35
4.6	Manuelles TIC-Feststoffmodul	39
4.6.1	Technische Daten	39
4.6.2	Aufbau des Manuellen TIC-Feststoffmoduls	40
4.7	Weitere optionale Zubehöre	43

4.7.1	Probengeber.....	43
4.7.2	Flammensensor.....	43
4.7.3	Waage.....	43
<b>5</b>	<b>Messverfahren.....</b>	<b>44</b>
5.1	TC/TS-Analyse.....	44
5.2	TIC-Analyse.....	44
5.3	TOC-Analyse.....	45
5.3.1	Differenzmethode für die TOC-Analyse.....	45
5.3.2	Direktmethode für die TOC-Analyse.....	45
5.4	Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse: TC-EC (optional).....	46
5.5	Datenauswertung im C/S-Modus.....	46
5.5.1	Kalibrierverfahren.....	46
5.5.2	Tagesfaktor.....	47
5.5.3	Verfahrenskenndaten.....	47
5.5.4	Weitere Berechnungen.....	48
5.6	CI-Bestimmung.....	49
5.7	Datenauswertung im CI-Modus.....	49
5.7.1	Endpunktroutine.....	49
5.7.2	Messung mit Split / Splitfaktor.....	49
5.7.3	Auswertung.....	50
<b>6</b>	<b>Erstinbetriebnahme.....</b>	<b>51</b>
6.1	Standortanforderungen.....	51
6.1.1	Aufstellbedingungen.....	51
6.1.2	Platzbedarf.....	51
6.1.3	Energieversorgung.....	51
6.1.4	Gasversorgung.....	52
6.2	Analysator auspacken und aufstellen.....	52
<b>7</b>	<b>Bedienung.....</b>	<b>53</b>
7.1	Einschalten / Warmlaufphase / Einrichten.....	53
7.2	C/S-Messung.....	54
7.2.1	multi EA 4000 und C/S-Modul vorbereiten.....	54
7.2.2	C/S-Messung ausführen.....	57
7.3	Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse.....	59
7.3.1	multi EA 4000 und C/S-Modul vorbereiten.....	59
7.3.2	Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse ausführen.....	59
7.4	CI-Bestimmung.....	62
7.4.1	multi EA 4000 für CI-Messungen vorbereiten.....	62
7.4.2	Elektrolytlösung herstellen.....	66
7.4.3	Messzelle bereitstellen.....	67
7.4.4	Endpunktroutine.....	68
7.4.5	CI-Messung ausführen.....	69
7.4.6	Überprüfung des Splitverhältnisses.....	72

7.4.7	Quarzscheibchen ausbrennen .....	72
7.5	TIC/TOC-Bestimmung mit Automatischem TIC-Feststoffmodul.....	73
7.5.1	Automatisches TIC-Feststoffmodul für die Analyse vorbereiten.....	73
7.5.2	Benötigte Reagenzien.....	76
7.5.3	TIC-Bestimmung mit dem Automatischem TIC-Feststoffmodul ausführen .....	76
7.5.4	TOC-Bestimmung nach Differenzmethode mit dem Automatischem TIC-Feststoffmodul ausführen (empfohlene Methode).....	78
7.5.5	TOC-Messung mit Direktbestimmung .....	80
7.6	TIC-Bestimmung mit dem Manuellen TIC-Feststoffmodul.....	82
7.6.1	Manuelles TIC-Feststoffmodul und Analysator vorbereiten.....	82
7.6.2	TIC-Messung ausführen.....	82
<b>8</b>	<b>Wartung und Pflege .....</b>	<b>86</b>
8.1	Grundgerät multi EA 4000.....	86
8.1.1	Gerät reinigen und pflegen.....	86
8.1.2	Schlauchverbindungen prüfen .....	86
8.2	Betrieb mit C/S-Modul.....	87
8.2.1	Keramikkrohr überprüfen und wechseln .....	87
8.2.2	Staubfalle reinigen .....	88
8.2.3	Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln.....	90
8.2.4	Halogenidfalle erneuern.....	91
8.3	Betrieb mit CI-Modul.....	92
8.3.1	Schwefelsäure wechseln/Schwefelsäuregefäß reinigen .....	92
8.3.2	Verbrennungsrohr aus Quarzglas warten/wechseln .....	93
8.3.3	Kombielektrode warten .....	94
8.3.4	Messzellen warten .....	96
8.3.5	Adsorptionsmittel erneuern .....	96
8.4	Betrieb mit Automatischem TIC-Feststoffmodul.....	97
8.4.1	TIC-Reaktor des Automatischem TIC-Feststoffmoduls reinigen .....	97
8.4.2	Kondensationsschlange reinigen .....	99
8.4.3	Pumpschlauch ausbauen und ersetzen .....	100
8.4.4	Kondensationsgefäß reinigen .....	102
8.5	Manuelles TIC-Feststoffmodul .....	102
8.5.1	TIC-Reaktor am Manuellen TIC-Feststoffmodul reinigen.....	103
8.6	Wasserfallen ersetzen.....	103
<b>9</b>	<b>Störungsbeseitigung .....</b>	<b>104</b>
9.1	Allgemeine Hinweise.....	104
9.2	Fehlermeldungen in multiWin.....	104
9.3	Anzeigen im Fenster GERÄTE-STATUS .....	110
9.4	Gerätefehler .....	112
9.4.1	Grundgerät.....	112
9.4.2	C/S-Modul.....	113
9.4.3	CI-Modul.....	114

9.5	Fehler in der Gerätekommunikation .....	115
9.6	Analytische Probleme .....	116
9.6.1	C/S-Bestimmung .....	116
9.6.2	CI-Bestimmung .....	117
9.6.3	TIC-Bestimmung (Automatisches TIC-Feststoffmodul).....	118
9.6.4	TIC-Bestimmung (Manuelles TIC-Feststoffmodul).....	118
9.6.5	Messungen im Pyrolysemodus (EC).....	119
<b>10</b>	<b>Transport und Lagerung.....</b>	<b>120</b>
10.1	Transport .....	120
10.1.1	Analysator zum Transport vorbereiten.....	120
10.1.2	Hinweise zum Transport.....	121
10.1.3	Analysator im Labor umsetzen .....	121
10.2	Lagerung .....	122
10.3	Wiederinbetriebnahme nach Transport oder Lagerung .....	123
10.3.1	multi EA 4000 C/S aufstellen .....	123
10.3.2	multi EA 4000 CI aufstellen.....	126
10.3.3	multi EA 4000 C/S CI aufstellen.....	128
10.3.4	Automatisches TIC-Feststoffmodul aufstellen .....	132
10.3.5	Manuelles TIC-Modul aufstellen .....	135
10.4	Probengeber FPG 48 anschließen und verwenden.....	138
10.4.1	Probengeber FPG 48 aufstellen und justieren.....	138
10.4.2	Probengeber FPG 48 bestücken .....	142
10.4.3	Messabbruch unter Verwendung des Probengebers FPG 48 .....	142
10.4.4	Probengeber FPG 48 mit Schiffchensensor nachrüsten.....	143
10.4.5	Probengeber FPG 48 mit Schiffchenablage nachrüsten.....	143
10.5	Manuellen Probenzufuhrvorschub verwenden.....	145
10.6	Externe Waage anschließen und verwenden .....	145
<b>11</b>	<b>Entsorgung .....</b>	<b>146</b>

# Abbildungen

Abb. 1	Waagrechtöfen des Grundgeräts multi EA 4000 .....	23
Abb. 2	Durchflussmesser am Grundgeräts multi EA 4000 .....	24
Abb. 3	Staubfalle am Verbrennungsofen .....	24
Abb. 4	Trockenrohr und Halogenidfalle .....	25
Abb. 5	Statuslampe am Grundgerät multi EA 4000 .....	25
Abb. 6	Bedienelemente hinter den Fronttüren des multi EA 4000 .....	26
Abb. 7	Anschlüsse an der rechten Seite des multi EA 4000 .....	26
Abb. 8	Anschlüsse auf der Rückseite des multi EA 4000 .....	27
Abb. 9	Anzeigen und Anschlüsse an C/S-Modul .....	28
Abb. 10	CI-Modul .....	29
Abb. 11	Aufbau der Messzelle .....	30
Abb. 12	Kombielektrode für Messzelle .....	31
Abb. 13	Verbrennungsrohr aus Quarz mit Gasschleuse .....	31
Abb. 14	Schwefelsäuregefäße für die Messgastrocknung .....	32
Abb. 15	Halogenidfalle und Adsorptionsrohr im CI-Modul .....	32
Abb. 16	Anschlüsse des CI-Modul in Kombination mit einem C/S-Modul .....	33
Abb. 17	Anschlüsse für die coulometrische Messzelle an der Innenwand des CI-Moduls .....	33
Abb. 18	Automatisches TIC-Feststoffmodul .....	34
Abb. 19	TIC-Reaktor .....	35
Abb. 20	Schlauchpumpen am Automatischen TIC-Feststoffmodul .....	36
Abb. 21	Messgastrocknung und -reinigung am Automatischen TIC-Feststoffmodul .....	37
Abb. 22	Staubfilter vor Messgaseingang des C/S-Moduls .....	37
Abb. 23	Anschlüsse am Automatischen TIC-Feststoffmodul .....	38
Abb. 24	Manuelles TIC-Feststoffmodul .....	39
Abb. 25	TIC-Reaktor des Manuellen TIC-Feststoffmoduls .....	40
Abb. 26	Flussmesser für den Sauerstoffstrom .....	40
Abb. 27	Dosierpumpe für Säure am manuellen TIC-Feststoffmodul .....	41
Abb. 28	Komponenten zur Messgastrocknung und –reinigung am Manuellen TIC-Feststoffmodul ..	42
Abb. 29	Anschlüsse am Manuellen TIC-Feststoffmodul .....	42
Abb. 30	Halogenidfalle und Trockenrohr überprüfen .....	56
Abb. 31	Einzelteile für die Verbindung von TIC-Reaktor und Keramikrohr .....	73
Abb. 32	Schlauchverbindung an der Halogenfalle .....	86
Abb. 33	Fenster GERÄTE-STATUS .....	110
Abb. 34	Schlauchplan für multi EA 4000 C/S .....	124
Abb. 35	Schlauchplan multi EA C/S für Messung im Pyrolysemodus .....	125
Abb. 36	Schlauchplan multi EA CI .....	127
Abb. 37	Schlauchplan multi EA C/S CI für C/S-Messungen mit Keramikrohr und Sauerstoffschleuse .....	129

Abb. 38	Schlauchplan multi EA C/S CI für CI-Messungen mit Quarzrohr und Argonschleuse.....	130
Abb. 39	Schlauchplan multi EA C/S CI für Messungen im Pyrolysemodus.....	131
Abb. 40	Schlauchplan des Automatischen TIC-Feststoffmoduls.....	133
Abb. 41	Schlauchplan multi EA C/S mit angeschlossenem Automatischen TIC-Feststoffmodul .....	134
Abb. 42	Schlauchplan multi EA C/S mit Manuellem TIC-Feststoffmodul .....	136
Abb. 43	Schlauchplan multi EA C/S CI mit Manuellem TIC-Feststoffmodul .....	137
Abb. 44	Umrüstset des FPG 48 für die Nutzung der Schiffchenablage.....	143



# 1 Grundlegende Informationen

## 1.1 Hinweise zur Benutzeranleitung

Der Analysator multi EA 4000 ist für den Betrieb durch qualifiziertes Fachpersonal unter Beachtung dieser Benutzeranleitung vorgesehen.

Die Benutzeranleitung informiert über Aufbau und Funktion des Analysators und vermittelt dem mit der Elementar-Analytik vertrauten Bedienpersonal die notwendigen Kenntnisse zur sicheren Handhabung des Gerätes und seiner Komponenten. Die Benutzeranleitung gibt weiterhin Hinweise zu Wartung und Pflege des Gerätes sowie bei auftretenden Störungen Hinweise auf mögliche Ursachen und deren Beseitigung.

### Konventionen

Handlungsanweisungen mit zeitlicher Abfolge sind nummeriert, zu Handlungseinheiten zusammengefasst und mit dem entsprechenden Ergebnis versehen.

Aufzählungen ohne zeitliche Abfolge sind als Punktaufzählungen, Unteraufzählungen als Strichaufzählungen dargestellt.

Sicherheitshinweise sind mit Piktogrammen und einem Signalwort gekennzeichnet. Es werden Art und Quelle sowie die Folgen der Gefahr benannt sowie Hinweise zur Gefahrenabwehr gegeben. Die Bedeutung der verwendeten Piktogramme und Signalwörter ist im Abschnitt „Sicherheitshinweise“ S. 11 erläutert.

Die Elemente der Steuer- und Auswertesoftware sind wie folgt gekennzeichnet:

- Menübefehle, Schaltflächen, Optionen, Fensterbezeichnungen sind mit KAPITÄLCHEN ausgezeichnet.
- Menübefehle in einer Befehlsreihenfolge sind mit einem Schrägstrich (/) getrennt, z.B. METHODE / BEARBEITEN.
- Schaltflächen sind mit eckigen Klammern gekennzeichnet, z.B. [SICHERN].

## 1.2 Verwendungszweck

Der Elementar-Analysator multi EA 4000 ist ein Gerät zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehaltes und/oder Gesamtschwefelgehaltes oder zur Bestimmung des Gesamtchlorgehaltes in festen oder pastösen Proben. Er kann nach entsprechender Probenvorbereitung auch zur AOX-Bestimmung verwendet werden.

Das System wird entsprechend der spezifischen analytischen Anforderungen konfiguriert und erweitert.

Der Analysator multi EA 4000 ist durch seinen robusten modularen Aufbau, die einfache Bedienung und durch seine Erweiterbarkeit vielseitig einsetzbar.

### Abfallwirtschaft

Der multi EA 4000 ist in besonderem Maße für die TIC/TOC-Bestimmung in Abfällen aber auch für die Gesamtchlorbestimmung in Ersatzbrennstoffen einsetzbar.

### Umweltüberwachung

Der multi EA 4000 ermöglicht die simultane Kohlenstoff- und Schwefel-Bestimmung in der Sediment- und Bodenanalytik.

### Kraftwerk

Ein bedeutendes Einsatzgebiet für den multi EA 4000 ist sowohl die Schwefel-Bestimmung in Kohle oder Ascherückständen als auch die Erfassung des Restkohlenstoffs in Aschen von Verbrennungsanlagen. Die Chlor-Bestimmung in Ersatzbrennstoffen ist auch hier von Bedeutung.

### Materialprüfung

Der multi EA 4000 ermöglicht eine schnelle Schwefel- und/oder Kohlenstoffbestimmung in Baustoffen wie Zement oder Gips, in keramischen Werkstoffen oder Glasproben.

### Forschung und Lehre

Aufgrund der vielen spezifischen Konfigurationsmöglichkeiten eignet sich der multi EA 4000 für den Einsatz in Lehre und Forschung.

Der Analysator multi EA 4000 darf nur für die in dieser Benutzeranleitung beschriebenen Verfahren zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoff- und/oder des Gesamtschwefelgehaltes oder zur Bestimmung des Gesamtchlorgehaltes in festen, pastösen oder flüssigen Proben verwendet werden. Jeder darüber hinausgehende Gebrauch gilt als nicht bestimmungsgemäß! Für hieraus resultierende Schäden haftet allein der Betreiber.

Insbesondere dürfen mit dem Analysator keine brennbaren Flüssigkeiten oder Substanzen analysiert werden, die explosionsfähige Gemische bilden können. Mit dem Analysator dürfen keine konzentrierten Säuren analysiert werden.

Das Gerät darf nur mit Sauerstoff 2.5 und Argon 4.5 oder besser betrieben werden.

Die Betriebssicherheit des Analysators multi EA 4000 ist nur bei bestimmungsgemäßem Gebrauch entsprechend den Angaben in dieser Benutzeranleitung gewährleistet. Zum bestimmungsgemäßen Gebrauch gehört auch die Einhaltung der von der Analytik Jena AG vorgeschriebenen Installationsvoraussetzungen, die über die auf dem Titelblatt angegebene Kundendienstadresse angefordert werden können.

## 1.3 Gewährleistung und Haftung

Die Dauer der Gewährleistung sowie die Haftung entsprechen den gesetzlichen Vorschriften sowie den Regelungen in den Allgemeinen Geschäftsbedingungen der Analytik Jena AG.

Abweichungen von der in dieser Benutzeranleitung beschriebenen bestimmungsgemäßen Verwendung führen im Schadensfall zu Einschränkungen der Gewährleistung und Haftung. Schäden an Verschleißteilen sowie Glasbruch sind nicht in der Gewährleistung enthalten.

Gewährleistungs- und Haftungsansprüche bei Personen- und Sachschäden sind ausgeschlossen, wenn sie auf eine oder mehrere der folgenden Ursachen zurückzuführen sind:

- nicht bestimmungsgemäße Verwendung des Analysators multi EA 4000
- unsachgemäßes Inbetriebnehmen, Bedienen und Warten des Analysators
- Änderungen am Gerät ohne vorherige Absprache mit der Analytik Jena AG
- unbefugtes Eingreifen am Gerät
- Betreiben des Gerätes bei defekten Sicherheitseinrichtungen bzw. bei nicht ordnungsgemäß angebrachten Sicherheits- und Schutzeinrichtungen
- mangelhafte Überwachung der Geräteteile, die einem Verschleiß unterliegen
- Verwendung von nicht originalen Ersatzteilen, Verschleißteilen oder Verbrauchsmaterialien
- unsachgemäße Reparaturen
- Fehler, die auf Nichtbeachten dieser Benutzeranleitung zurückzuführen sind

## 2 Technische Daten

<b>Allgemeine Kenndaten</b>	
Bezeichnung/Typ	Analysator multi EA 4000
Abmessungen	Grundgerät (B x H x T) 550 x 500 x 550 mm je Modul: 300 x 500 x 550 mm Probengeber: 520 x 500 x 700 mm
Masse	ca. 35 kg
<b>Verfahrensdaten</b>	
Aufschlussprinzip	oxidative Verbrennung
Aufschlusstemperatur	je nach Anwendung 1000 – 1500 °C (auch niedrigere Temperaturen möglich)
Messverfahren	TC, TIC, TOC, TS, EC, TCI
Detektion C und S	NDIR (gekoppelt mit VITA-Verfahren)
Detektion Cl	Coulometrie
Probenmenge	bis 3000 mg
Probenzuführung	Einwaage in Porzellan- oder Quarzglasschiffchen automatischer Probengeber oder Handvorschub
Gasversorgung	Sauerstoff mind. 2.5 und Argon 4.5 mit Vordruck 2 – 4 bar
Steuerung/Auswertung (Steuer- und Auswertesoftware multiWin)	Echtzeitgrafik, Statusanzeige während der Analyse, grafische Darstellung der Messergebnisse, Ergebnisausdruck
<b>Elektrische Kenngrößen</b>	
Anschluss	230 V AC (+ 10%, -15%), 50/60 Hz
Absicherung	T16 A H
mittlere typische Leistungsaufnahme	3700 VA
Schnittstelle zum PC	USB
Funkentstörung (Elektromagnetische Verträglichkeit)	in Übereinstimmung mit den Bestimmungen nach EN 55022 Klasse A funkentstört und BMPT Vfg. 243/1991
<b>Umgebungsbedingungen</b>	
Temperatur bei Lagerung	5 – 55 °C
Temperatur im Betrieb	10 – 35 °C
Luftfeuchte im Betrieb	max. 90 % bei +30 °C
Luftfeuchte bei Lagerung	10 – 30 % (Trockenmittel verwenden)
Luftdruck	0,7 – 1,06 bar

### Mindestausstattung der Steuer- und Auswerteeinheit

Betriebssystem:	Windows XP Professional mit Service Pack 2.0 oder höher
Prozessor:	Pentium IV oder höher
Arbeitsspeicher:	2 GB
Freier Speicher auf Festplatte:	40 GB
Laufwerk:	CD-ROM Laufwerk
Bildschirmauflösung:	1024 x 768
Schnittstellen	USB 2.0

### Technische Daten CI-Modul

Messbereich (* mit Messgassplitting)	1 – 100 µg / 10 µg – 20 mg* absolut Gesamtchlor
Ofentemperatur	bis 1000 °C
Aufheizzeit	bis 30 min
Analysenzeit	bis 10 min – abhängig von Verbrennungszeit und Konzentration
Probeneinwaage (abhängig von Konsistenz und Matrix)	bis 3000 mg

## 3 Sicherheitshinweise

Lesen Sie dieses Kapitel zu Ihrer eigenen Sicherheit vor Inbetriebnahme und zum störungsfreien und sicheren Betrieb des Analysators multi EA 4000 sorgsam durch.

Befolgen Sie alle Sicherheitshinweise, die in dieser Benutzeranleitung aufgeführt sind sowie alle Meldungen und Hinweise, die von der Steuer- und Auswertesoftware multiWin auf dem Bildschirm angezeigt werden.

### 3.1 Normen und Richtlinien

Der Analysator ist nach den derzeit gültigen Regeln der Technik und den anerkannten sicherheitstechnischen Regeln gebaut.

Bei der Konstruktion des Analysators wurden die grundlegenden Sicherheits- und Gesundheitsanforderungen der zutreffenden Gesetze, Normen und Richtlinien angewandt. Die Sicherheit des Analysators wird durch die CE-Kennzeichnung und die Konformitätserklärung bestätigt.

Alle Angaben zur Sicherheit beziehen sich auf die derzeit gültigen Verordnungen der Europäischen Union. In anderen Ländern müssen die zutreffenden Gesetze und Landesverordnungen eingehalten werden.

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

Hinweise auf mögliche Gefahren ersetzen nicht die zu beachtenden Arbeitsschutzvorschriften.

### 3.2 Verwendete Symbole und Signalwörter

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



#### **WARNUNG**

Bezeichnet eine möglicherweise gefährliche Situation.

Wenn sie nicht gemieden wird, können Tod oder schwerste Verletzungen (Verkrüppelungen) die Folge sein.



#### **VORSICHT**

Bezeichnet eine möglicherweise gefährliche Situation.

Wenn sie nicht gemieden wird, können leichte oder geringfügige Verletzungen sowie Sachschäden die Folge sein.



#### **VORSICHT! HEIßE OBERFLÄCHE!**

Berührung der heißen Oberfläche kann Verbrennungen verursachen.



**WARNUNG! BERÜHRUNGSGEFÄHRLICHE ELEKTRISCHE SPANNUNG!**



**WICHTIG**

Bezeichnet Anwendungstipps und andere besonders nützliche Informationen, wobei keine gefährlichen oder schädlichen Situationen auftreten.



**UMWELTSCHUTZ**

Bezeichnet Anwendungstipps und Informationen, die beim sachgerechten Entsorgen und Handhaben der verwendeten Stoffe und Materialien helfen.

### 3.3 Sicherheitskennzeichnung am Analysator

Am Analysator und am Zubehör sind Sicherheitssymbole angebracht, deren Bedeutung unbedingt zu beachten ist.

Beschädigte oder fehlende Sicherheitssymbole können zu Fehlhandlungen mit Personen- und Sachschäden führen! Die Sicherheitssymbole dürfen nicht entfernt werden! Beschädigte Sicherheitssymbole sind umgehend zu ersetzen!

Am Analysator und am Zubehör sind folgende Sicherheitssymbole angebracht:



Warnung vor heißer Oberfläche



Warnung vor gefährlicher elektrischer Spannung



Warnung vor Verletzung der Hände durch Quetschung



Warnung vor gesundheitsschädlichen Stoffen



Warnung vor ätzenden Stoffen

## 3.4 Technischer Zustand

Der Analysator entspricht in Konstruktion und Bau den derzeit gültigen Regeln der Technik. Eigenmächtige Umbauten oder Veränderungen, besonders solche, die die Sicherheit des Personals und der Umwelt beeinflussen, sind grundsätzlich nicht gestattet.

Folgendes ist zu beachten:

- ❑ Jegliche Manipulation an den Sicherheitseinrichtungen ist verboten! Manipulationen an den Sicherheitseinrichtungen werden im Falle eines Unfalls als Vorsatz gewertet!
- ❑ Der Betreiber ist verpflichtet, den Analysator nur in einwandfreiem, betriebssicherem Zustand zu betreiben. Der technische Zustand muss jederzeit den gesetzlichen Anforderungen und Vorschriften entsprechen.
- ❑ Der Analysator ist vor jedem Einsatz auf Beschädigungen und ordnungsgemäßen Zustand zu überprüfen.
- ❑ Eintretende Veränderungen am Analysator, die die Sicherheit beeinflussen, sind vom Bedienpersonal dem Betreiber sofort zu melden.
- ❑ Die Gerätekomponenten dürfen ausschließlich an die dafür vorgesehenen und konzipierten Versorgungsleitungen angeschlossen werden.
- ❑ Alle Sicherheitseinrichtungen und Verriegelungen müssen gut zugänglich sein und regelmäßig auf einwandfreie Funktion geprüft werden.

## 3.5 Anforderungen an das Bedienpersonal

Der Analysator multi EA 4000 darf nur von qualifiziertem und in den Umgang mit dem Analysator unterwiesenem Fachpersonal betrieben werden. Zur Unterweisung gehören auch das Vermitteln der Inhalte dieser Benutzeranleitung und der Benutzeranleitungen weiterer Systemkomponenten bzw. Ergänzungsgeräte.

Vom Analysator können Gefahren ausgehen, wenn dieser von nicht eingewiesenem Personal, unsachgemäß oder nicht bestimmungsgemäß eingesetzt wird.

Deshalb muss jede Person, die beauftragt ist, den Analysator zu bedienen, diese Benutzeranleitung und ggf. Benutzeranleitungen weiterer Ergänzungsgeräte gelesen und verstanden haben, bevor sie die entsprechenden Arbeiten ausführt. Dies gilt auch, wenn die betreffende Person mit einem solchen Analysator bereits gearbeitet hat oder geschult wurde.

Dem Betreiber wird empfohlen, sich vom Bedienpersonal die Kenntnisnahme des Inhalts der Benutzeranleitung schriftlich bestätigen zu lassen. Letztlich verantwortlich für den unfallfreien Betrieb ist der Betreiber des Analysators oder das von ihm autorisierte Fachpersonal.

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

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

Folgendes ist zu beachten:

- ❑ Der Analysator darf nur von geschultem und sicherheitstechnisch unterwiesenem Personal in Betrieb genommen, bedient und gewartet werden.
- ❑ Die Bedienung oder Wartung des Analysators von Minderjährigen oder Personen, die unter Alkohol-, Drogen- oder Medikamenteneinfluss stehen, ist nicht gestattet.
- ❑ Es ist sicherzustellen, dass nur dazu beauftragtes Personal am Analysator tätig ist.

- ❑ Dem Bedienpersonal müssen die Gefahren, die von den Messflüssigkeiten ausgehen, bekannt sein. Es sind entsprechende Körperschutzmittel zu benutzen.
- ❑ Vor Pausen bzw. nach Arbeitsende sind angemessene Hautreinigungs- und Hautschutzmaßnahmen durchzuführen.
- ❑ Essen, Trinken, Rauchen oder der Umgang mit offenem Feuer am Aufstellort des Analysators sind verboten!

### 3.6 Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen

Das Aufstellen des Analysators erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena AG oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal. Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig. Durch Fehlinstallationen können erhebliche Gefahren entstehen.

Folgendes ist zu beachten:

- ❑ Es besteht Verletzungsgefahr durch nicht ordnungsgemäß gesicherte Teile! Beim Transport sind die Gerätekomponenten entsprechend den Vorschriften der Benutzeranleitung zu sichern.
- ❑ Transportieren Sie den Analysator nur in der Originalverpackung! Achten Sie darauf, dass alle Transportsicherungen angebracht sind und der Analysator vollständig entleert ist.
- ❑ Um gesundheitliche Schäden zu vermeiden, ist beim Umsetzen (Heben und Tragen) des Analysators im Labor Folgendes zu beachten:
  - Zum Transport des Analysators sind aus Sicherheitsgründen 2 Personen erforderlich, die sich an beiden Geräteseiten positionieren.
  - Da der Analysator keine Tragegriffe aufweist, fassen Sie das Gerät fest mit beiden Händen an der Unterseite und achten Sie vor dem gleichzeitigen Anheben darauf, dass die empfindlichen Teile der Vorderseite durch die geschlossenen Türen geschützt sind.
  - Die Richtwerte und gesetzlich vorgeschriebenen Grenzwerte für das Heben und Tragen von Lasten ohne Hilfsmittel sind zu beachten und einzuhalten.



## 3.7 Sicherheitshinweise Betrieb

### 3.7.1 Allgemeines

Der Bediener des Analysators ist verpflichtet, sich vor jeder Inbetriebnahme vom ordnungsgemäßen Zustand des Analysators einschließlich seiner Sicherheitseinrichtungen zu überzeugen. Dies gilt insbesondere nach jeder Änderung oder Erweiterung bzw. nach jeder Reparatur des Analysators.

Folgendes ist zu beachten:

- Der Analysator darf nur betrieben werden, wenn alle Schutzeinrichtungen (z.B. Abdeckungen, Auffangschalen für Chemikalien und Türen) vorhanden, ordnungsgemäß installiert und voll funktionsfähig sind.
- Der ordnungsgemäße Zustand der Schutz- und Sicherheitseinrichtungen ist regelmäßig zu prüfen. Eventuell auftretende Mängel sind sofort zu beheben.
- Schutz- und Sicherheitseinrichtungen dürfen während des Betriebes niemals entfernt, verändert oder außer Betrieb gesetzt werden.
- Während des Betriebes ist stets die freie Zugänglichkeit des Hauptschalters an der Gehäuserückwand zu gewährleisten.
- Die am multi EA 4000 und den Erweiterungsmodulen vorhandenen Lüftungseinrichtungen müssen funktionsfähig sein. Verdeckte Lüftungsgitter, Lüftungsschlitze usw. können zu Betriebsstörungen oder Geräteschäden führen.
- Der Analysator darf nicht ohne montiertes Verbrennungsrohr eingeschaltet werden.
- Der Ofen arbeitet mit Temperaturen von bis zu 1500 °C. Die heißen Teile (Ofen, Gasschleuse, Schiffchen) dürfen während oder unmittelbar nach dem Betrieb des Analysators nicht berührt werden.  
Bei manuellem Betrieb müssen die heißen Schiffchen auf der Ablage des Handvorschubs oder auf einer anderen hitzebeständigen Unterlage deponiert werden.
- Während des automatischen Abkühlvorganges die Stromversorgung nicht unterbrechen. Bei längerem Stromausfall während des Betriebes Netzstecker ziehen und Gehäusewände öffnen, um Schäden durch Überhitzung zu vermeiden.
- Brennbare Materialien sind vom Analysator fernzuhalten.

### 3.7.2 Sicherheitshinweise Explosionsschutz, Brandschutz

Der Analysator darf nicht in explosionsgefährdeter Umgebung betrieben werden. Rauchen oder der Umgang mit offenem Feuer im Betriebsraum des Analysators sind verboten!

Dem Bedienpersonal muss der Standort der Löscheinrichtungen im Betriebsraum des Analysators bekannt sein.

### 3.7.3 Sicherheitshinweise Elektrik

Arbeiten an elektrischen Komponenten des Analysators sind nur von einer Elektrofachkraft entsprechend den geltenden elektrotechnischen Regeln vorzunehmen. Im Inneren des Analysators treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf!

Folgendes ist zu beachten:

- Erweiterungsmodule bzw. Systemkomponenten sind stets im ausgeschalteten Zustand an den Analysator elektrisch anzuschließen bzw. von ihm zu trennen.
- Vor dem Öffnen des Analysators ist dieser am Hauptschalter auszuschalten und der Netzstecker ist aus der Steckdose zu ziehen!
- Der Analysator darf nicht ohne montiertes Verbrennungsrohr eingeschaltet werden.
- Alle Arbeiten im rechten Seitenteil des Analysators sind nur dem Kundendienst der Analytik Jena AG und speziell autorisiertem Fachpersonal gestattet.
- Die elektrischen Komponenten sind regelmäßig von einer Elektrofachkraft zu prüfen. Alle Mängel, wie lose Verbindungen, defekte oder beschädigte Kabel, sind sofort zu beseitigen.
- Bei Störungen an elektrischen Komponenten ist der Analysator sofort am Hauptschalter (an der Gehäuserückwand) auszuschalten und der Netzstecker ist aus der Netzsteckdose zu ziehen.

### 3.7.4 Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen

Die Trägergase (Argon und/oder Sauerstoff) werden Druckgasbehältern oder lokalen Druckgasanlagen entnommen. Auf die geforderte Reinheit des Gases ist zu achten (→ siehe Kapitel "Technische Daten" S. 9)!

Arbeiten an Druckgasbehältern und -anlagen dürfen nur von Personen, die über spezielle Kenntnisse und Erfahrungen für Druckgasanlagen verfügen, durchgeführt werden.

Folgendes ist zu beachten:

- Für den Betrieb von Druckgasbehältern bzw. -anlagen müssen die am Einsatzort geltenden Sicherheitsvorschriften und Richtlinien in vollem Umfang eingehalten werden.
- Druckschläuche und Druckminderer dürfen nur für die zugeordneten Gase verwendet werden.
- Leitungen, Schläuche, Verschraubungen und Druckminderer für Sauerstoff müssen fettfrei gehalten werden.
- Alle Leitungen, Schläuche und Verschraubungen sind regelmäßig auf undichte Stellen und äußerlich erkennbare Beschädigungen zu prüfen. Undichte Stellen und Beschädigungen sind umgehend zu beseitigen.
- Vor Inspektions-, Wartungs- und Reparaturarbeiten sind die Ventile zu schließen und der Analysator ist zu entlüften!
- Nach erfolgter Reparatur und Wartung an den Komponenten der Druckgasbehälter bzw. der Druckgasanlage ist der Analysator vor Wiederinbetriebnahme auf Funktionalität zu überprüfen!
- Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig!

### 3.7.5 Umgang mit Hilfs- und Betriebsstoffen

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

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

Die folgenden allgemeinen Hinweise ersetzen nicht die spezifischen örtlichen Vorschriften bzw. die Vorschriften in den EG-Sicherheitsdatenblättern der Hersteller der Hilfs- und Betriebsstoffe.

Folgendes ist zu beachten:

- Für alle im Zusammenhang mit Betrieb oder Wartung des Analysators verwendeten Hilfs- und Betriebsstoffe sind die entsprechenden Vorschriften und die Hinweise in den EG-Sicherheitsdatenblättern der Hersteller bezüglich Lagerung, Handhabung, Einsatz und Entsorgung zu beachten und einzuhalten.
- Grundsätzlich dürfen Hilfs- und Betriebsstoffe niemals in Behältern oder Gefäßen für Nahrungsmittel aufbewahrt werden. Es sind stets für den jeweiligen Stoff zugelassene Behälter zu benutzen. Diese sind entsprechend zu kennzeichnen. Die Hinweise auf den Etiketten sind zu beachten!
- Beim Umgang mit den Reagenzien sind generell Schutzbrille und Schutzhandschuhe zu tragen. Die Hinweise auf den Etiketten sind stets zu beachten.
- Biologische Proben müssen nach den örtlichen Vorschriften für den Umgang mit infektiösem Material behandelt werden.
- Vorsicht beim Umgang mit Quarzglas- und Glasteilen. Es besteht Glasbruch- und damit Verletzungsgefahr!
- Hilfs- und Betriebsstoffe sowie deren Behältnisse dürfen nicht als Hausmüll entsorgt werden bzw. in die Kanalisation oder ins Erdreich gelangen. Für die Entsorgung dieser Stoffe sind die jeweils zutreffenden Vorschriften genau zu beachten.
- In den Arbeitsräumen ist stets für gute Raumbelüftung zu sorgen.

### Umgang mit konzentrierten Säuren

Folgende Säuren können bei der Analytik zum Einsatz kommen:

- konzentrierte Schwefelsäure als Trocknungsmittel bei der Cl-Bestimmung
- hochkonzentrierte Essigsäure und Salpetersäure für die Herstellung des Elektrolyten bei der Cl-Bestimmung
- ortho-Phosphorsäure bei der TIC-Bestimmung
- Salzsäure bei der TOC-Bestimmung

Beachten Sie unbedingt die entsprechenden Vorschriften und die Hinweise in den EG-Sicherheitsdatenblättern der Hersteller bezüglich Lagerung, Handhabung, Einsatz und Entsorgung.

Beachten Sie beim Umgang mit den oben genannten konzentrierten Säuren insbesondere folgende Hinweise:

- Die konzentrierte Säure kann starke Verätzungen und Reizungen hervorrufen!
- Tragen Sie beim Umgang mit konzentrierten Säuren unbedingt Schutzbrille und Schutzhandschuhe!
- Sorgen Sie in den Laborräumen für ausreichende Lüftung.

- Oben genannte konzentrierte Säuren dürfen nicht in die Kanalisation, in Oberflächenwasser oder in das Grundwasser gelangen! Für die Entsorgung sind die jeweils zutreffenden Vorschriften genau zu beachten.
- Lagern Sie die konzentrierten Säuren nur im Originalbehälter! Beachten Sie die Hinweise auf den Etiketten.



### WICHTIG

Führen Sie bei Verätzungen durch Säure sofort folgende Erste-Hilfe-Maßnahmen durch:

- bei Verätzungen der Haut:**  
Kontaminierte Kleidung und Schuhe sofort ablegen, betroffene Hautpartien mit Polyethylenglycol 400 abtupfen, anschließend gründlich mit reichlich Wasser abwaschen.
- bei Verätzungen der Augen:**  
Augen mit geöffneter Lidspalte mehrere Minuten unter fließendem Wasser ausspülen (mind. 10 Minuten), anschließend sofort einen Augenarzt aufsuchen (auch wenn keine unmittelbaren Symptome auftreten).
- bei Verätzungen der Atmungsorgane:**  
Betroffenen sofort an die frische Luft bringen.
- bei Verschlucken:**  
Viel Wasser zu trinken geben (ggf. mehrere Liter). Erbrechen vermeiden (Perforationsgefahr). Keine Neutralisationsversuche.

Suchen Sie in jedem Fall sofort nach Durchführung der Erste-Hilfe-Maßnahmen einen Arzt auf!

---

## Umgang mit weiteren Stoffen zur Elektrolytherstellung

Zur Herstellung der Elektrolytlösungen werden Thymol, Thymolblau, Gelatine und Methanol verwendet. Beachten Sie unbedingt die entsprechenden Vorschriften und die Hinweise in den EG-Sicherheitsdatenblättern der Hersteller bezüglich Lagerung, Handhabung, Einsatz und Entsorgung der Stoffe.

### Methanol

Beachten Sie beim Umgang mit Methanol insbesondere folgende Hinweise:

- Methanol ist giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut! Es besteht die Gefahr von irreversiblen Schäden!
- Tragen Sie beim Umgang mit Methanol unbedingt Schutzbrille und Schutzhandschuhe!
- Stellen Sie am Arbeitsplatz Augenwaschflaschen bereit.
- Sorgen Sie in den Laborräumen für ausreichende Lüftung.
- Methanol ist leicht entzündlich! Halten Sie Methanol von Zündquellen fern und treffen Sie Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen.
- Methanol darf nicht in die Kanalisation, in Oberflächenwasser oder in das Grundwasser gelangen! Für die Entsorgung sind die jeweils zutreffenden Vorschriften genau zu beachten.
- Lagern Sie Methanol gut verschlossen nur im Originalbehälter! Beachten Sie die Hinweise auf den Etiketten.



## WICHTIG

Führen Sie bei Schädigungen durch Methanol sofort folgende Erste-Hilfe-Maßnahmen durch (auf Selbstschutz achten!):

**nach Hautkontakt:**

Kontaminierte Kleidung ablegen, betroffene Hautpartien mit reichlich Wasser abwaschen.

**nach Augenkontakt:**

Augen mit geöffneter Lidspalte mit reichlich Wasser ausspülen, anschließend sofort einen Augenarzt aufsuchen.

**nach Einatmen:**

Betroffenen sofort an die frische Luft bringen. Bei Atemstillstand sofort Gerätebeatmung durchführen, ggf. Sauerstoffzufuhr. Sofort Arzt hinzuziehen.

**nach Verschlucken:**

Viel Wasser zu trinken geben (ggf. mehrere Liter). Erbrechen auslösen. Ethanol trinken lassen (z. B. 1 Trinkglas eines 40%igen alkoholischen Getränks). Arzt hinzuziehen und auf Methanol hinweisen.

Suchen Sie in jedem Fall sofort nach Durchführung der Erste-Hilfe-Maßnahmen einen Arzt auf!

---

## Thymol

Beachten Sie beim Umgang mit Thymol insbesondere folgende Hinweise:

- Thymol ist beim Verschlucken gesundheitsschädlich (Verätzungen)!
- Stellen Sie am Arbeitsplatz Augenwaschflaschen bereit.
- Sorgen Sie in den Laborräumen für ausreichende Lüftung.
- Thymol ist giftig für Wasserorganismen und kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben!
- Thymol darf nicht in die Kanalisation, in Oberflächenwasser oder in das Grundwasser gelangen! Für die Entsorgung sind die jeweils zutreffenden Vorschriften genau zu beachten.
- Lagern Sie Thymol gut verschlossen nur im Originalbehälter! Beachten Sie die Hinweise auf den Etiketten.



### WICHTIG

Führen Sie bei Kontakt mit Thymol sofort folgende Erste-Hilfe-Maßnahmen durch:

**nach Hautkontakt:**

Kontaminierte Kleidung sofort ablegen, betroffene Hautpartien mit Polyethylenglycol 400 abtupfen, anschließend gründlich mit reichlich Wasser abwaschen.

**nach Augenkontakt:**

Augen mit geöffnetem Lidspalt mehrere Minuten unter fließendem Wasser ausspülen (mind. 10 Minuten), anschließend sofort einen Augenarzt aufsuchen (auch wenn keine unmittelbaren Symptome auftreten).

**nach Einatmen:**

Betroffenen sofort an die frische Luft bringen.

**nach Verschlucken:**

Viel Wasser zu trinken geben (ggf. mehrere Liter). Erbrechen vermeiden (Perforationsgefahr). Keine Neutralisationsversuche.

Suchen Sie in jedem Fall sofort nach Durchführung der Erste-Hilfe-Maßnahmen einen Arzt auf!

---

### Gelatine, Thymolblau

Gelatine und Thymolblau sind keine gefährlichen Produkte im Sinne der EG-Richtlinien.

Führen Sie bei Kontakt mit diesen Stoffen folgende Erste-Hilfe Maßnahmen durch:

**nach Einatmen:**

Betroffenen an die frische Luft bringen.

**nach Hautkontakt:**

Mit reichlich Wasser abwaschen, kontaminierte Kleidung ablegen.

**nach Augenkontakt:**

Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen.

**nach Verschlucken:**

Viel Wasser zu trinken geben. Bei Unwohlsein Arzt konsultieren.

### Bildung von Essigsäuredämpfen

Bei der Chloranalyse kann es zur Bildung von Essigsäuredämpfen kommen. Diese reichern sich in der Gasphase über der Elektrolytoberfläche (Titrationszelle) bzw. im Modulgehäuse an.

Essigsäuredämpfe sind nicht nur korrosiv sondern auch gesundheitsschädlich.

Atmen Sie diese Dämpfe nicht ein! Schließen Sie unbedingt das Adsorptionsrohr mit Aktivkohle im Chlormodul an!

### 3.7.6 Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur

Die Wartung des Analysators erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena AG oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal.

Durch eigenmächtige Wartungsarbeiten kann der Analysator dejustiert oder beschädigt werden. Der Bediener darf deshalb grundsätzlich nur die im Abschnitt „Wartung und Pflege“ S. 86 aufgeführten Tätigkeiten ausführen.

Folgendes ist zu beachten:

- ❑ Die äußere Reinigung des Analysators darf erst nach Ausschalten des Analysators mit einem leicht angefeuchteten, nicht tropfenden Tuch erfolgen.
- ❑ Sämtliche Wartungs- und Reparaturarbeiten am Analysator sind grundsätzlich nur im ausgeschalteten Zustand durchzuführen (soweit nicht anders beschrieben).
- ❑ Wartungsarbeiten und der Wechsel von Systemkomponenten (Ausbau des Verbrennungsrohrs, Wartung der Staubfalle) sind nur nach ausreichend langer Abkühlphase durchzuführen.
- ❑ Vor Wartungs- und Reparaturarbeiten sind die Energie- und Gasversorgung abzustellen und der Analysator ist zu entlüften!
- ❑ Es sind ausschließlich Originalzubehör und Originalersatzteile der Analytik Jena AG zu verwenden. Die im Kapitel „Wartung und Pflege“ aufgeführten Hinweise sind zu beachten.
- ❑ Alle Schutzeinrichtungen sind sofort nach Beendigung der Wartungs- und Reparaturarbeiten wieder ordnungsgemäß zu installieren und auf ihre Funktion zu prüfen!

## 3.8 Verhalten im Notfall

In Gefahrensituationen oder bei Unfällen ist der Analysator sofort durch Betätigen der Hauptschalter (multi EA an der Frontseite, Module an der Gehäuserückwand) auszuschalten und die Netzstecker aus der Netzsteckdose zu ziehen!

Da im Gefahrenfall schnelles Reagieren lebensrettend sein kann, muss Folgendes gewährleistet sein:

- ❑ Das Bedienpersonal muss wissen, wo sich Sicherheitseinrichtungen, Unfall- und Gefahrenmelder sowie Erste-Hilfe- und Rettungseinrichtungen befinden, und mit ihrer Handhabung vertraut sein.
- ❑ Der Betreiber ist für eine entsprechende Schulung des Bedienpersonals verantwortlich.
- ❑ Alle Einrichtungen für Erste Hilfe (Verbandkasten, Augenspülflaschen, Trage usw.) sowie Mittel zur Brandbekämpfung (Feuerlöscher) sind in greifbarer Nähe und jederzeit gut zugänglich aufzubewahren. Alle Einrichtungen müssen sich in einwandfreiem Zustand befinden und sind regelmäßig daraufhin zu überprüfen.

## 4 Systemaufbau

### 4.1 Gesamtübersicht

Der Analysator multi EA 4000 ist modular aufgebaut. Das Grundgerät (Verbrennungseinheit) wird je nach Aufgabenstellung mit einem oder mehreren Detektormodulen kombiniert:

- Grundgerät
- Kohlenstoff- und/oder Schwefel-Modul (C/S-Modul)
- Chlor-Modul (Cl-Modul)
- TIC-Feststoffmodul (automatisch oder manuell)

Der Wechsel von C/S- zur Cl-Bestimmung ist möglich, ohne dass die pneumatischen und elektrischen Anschlüsse verändert werden müssen. Das Keramikrohr wird dabei durch ein Verbrennungsrohr aus Quarzglas ersetzt.

Die Probenüberführung in den Verbrennungsofen erfolgt

- automatisch mit dem Probengeber FPG 48 oder
- manuell mit einem Handvorschub.

Das Gerätesystem kann mit einer Waage mit Schnittstelle zum Steuerrechner kombiniert werden, welche automatisch die Probenmenge zur Berechnung der Analyseergebnisse übergibt.

Die Steuerelektronik befindet sich entsprechend der Grundkonfiguration in einem Detektor-modul.

- im C/S-Modul, wenn ein C/S-Modul angeschlossen ist
- im Cl-Modul, wenn der Analysator nicht mit einem C/S-Modul kombiniert ist.

Die Steuerung des Analysators und die Auswertung der Messdaten erfolgt über die Steuer- und Auswertesoftware multiWin, die auf einem externen PC installiert ist.

### 4.2 Grundgerät

Das Grundgerät des multi EA 4000 besteht aus folgenden Hauptkomponenten:

- Verbrennungssystem
- Pneumatik und Schlauchsystem
- Komponenten zur Messgastrocknung und -reinigung
- Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse

#### 4.2.1 Verbrennungssystem

Der Verbrennungsofen ist ein widerstandsbeheizter Waagerechtofen für Aufschlusstemperaturen bis zu 1500 °C. Als Reaktor dient ein Verbrennungsrohr. Die Zufuhr des Träger- und Verbrennungsgases erfolgt über eine offene Gasschleuse ins Innere des Verbrennungsrohres. Da der Gasstrom des Träger- und Verbrennungsgases höher ist als der Saugfluss des Messgases, wird durch den entstehenden Überdruck am Eingang des Verbrennungsrohres verhindert, dass Messgas austreten bzw. umgebende Luft in das Verbrennungsrohr eintreten kann.



Das Verbrennungsrohr für die C/S-Bestimmung besteht aus einer besonderen Hochtemperaturkeramik (HTC-High Temperatur Ceramic). Diese ist besonders robust, korrosionsbeständig und verschleißarm. Dank HTC-Technologie können Proben ohne Katalysatoren bei Temperaturen bis 1500 °C aufgeschlossen werden. Für besonders schwierige Matrices kann die Verbrennungstemperatur mit speziellen Zuschlägen auf 1800 °C (Nutzung des Exothermieeffektes) erhöht werden.

Als Verbrennungsrohr für die Cl-Bestimmung findet ein Quarzrohr Verwendung. Dieses ist besonders chemisch inert gegenüber HCl und verhindert bei der Analyse Minderbefunde und Memory-Effekte.

Das Verbrennungssystem ist mit einem Temperaturkontroller ausgerüstet, der das Aufheizen des Ofens überwacht, die Temperatur auf dem Sollwert hält und Überhitzung verhindert.



Waagrechtfofen



Offene Gasschleuse

Abb. 1 Waagrechtfofen des Grundgeräts multi EA 4000

## 4.2.2 Pneumatik und Schlauchsystem

### Schlauchsystem

Die Verbindung zwischen den einzelnen Komponenten des Grundgeräts untereinander und zu den Analysenmodulen erfolgt über ein Schlauchsystem. Den Aufbau des Schlauchsystems in den entsprechenden Modulkonfigurationen entnehmen Sie den Schlauchplänen im Abschnitt „Wiederinbetriebnahme nach Transport oder Lagerung“ S. 123 ff.

### Regulierung der Gasflüsse

Die Regelung der Gasflüsse für Trägergas und Verbrennungsgas erfolgt mittels manuell einstellbaren Durchflussmessern auf der Frontseite des Grundgerätes.

Für den stabilen Fluss des Messgases durch den Detektor sorgt eine integrierte Saugpumpe. Der erforderliche Saugfluss wird mit dem Ventil am Durchflussmesser „pump“ eingestellt.

Die Pumpe und die Gasflüsse werden automatisch zugeschaltet, wenn das multiWin-Programm gestartet ist und die Ist-Temperatur des Verbrennungsofens weniger als 50 K von der Solltemperatur abweicht. Weicht die Ist-Temperatur mehr als 50 K von der Solltemperatur ab, erfolgt die automatische Abschaltung der Pumpe und der Gasflüsse.

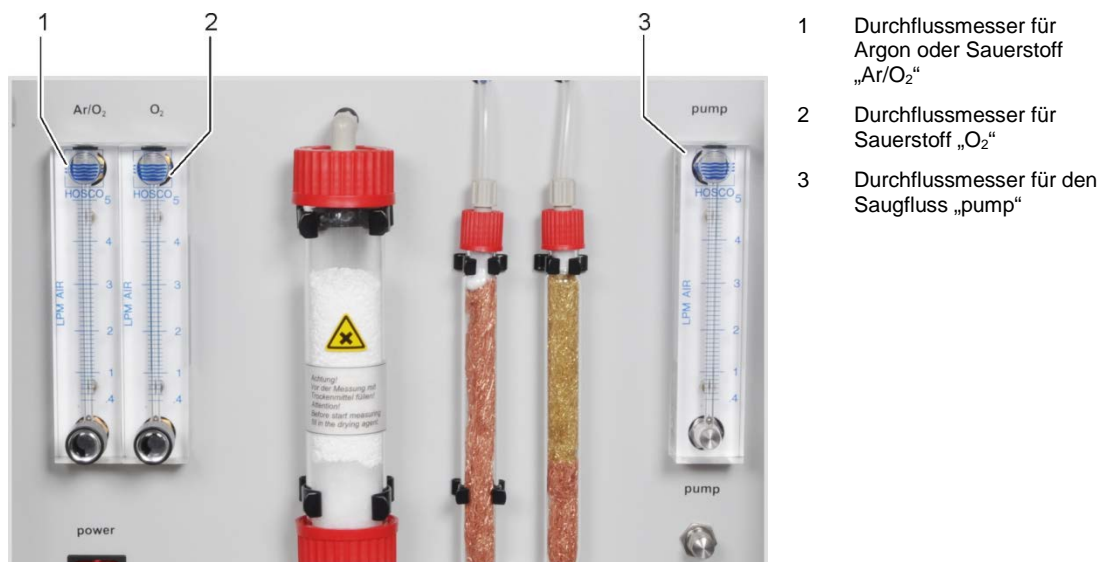


Abb. 2 Durchflussmesser am Grundgeräts multi EA 4000

### 4.2.3 Komponenten zur Messgastrocknung und Reinigung

#### Staubfalle für C/S-Bestimmungen

Die Staubfalle ist direkt an das Keramikverbrennungsrohr angesetzt. In ihr sedimentieren die Verbrennungstäube. Größere Partikel im Gasstrom prallen dabei gegen eine senkrecht zum Gasfluss aufgestellte Platte und fallen nach unten.

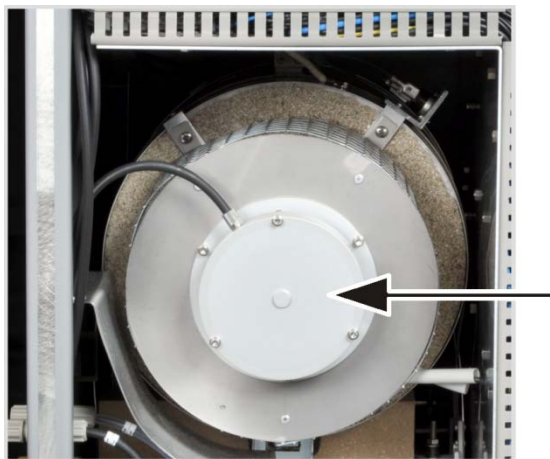


Abb. 3 Staubfalle am Verbrennungssofen

#### Trockenrohr und Halogenidfalle für C/S-Bestimmungen

Für die Trocknung des Messgases bei C/S-Bestimmungen ist das Trockenrohr, gefüllt mit Magnesiumperchlorat als Trockenmittel, in den Gasweg eingebaut.

Zur weitgehenden Entfernung störender Bestandteile des Messgases sowie zum Schutz der Detektoren und des Flussmessers ist im Grundgerät eine Halogenidfalle (U-Rohr) eingebaut. Das U-Rohr ist mit spezieller Kupferwolle und Messingwolle gefüllt. Die Füllung der Halogenidfalle muss spätestens dann erneuert werden, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt sind.

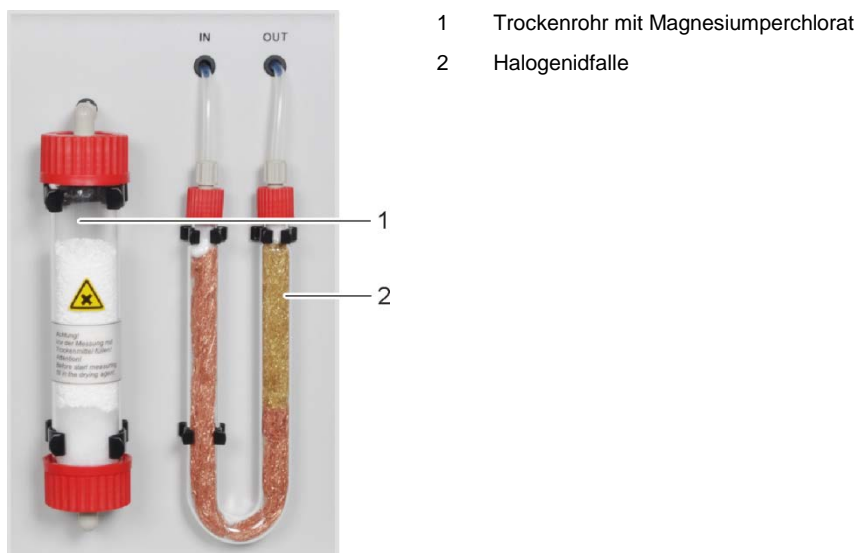


Abb. 4 Trockenrohr und Halogenidfalle

#### 4.2.4 Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse

Die an der linken Tür des Analysators angebrachte grüne LED leuchtet nach dem Einschalten des Analysators.

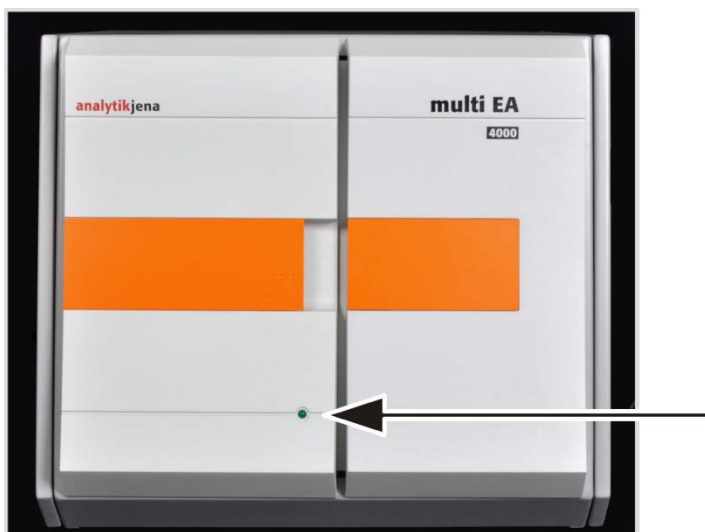
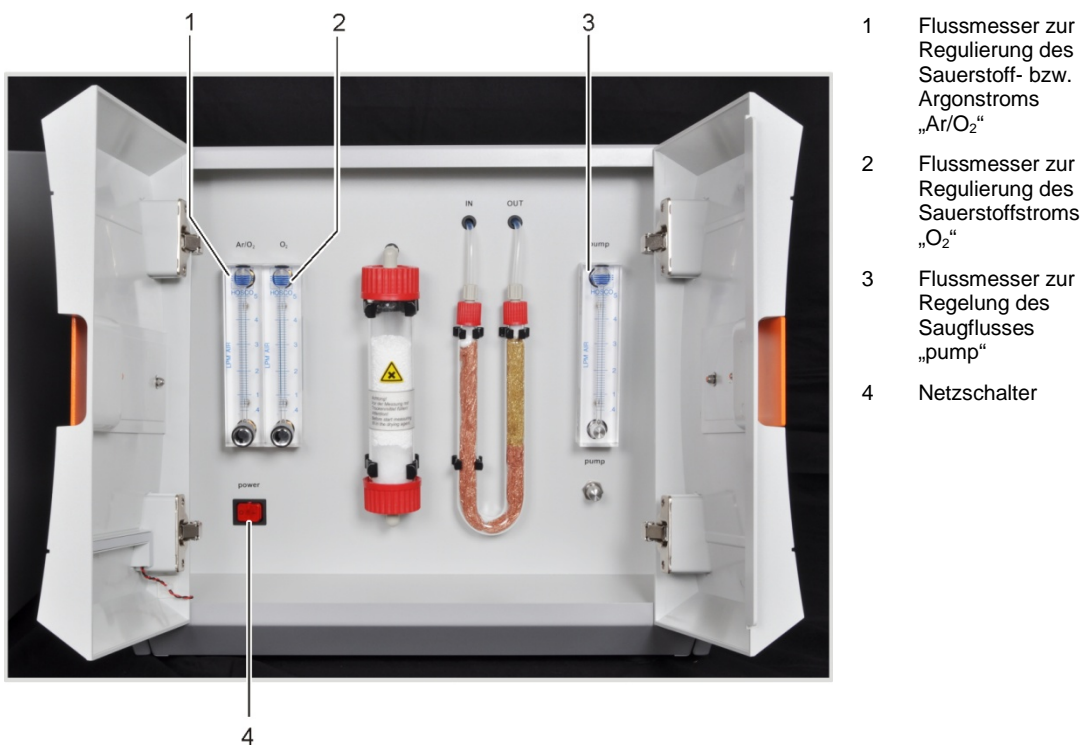


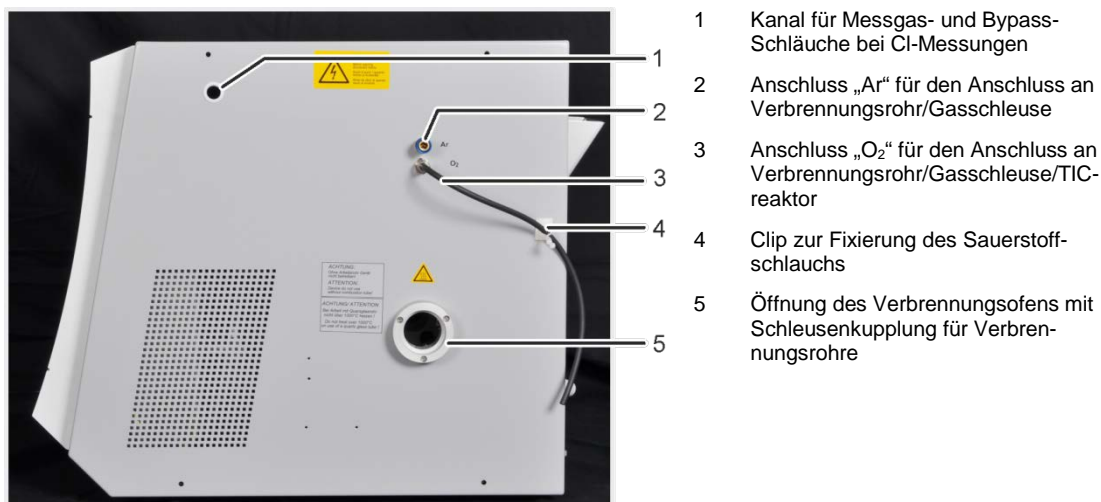
Abb. 5 Statuslampe am Grundgerät multi EA 4000

Hinter den Fronttüren befinden sich der Netzschalter und die Durchflussmesser für die manuelle Regelung der Gasströme.



- 1 Flussmesser zur Regulierung des Sauerstoff- bzw. Argonstroms „Ar/O<sub>2</sub>“
- 2 Flussmesser zur Regulierung des Sauerstoffstroms „O<sub>2</sub>“
- 3 Flussmesser zur Regelung des Saugflusses „pump“
- 4 Netzschalter

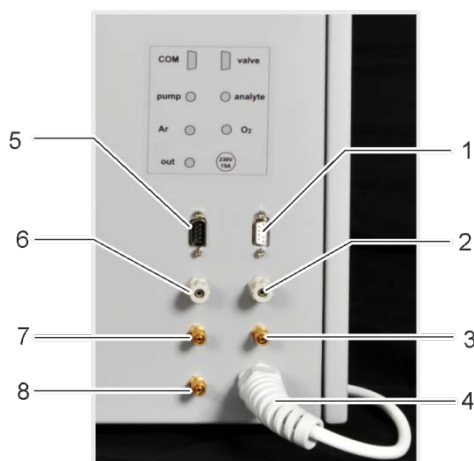
Abb. 6 Bedienelemente hinter den Fronttüren des multi EA 4000



- 1 Kanal für Messgas- und Bypass-Schläuche bei CI-Messungen
- 2 Anschluss „Ar“ für den Anschluss an Verbrennungsrohr/Gasschleuse
- 3 Anschluss „O<sub>2</sub>“ für den Anschluss an Verbrennungsrohr/Gasschleuse/TIC-Reaktor
- 4 Clip zur Fixierung des Sauerstoffschlauchs
- 5 Öffnung des Verbrennungsofens mit Schleusenkupplung für Verbrennungsrohre

Abb. 7 Anschlüsse an der rechten Seite des multi EA 4000

An der Rückseite des multi EA 4000 befinden sich die Gaseingänge für die Sauerstoff- und Argonzufuhr, die Anschlüsse für die Verbindung mit dem C/S- bzw. CI-Modul sowie das Netzanschlusskabel.



- 1 Anschluss „valve“ zum C/S-Modul
- 2 Anschluss „analyte“ zum C/S-Modul
- 3 Gasanschluss „O<sub>2</sub>“ für Sauerstoff
- 4 Netzkabel
- 5 Anschluss „COM“ zum C/S-Modul oder CI-Modul
- 6 Anschluss „pump“ zum C/S-Modul oder CI-Modul
- 7 Gasanschluss „Ar“ für Argon bei CI-Messungen und Pyrolyse
- 8 Anschluss „out“ – Messgasausgang

Abb. 8 Anschlüsse auf der Rückseite des multi EA 4000

## 4.3 C/S-Modul

### Varianten des C/S-Moduls

Das C/S-Detektormodul steht in drei Varianten zur Verfügung:

- das C/S-Modul mit  
CO<sub>2</sub> und SO<sub>2</sub>-Detektoren zur simultanen Bestimmung von Kohlenstoff und Schwefel
- das C-Modul mit  
CO<sub>2</sub>-Detektor zur Bestimmung von Kohlenstoff
- das S-Modul mit  
SO<sub>2</sub>-Detektor zur Bestimmung von Schwefel

Im C/S-Modul befindet sich immer die Steuerelektronik.

### Detektoren

Die NDIR-Detektoren (NichtDispersiver InfraRotabsorption-Detektor) befindet sich hinter der rechten Seitenwand des Analysators.

Gase mit Molekülen aus nicht gleichartigen Atomen besitzen im infraroten Wellenlängenbereich spezifische Absorptionsbanden. Wird ein Lichtstrahl durch eine Küvettenanordnung geschickt, die Gase im IR-aktiven Bereich enthält, so absorbieren diese Gaskomponenten auf den für sie charakteristischen Wellenlängen einen proportionalen Anteil der Gesamtstrahlung entsprechend ihres Konzentrationsanteils im Gasgemisch.

Die im C/S-Modul eingesetzten Detektoren sind selektiv für CO<sub>2</sub> und SO<sub>2</sub>.

### Messwertverarbeitung mit dem VITA-Verfahren

Die CO<sub>2</sub>/SO<sub>2</sub>-Moleküle werden messtechnisch solange erfasst, wie sie in der Küvette des NDIR-Detektors verweilen. Durch auftretende Schwankungen des Messgasflusses während der CO<sub>2</sub>/SO<sub>2</sub>-Messung werden CO<sub>2</sub>/SO<sub>2</sub>-Moleküle zeitweise spektrometrisch länger (niedriger Gasfluss) oder kürzer (höherer Gasfluss) erfasst.

Mit dem VITA-Verfahren (Verweilzeitgekoppelte Integration für TOC-Analysen) wird parallel zum NDIR-Signal der Messgasfluss erfasst. Auftretende Strömungsschwankungen werden

durch rechnergesteuerte Normierung des NDIR-Signals auf eine konstante Gasströmung kompensiert und erst anschließend erfolgt die Integration.

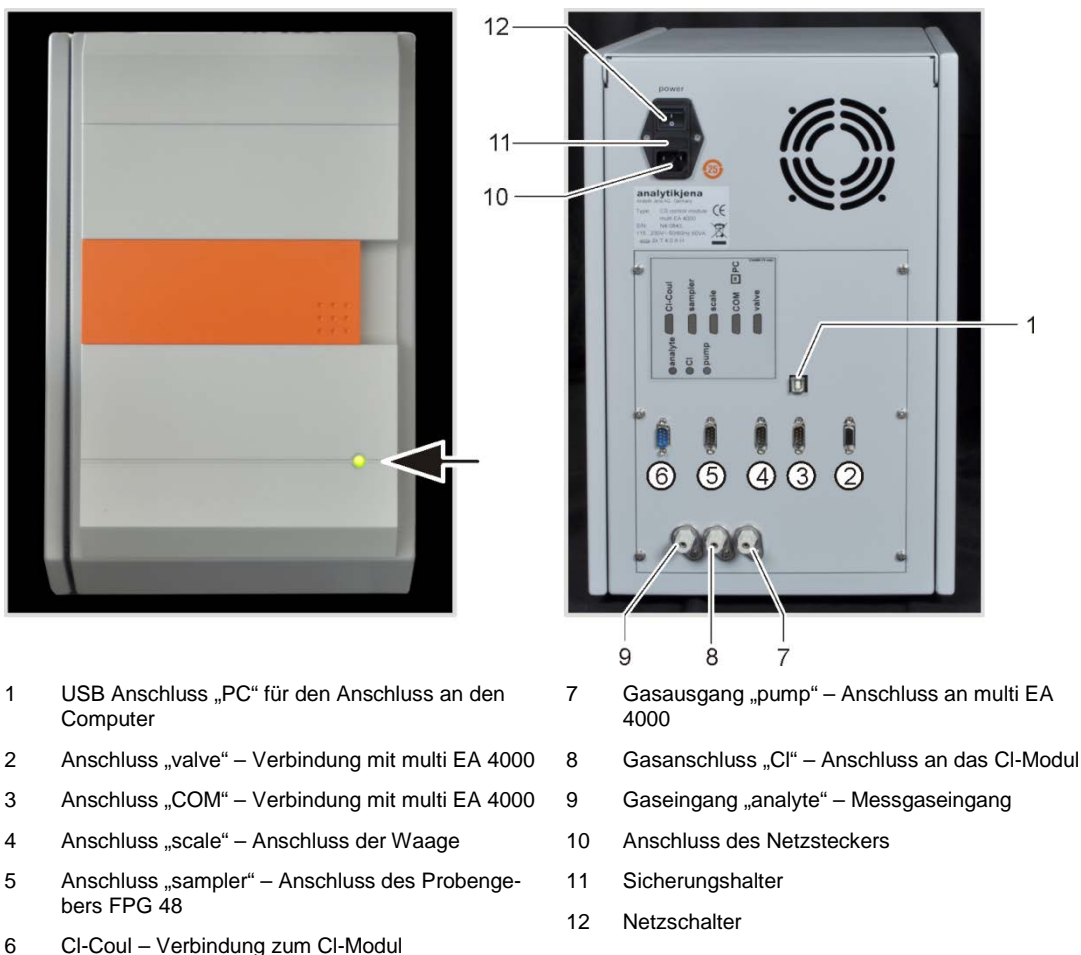
Zum Erfassen des Messgasflusses ist ein Flussmesser strömungstechnisch in unmittelbarer Nähe des NDIR-Detektors angeordnet.

### Kontrolle des Gasflusses

Ein Flussmesser überwacht den erforderlichen Saugfluss, die Werte werden in der Software erfasst. Abweichungen vom zulässigen Sollwert werden angezeigt und der Saugfluss kann am Ventil des Flussmessers „pump“ des Grundgeräts multi EA 4000 (3 in Abb. 6) korrigiert werden. Während einer Messung werden die Werte zur Integralkorrektur über das VITA-Verfahren verwendet.

### Anschlüsse

Die an der Frontseite des C/S-Moduls angebrachte grüne LED leuchtet nach dem Einschalten des Moduls. Auf der Rückseite befinden sich der Netzschalter mit Netzeingang und Sicherungshalter, die Anschlüsse zur Verbindung mit dem Grundgerät und den weiteren Zusatzmodulen, sowie die Ein- und Ausgänge für Messgasflüsse.



**Abb. 9** Anzeigen und Anschlüsse an C/S-Modul



## 4.4 CI- Modul

Das CI-Modul besteht aus folgenden Hauptkomponenten:

- Weitbereichscoulometer für Amperometrie
- Rühr-/Kühlblock für die Messzellen
- Messzellen mit Elektroden
- Schwefelsäuregefäß, gegebenenfalls mit Splitabgang und Sicherheitsgefäß
- Splitventil
- Puffergefäß, als Druckausgleich um die Schaltimpulse des Splitventils zu kompensieren
- Adsorptionsrohr
- Halogenidfalle

Für den multi EA 4000 CI befindet sich außerdem die Steuerelektronik im CI-Modul.

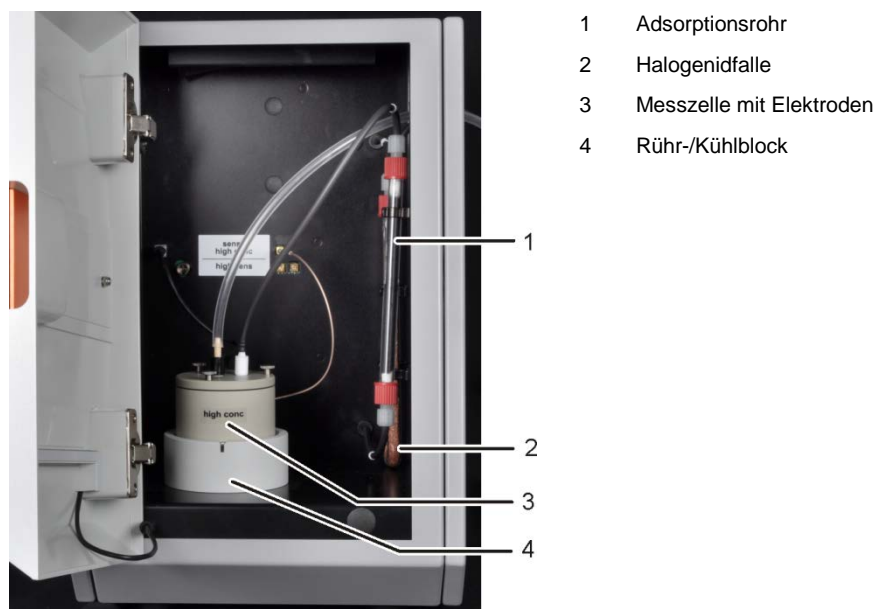


Abb. 10 CI-Modul

### 4.4.1 Coulometerbaugruppe und Messzelle

Die Messzelle steht in 2 Ausführungen zur Verfügung:

	„sensitive“ Messzelle 40 ml	„high concentration“ Messzelle 150 ml
Elektrolytvolumen	ca. 20 ml	ca. 120 ml
Messbereich – absolut CI (ohne Messgassplitting)	1 – 100 µg	10 – 1000 µg
Messbereich (mit Messgassplitting)	1 – 2 mg abs. Gesamtchlor	10 µg – 20 mg abs. Gesamtchlor
Rührprinzip	Magnetrührung	Magnetrührung
Indikationsprinzip	Wechselstrom-Biamperometrie	Wechselstrom-Biamperometrie

Generationsprinzip	anodische Silberauflösung	anodische Silberauflösung
Generatorstrom	dynamisch bis 1 mA	dynamisch bis 10 mA
Temperaturregelung auf empfohlene Arbeitstemperatur	18 – 20 °C	18 – 20 °C

### Aufbau der Messzelle

Die Messzelle besteht aus dem Elektrodenraum, der die Elektrolytlösung aufnimmt, und den im Modul angeordneten Rührblock. Am Boden des Elektrodenraumes befindet sich die Generatoranode, in Form eines stabilen Silberblechs. Der Magnetrührer läuft oberhalb der Anode.

Die Zelle wird mit einem Deckel durch drei Rändelschrauben luftdicht verschlossen. Die beiden Deckeldurchführungen (Bohrungen) dienen zur Halterung der Kombielektrode und einer Saugolive. Die gekennzeichnete Öffnung ist für die amperometrische Kombielektrode vorgesehen. Die nicht gekennzeichnete Öffnung wird für die Direktinjektion in die Messzelle bzw. zum Anschluss der Saugolive genutzt.

Mit dem Einschalten des Chlormoduls setzt sich der Magnetrührstab im Messzellenbecher in Bewegung. Die voreingestellte Zelltemperatur beträgt 20 °C und kann als Methodenparameter im Programm multiWin geändert werden.

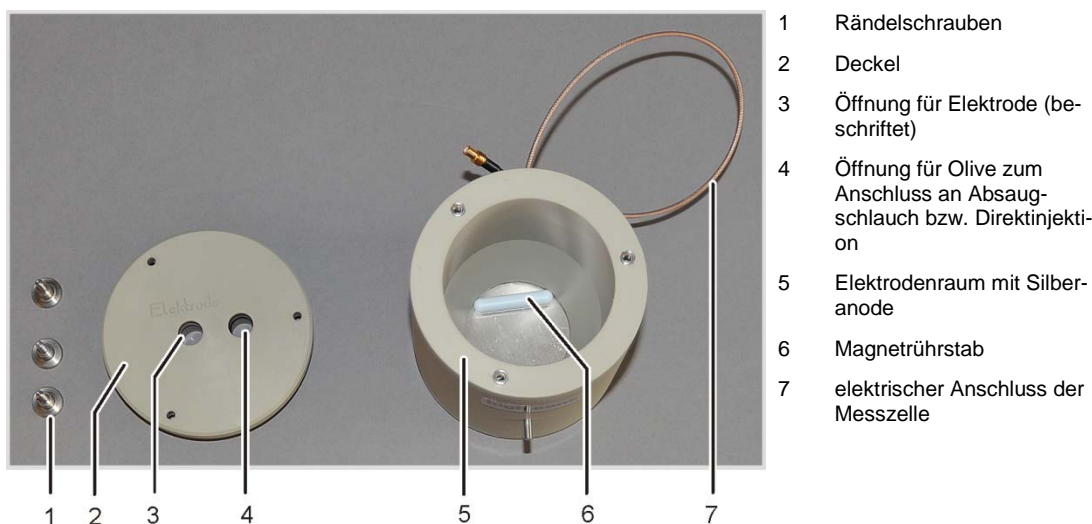


Abb. 11 Aufbau der Messzelle

### Kombielektrode

Die Kombielektrode vereint Indikatorelektroden (Ag), Generatorkathode (Pt) und Gaseinleitung. Die Generatoranode befindet sich als Silberplatte in den beiden Messzellengrundkörpern (siehe oben).



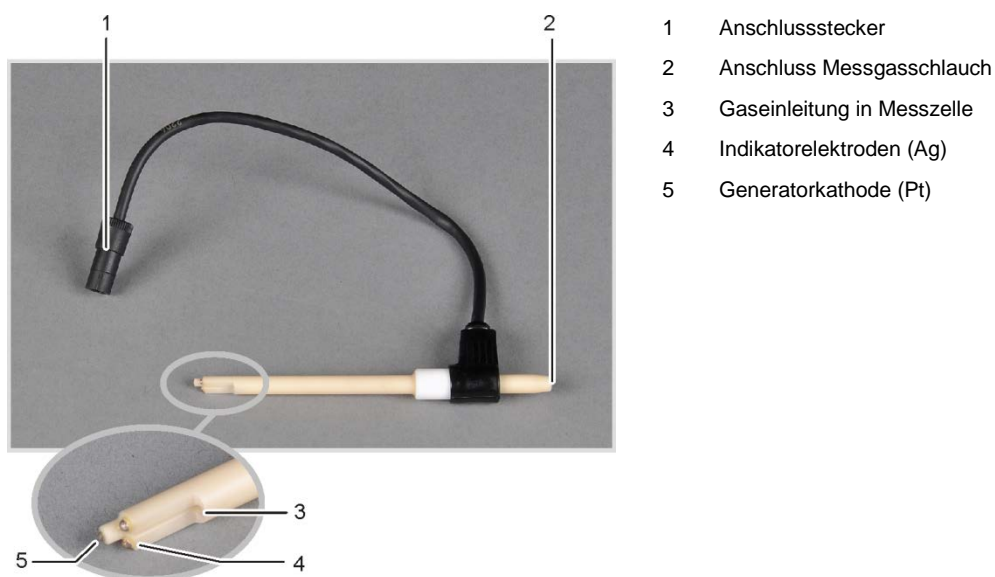


Abb. 12 Kombielektrode für Messzelle

#### 4.4.2 Verbrennungsrohr und Messgastrocknung

Als Verbrennungsrohr wird bei der Cl-Bestimmung ein Quarzrohr eingesetzt. Die Sauerstoffzufuhr für die Verbrennung erfolgt über einen Bypass im Quarzrohr. Das Messgas wird am Seitenstutzen des Quarzrohres abgesaugt und über die Trocknung zum Cl-Modul geführt. Die mit Argon versorgte Gasschleuse verhindert, dass das Messgas aus dem Eingang des Verbrennungsrohres austritt. Das Ende des Verbrennungsrohres ist mit Quarzwolle verschlossen, um zu verhindern, dass Stäube in das Schlauchsystem des multi EA 4000 gelangen.

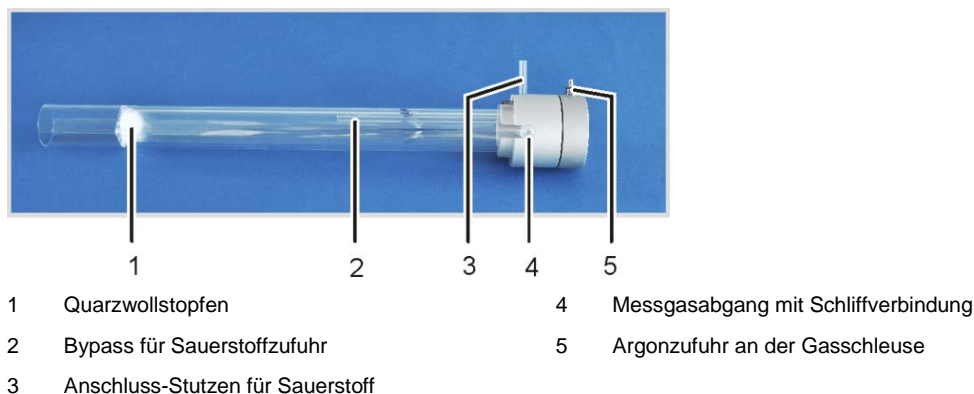


Abb. 13 Verbrennungsrohr aus Quarz mit Gasschleuse

Chlorwasserstoff (HCl) besitzt eine hohe Affinität zu Wasser und wird deshalb in seinen Kondensaten gelöst. Dieses Verhalten führt bei der Analyse zu Minderbefunden bzw. Memory-Effekten. Um eine Kondensation zu verhindern, muss das Messgas sofort nach Austritt aus dem Verbrennungsrohr getrocknet werden. Als Trockenmittel wird konzentrierte Schwefelsäure verwendet. Zwei spezielle Schwefelsäuregefäße, entsprechend der Methode mit oder ohne Messgas-Splitting, kommen zum Einsatz.

Bei Verwendung des Schwefelsäuregefäßes mit Split-Abgang wird ein zusätzliches Sicherheitsgefäß in den Gasweg eingebaut. Dieses fängt Schwefelsäure auf, die unter Umständen aus dem Schwefelsäuregefäß gezogen wird.

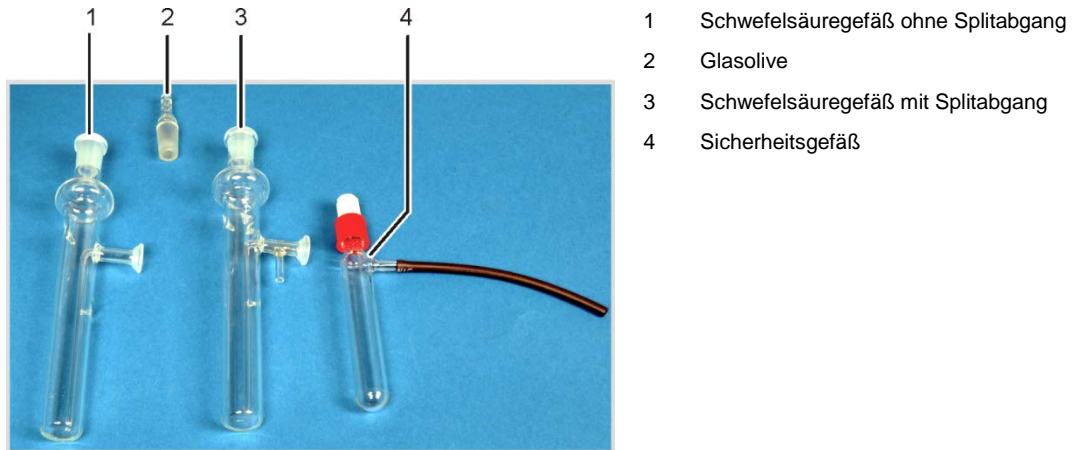


Abb. 14 Schwefelsäuregefäße für die Messgastrocknung

### 4.4.3 Messgasreinigung

#### Halogenidfalle

Bei der Betriebsart mit Split wird das gesamte Messgas aus dem Verbrennungsraum in ein definiertes Verhältnis aufgeteilt. Zur Analyse in die Messzelle gelangt nur ein Anteil des Messgases, so dass auch hohe Chlorkonzentrationen bestimmt werden können. Der verworfene Teil des Messgases wird über die Halogenidfalle im CI-Modul geleitet, um das HCl aus dem Gasstrom zu entfernen und das Splitventil und die Saugpumpe vor Korrosion zu schützen.

#### Adsorptionsrohr

Das aus der Messzelle abgesaugte Gas wird über das Adsorptionsrohr geleitet. Dabei werden die aus dem Elektrolyten austretenden Essigsäuredämpfe entfernt. Als Adsorptionsmittel wird Aktivkohle verwendet.

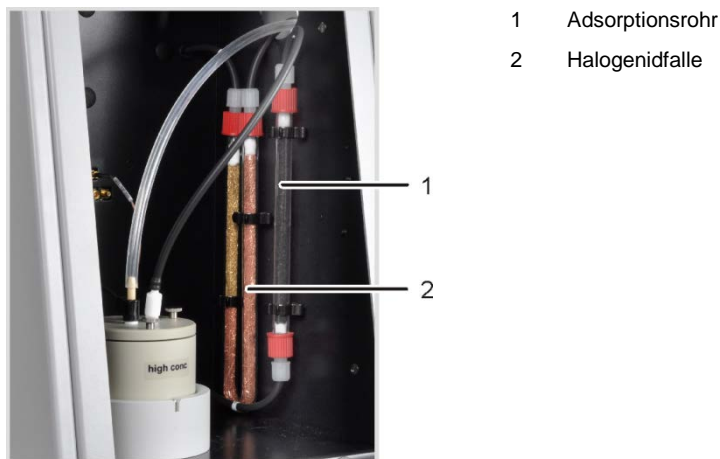


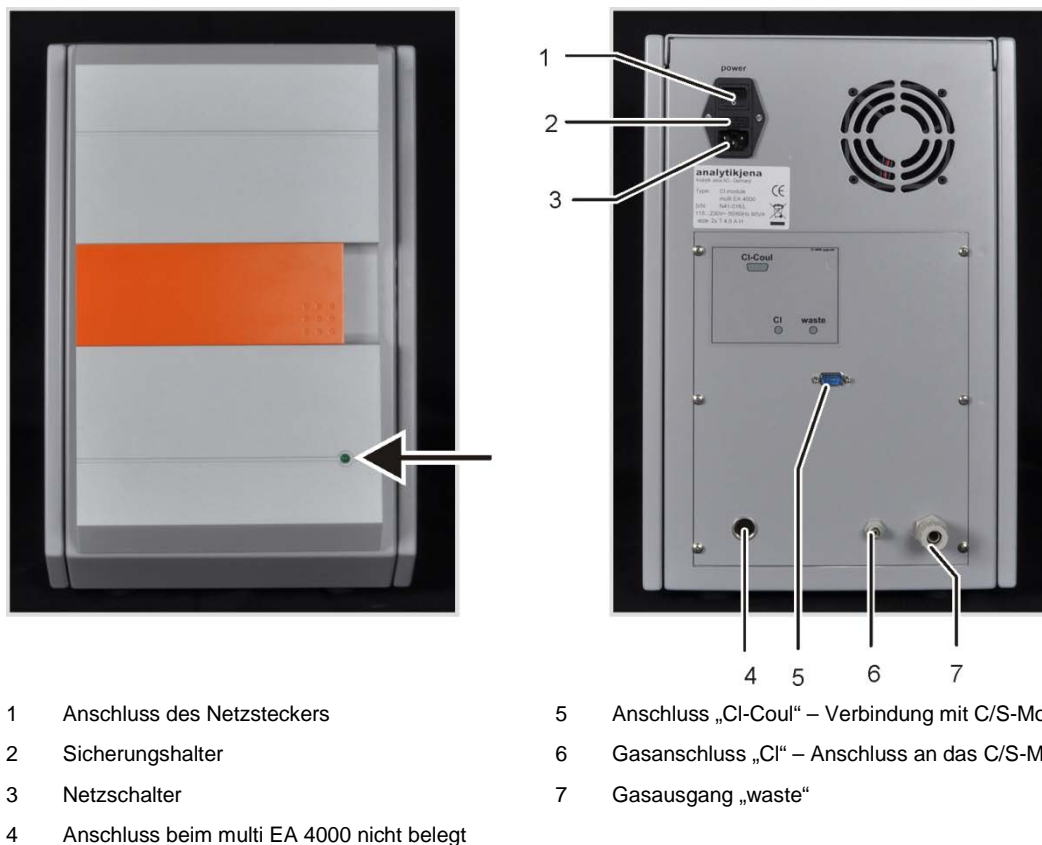
Abb. 15 Halogenidfalle und Adsorptionsrohr im CI-Modul

### 4.4.4 Anschlüsse

Die an der Frontseite des CI-Moduls angebrachte grüne LED leuchtet nach dem Einschalten des Moduls.

In Abhängigkeit von der Ausrüstung des multi EA 4000 mit oder ohne C/S-Modul befinden sich auf der Rückseite die Anschlüsse zur Verbindung mit dem C/S-Modul oder dem Grundgerät und dem Probengeber. Außerdem befindet sich auf der Rückseite der Ausgang für den Bypass im Split-Betrieb.

Die Schläuche für die Zufuhr von Messgas und den Bypass werden durch den Kanal im Grundgerät durch die Öffnung in der rechten Gerätewand in das Chlormodul geführt.



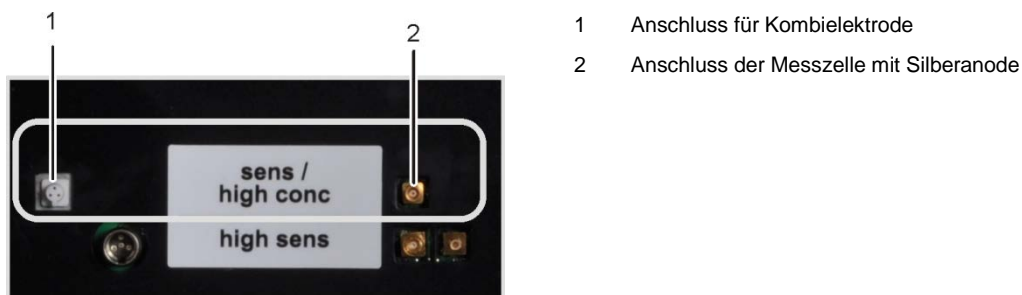
- |   |   |   |  |
|---|---|---|--|
| 1 | Anschluss des Netzsteckers                | 5 | Anschluss „CI-Coul“ – Verbindung mit C/S-Modul |
| 2 | Sicherungshalter                          | 6 | Gasanschluss „CI“ – Anschluss an das C/S-Modul |
| 3 | Netzschalter                              | 7 | Gasausgang „waste“                             |
| 4 | Anschluss beim multi EA 4000 nicht belegt |   |  |

**Abb. 16** Anschlüsse des CI-Modul in Kombination mit einem C/S-Modul

**Hinweis:**

Ist kein C/S-Modul installiert, verfügt das CI-Modul auf der Rückseite über weitere Schnittstellen zur Kommunikation mit dem multi EA 4000 und dem Probengeber. Die Schnittstellenbelegung ist im Abschnitt „multi EA 4000 CI aufstellen“ S. 126 beschrieben.

Die elektrischen Anschlüsse für die Messzelle und die Kombielektrode befinden sich an der rückwärtigen Innenwand des Gerätes.



**Abb. 17** Anschlüsse für die coulometrische Messzelle an der Innenwand des CI-Moduls

## 4.5 Automatisches TIC-Feststoffmodul

Das Automatische TIC-Feststoffmodul ergänzt den multi EA 4000 zur Bestimmung des TIC (TC, TOC) in Feststoffen. Über Ansäuern und Ausblasen gebildetes Kohlendioxid wird in den NDIR-Detektor des multi EA 4000 überführt. Folgende Analysenmodi sind möglich:

- TIC-Bestimmung
- TOC-Bestimmung nach Differenzverfahren
- TOC-Bestimmung nach Direktverfahren

Das Automatische TIC-Feststoffmodul ist ausschließlich für den automatischen Betrieb in Kombination mit den multi EA 4000 C bzw. multi EA 4000 C/S und dem Probengeber FPG 48 geeignet.

Das Automatische TIC-Feststoffmodul besteht aus folgenden Komponenten:

- TIC-Reaktor
- Phosphorsäurepumpe
- Komponenten für die Messgasreinigung und Trocknung
- Anschlüsse

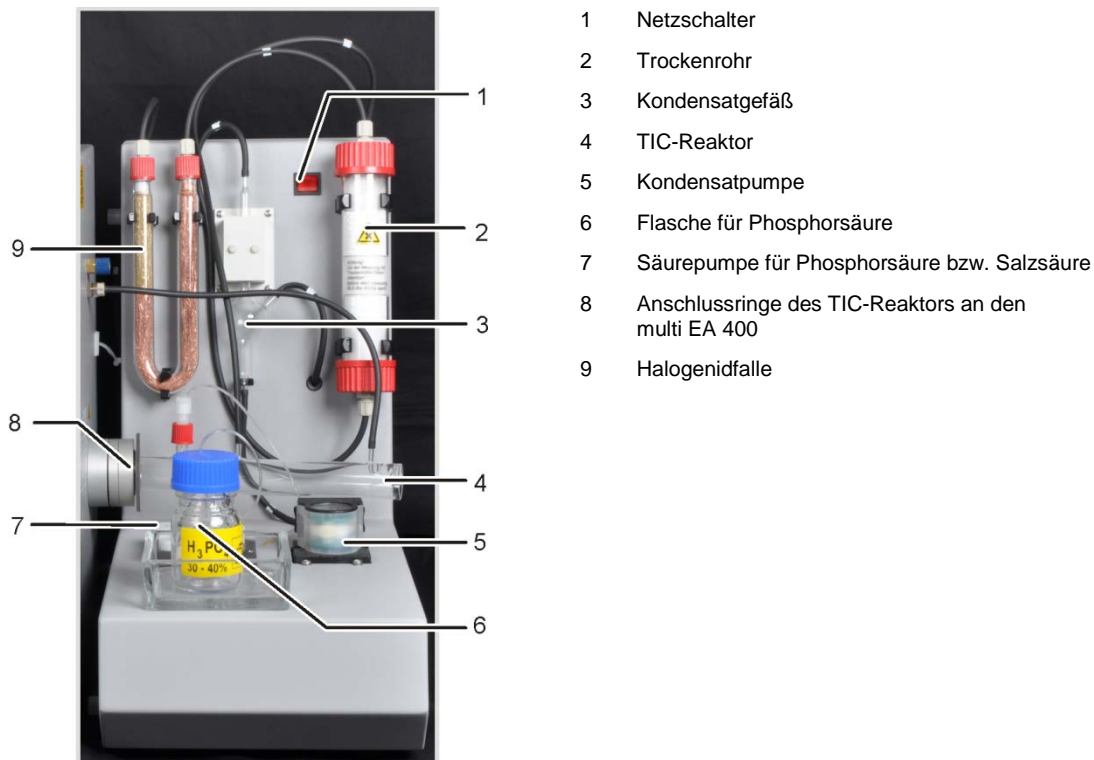


Abb. 18 Automatisches TIC-Feststoffmodul

## 4.5.1 Technische Daten

Allgemeine Kenndaten	
Bezeichnung/Typ	Automatisches TIC-Feststoffmodul
Abmessungen	300 x 500 x 550 mm Probengeber: 520 x 500 x 700 mm
Masse	ca. 5 kg
Verfahrensdaten	
Messverfahren	TIC
Detektion	NDIR (gekoppelt mit VITA-Verfahren)
Probenmenge	bis 3000 mg (TC) bzw. 50 mg (TIC)
Elektrische Kenngrößen	
Anschluss	110 – 230 V AC, 50/60 Hz
Absicherung	T 2 A H
mittlere typische Leistungsaufnahme	20 VA
Schnittstelle zum C/S-Modul	RS 232

## 4.5.2 Aufbau

### TIC-Reaktor

Das Quarzrohr wird mit einer Kupplung am Keramikverbrennungsrohr montiert. Ein Rändelring mit Schraubgewinde klemmt dabei den TIC-Reaktor und dichtet durch Druck auf die innenliegenden Dichtringe die Verbindung ab. Am Reaktor befinden sich die Anschlüsse für die Säurezufuhr, den Abgang des Messgases und den Zufluss des Sauerstoffs. Durch die Zufuhr des Sauerstoffs am Reaktoreingang wird eine Gasschleuse realisiert, die verhindert, dass Messgas durch den offenen Eingang entweicht. Die mit Proben beladenen Keramikschiffchen werden mit dem speziell umgerüsteten Probengeber FPG 48 in den Reaktor überführt.

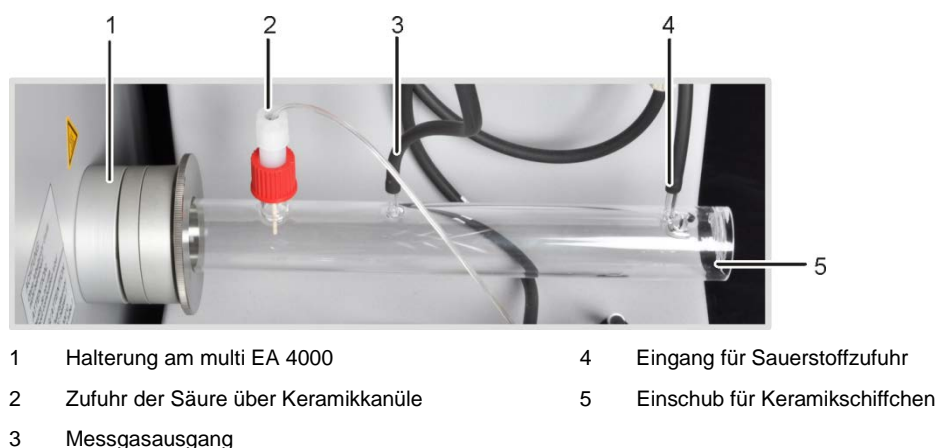


Abb. 19 TIC-Reaktor

### Pneumatik/Schlauchsystem

Die Verbindung zwischen den einzelnen Komponenten erfolgt über gekennzeichnete Schläuche. Den Schlauchplan finden Sie im Abschnitt „Automatisches TIC-Feststoffmodul aufstellen“ S. 133.

Für die Zufuhr der Phosphorsäure und der Entfernung des Kondensats werden Schlauchpumpen eingesetzt. Die Phosphorsäure-Pumpe fördert 40%ige Phosphorsäure zum TIC-Reaktor. Während das Probenschiffchen kontinuierlich durch den Probengeber FPG 48 in Richtung multi EA 4000 geschoben wird, wird die Probe gleichmäßig mit der Phosphorsäure versetzt. Über die Kondensatpumpe wird das Kondensat aus der Messgastrocknung automatisch nach jeder Messung abgepumpt.



- 1 Säurepumpe
- 2 Kondensatpumpe

Abb. 20 Schlauchpumpen am Automatischen TIC-Feststoffmodul

### Komponenten zur Messgastrocknung und -reinigung

Aus dem Reaktor wird das Messgas zur Kondensationsschlange geleitet, die auf der Rückseite des Automatischen TIC-Feststoffmoduls befestigt ist. Das Messgas wird in der Kondensationsschlange schnell abgekühlt und der Wasserdampf kondensiert. Das Messgas-Wasser-Gemisch wird über eine Schlauchleitung zum Gas-Flüssigkeits-Separator, bestehend aus einem Kondensatgefäß und einem Peltier-Kühlblock, geführt.

Das Messgas wird über den seitlichen Eingang in das Kondensatgefäß geleitet. Die Messgastrocknung erfolgt durch Ausfrieren im Kühlblock. Das trockene Messgas wird über den oberen Anschluss aus dem Kondensatgefäß geführt. Die Kondensatpumpe pumpt das durch den unteren Abgang ablaufende Kondensat automatisch nach jeder Messung zum Abfallgefäß.

Das Messgas wird schließlich durch das mit Magnesiumperchlorat gefüllte Trockenrohr geleitet. Danach ist die Trocknung abgeschlossen.

Zur weitgehenden Entfernung störender Bestandteile des Messgases sowie zum Schutz der Detektoren und des Flussmessers im C/S-Modul ist nach der Messgastrocknung eine Halogenfalle (U-Rohr) in den Gasweg eingebaut. Das U-Rohr ist mit einer speziellen Kupferwolle und Messingwolle gefüllt. Die Füllung der Halogenfalle muss spätestens dann erneuert werden, wenn die Hälfte der Kupferwolle verfärbt oder die Messingwolle verfärbt ist.





- |  |   |
|--|---|
| <p>1 Halogenidfalle</p> <p>2 Kondensatgefäß</p> <p>3 Peltier-Kühlblock</p> | <p>4 Trockenrohr</p> <p>5 Kondensationsschlange</p> |
|--|---|

**Abb. 21 Messgastrocknung und -reinigung am Automatischen TIC-Feststoffmodul**

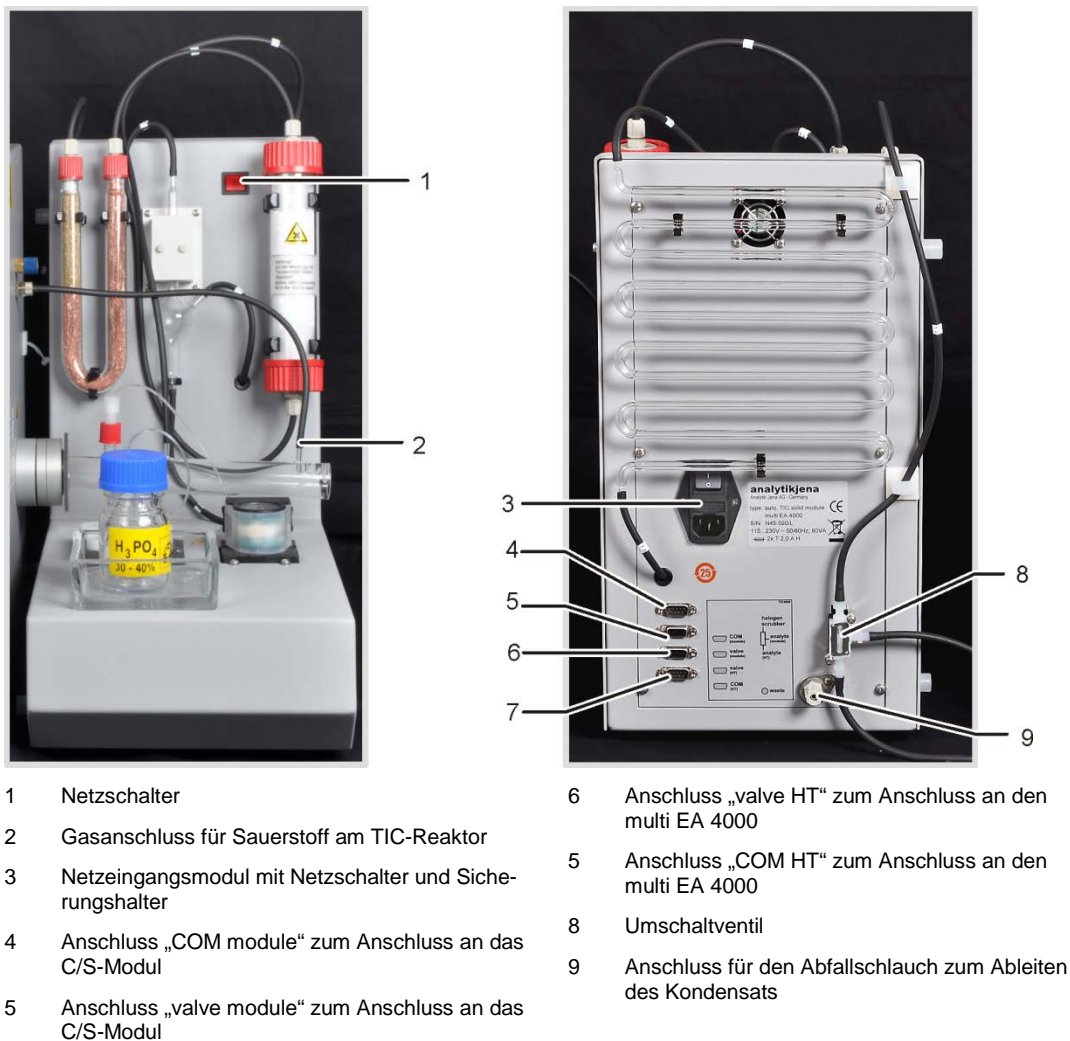
Ein Staubfilter ist zwischen dem Umschaltventil auf der Rückseite des Automatischen TIC-Feststoffmoduls und dem Messgaseingang des C/S-Moduls platziert.



**Abb. 22 Staubfilter vor Messgaseingang des C/S-Moduls**

## Anschlüsse

Die Anschlüsse befinden sich auf der Rückseite des Automatischen TIC-Feststoffmoduls.



- |   |  |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>1 Netzschalter</li> <li>2 Gasanschluss für Sauerstoff am TIC-Reaktor</li> <li>3 Netzeingangsmodul mit Netzschalter und Sicherungshalter</li> <li>4 Anschluss „COM module“ zum Anschluss an das C/S-Modul</li> <li>5 Anschluss „valve module“ zum Anschluss an das C/S-Modul</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>6 Anschluss „valve HT“ zum Anschluss an den multi EA 4000</li> <li>5 Anschluss „COM HT“ zum Anschluss an den multi EA 4000</li> <li>8 Umschaltventil</li> <li>9 Anschluss für den Abfallschlauch zum Ableiten des Kondensats</li> </ul> |
|---|--|

**Abb. 23**      **Anschlüsse am Automatischen TIC-Feststoffmodul**



### WICHTIG

Das Automatische TIC-Feststoffmodul ist mit zwei Netzschaltern ausgerüstet. Da der Schalter am Netzeingangsmodul unter der Kondensatschlange schwer zugänglich ist, gibt es einen zweiten an der Vorderseite. Beide Netzschalter müssen im Betrieb eingeschaltet sein. Um das Gerät auszuschalten, genügt es, den Schalter auf der Vorderseite zu betätigen.



## 4.6 Manuelles TIC-Feststoffmodul

Das Manuelle TIC-Feststoffmodul ermöglicht die Bestimmung von TIC in Feststoffen in Verbindung mit dem multi EA 4000 C bzw. multi EA 4000 C/S. Das Ansäuern der Proben und das Austreiben des TIC erfolgt bei erhöhten Temperaturen. Das Messgas wird mit dem Trägergas zum Detektor des C/S-Moduls geschoben.

Das Manuelle TIC-Feststoffmodul ist nur für die manuelle Probenzufuhr konzipiert. Eine Automatisierung mit einem Probengeber ist nicht möglich.

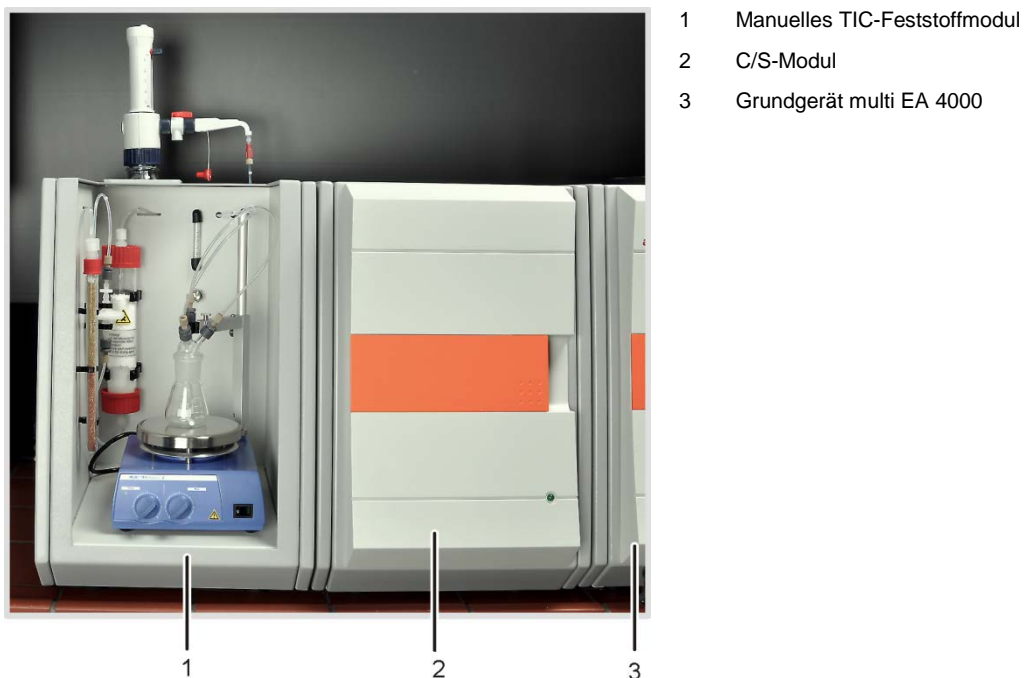


Abb. 24 Manuelles TIC-Feststoffmodul

### 4.6.1 Technische Daten

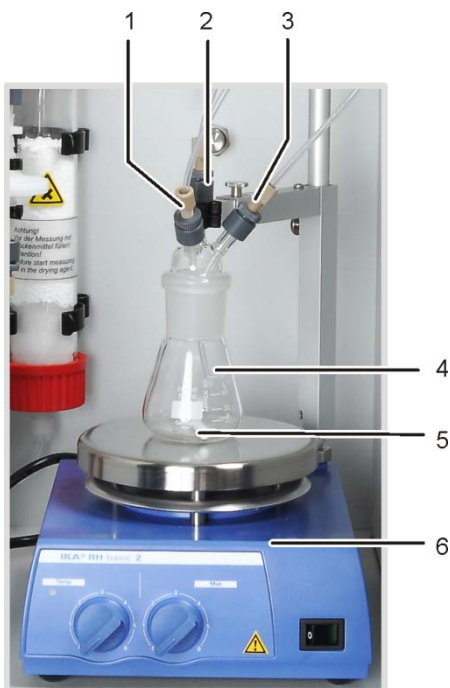
Allgemeine Kenndaten	
Bezeichnung/Typ	Manuelles TIC-Feststoffmodul
Abmessungen	300 x 500 x 550 mm
Masse	ca. 10 kg
Verfahrensdaten	
Messverfahren	TIC
Detektion	NDIR (gekoppelt mit VITA-Verfahren)
Probenmenge	bis 3000 mg
Gasversorgung	Sauerstoff mind. 2.5 2 – 4 bar
Elektrische Kenngrößen	
Anschluss	230 V AC (+ 10%, -15%), 50/60 Hz
Absicherung	T 16 A H
mittlere typische Leistungsaufnahme	3700 VA

## 4.6.2 Aufbau des Manuellen TIC-Feststoffmoduls

### TIC-Reaktionskammer

Als Reaktor dient ein 50 ml-Erlenmeyerkolben auf den ein TIC-Kopf mit drei Anschlüssen für die Zufuhr der Phosphorsäure, des Sauerstoffs als Trägergas und den Messgasabgang aufgesetzt wird.

Ein Magnetrührwerk mit beheizter Arbeitsplatte sorgt für eine gute Durchmischung der Probe mit der zugeführten Säure und erwärmt sie etwas, um die Reaktion zu beschleunigen.

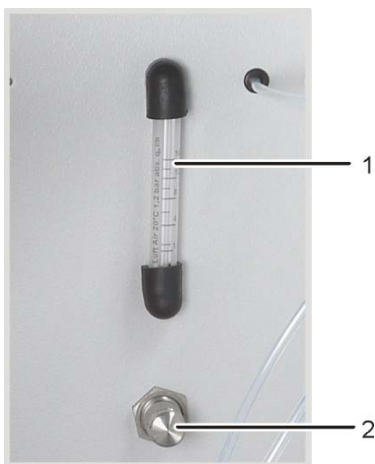


- 1 Zufuhr Phosphorsäure (Schlauch Nr. 6)
- 2 Messgasabgang
- 3 Zufuhr Trägergas (Sauerstoff)
- 4 Erlenmeyerkolben
- 5 Magnetührstäbchen
- 6 Magnetührwerk mit beheizter Arbeitsplatte

Abb. 25 TIC-Reaktor des Manuellen TIC-Feststoffmoduls

### Flusseinstellung des Trägergasstrom

Die Einstellung des Trägergasstroms erfolgt über das Nadelventil „O<sub>2</sub>“ mit Messglas auf der Rückwand des manuellen TIC-Feststoffmoduls.



- 1 Messglas
- 2 Nadelventil

Abb. 26 Flussmesser für den Sauerstoffstrom

## Säurezufuhr

Die Säure wird mit der Dosierpumpe von Hand dosiert. Der Schlauch für die Säurezufuhr zum Reaktor ist mit einem Ventil an der Dosierpumpe angeschlossen. Das Ventil im Hahn der Dosierpumpe ist nach der Säurezufuhr zum Reaktor zu schließen. Damit wird verhindert, dass die Säure versehentlich in den Analysator gesaugt wird.

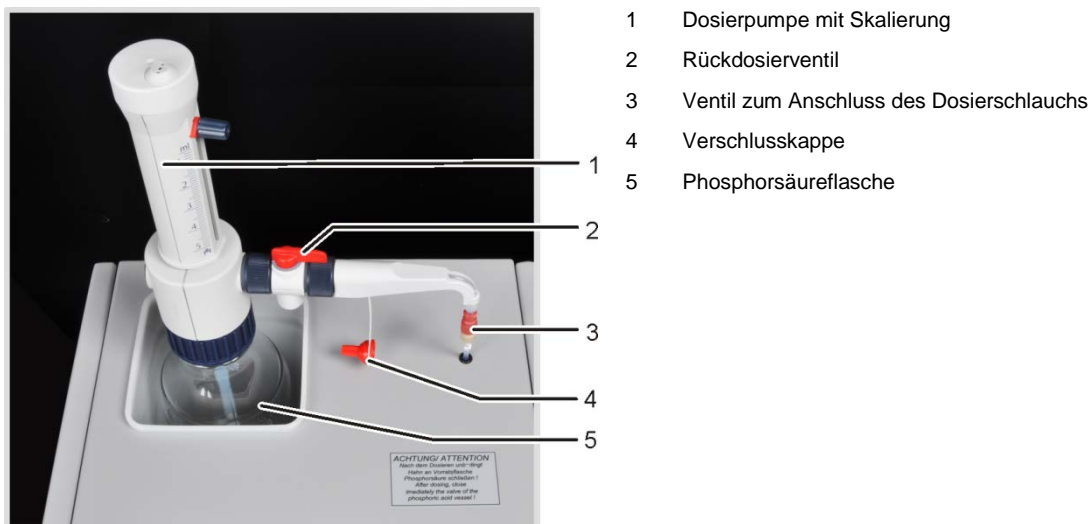


Abb. 27 Dosierpumpe für Säure am manuellen TIC-Feststoffmodul

## Messgastrocknung und Reinigung

Direkt nach dem Reaktor ist das Trockenrohr, gefüllt mit Magnesiumperchlorat als Trockenmittel, in den Gasweg eingebaut.

Auf die Trockenpatrone folgen zwei Wasserfallen. Die größere Wasserfalle (TC-Vorfilter) hält Aerosole im laufenden Betrieb zurück, die kleinere Wasserfalle (Einwegrückhaltefilter) hält aufsteigendes Wasser zurück.

Zur weitgehenden Entfernung störender Bestandteile des Messgases sowie zum Schutz der Detektoren und des Flussmessers im C/S-Modul wird eine Halogenidfalle verwendet. Das U-Rohr der Halogenidfalle ist mit einer speziellen Kupferwolle und Messingwolle gefüllt. Die Füllung der Halogenidfalle muss spätestens dann erneuert werden, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt sind.



- 1 Trockenrohr
- 2 Wasserfallen
- 3 Halogenidfalle

**Abb. 28** Komponenten zur Messgastrocknung und -reinigung am Manuellen TIC-Feststoffmodul

### Anschlüsse



- 1 Netzeingangsmodul mit Netzschalter und Sicherungshalter
- 2 Messgasausgang „analyt“
- 3 Anschluss für Trägergas „O<sub>2</sub>“

**Abb. 29** Anschlüsse am Manuellen TIC-Feststoffmodul

## 4.7 Weitere optionale Zubehöre

### 4.7.1 Probengeber

Für den multi EA 4000 stehen zwei Varianten für die Probenzufuhr zur Verfügung:

- der Feststoffprobengeber FPG 48
- der Handvorschub

#### Probengeber FPG 48

Der Probengeber FPG 48 bietet Platz für 48 Probenschiffchen. Die Schiffchen werden automatisch von den Tablett aufgenommen und in den Verbrennungsofen überführt. Der Vorschub für die Überführung erfolgt rechnergesteuert. Je nach Ausstattung werden die Schiffchen nach der Messung wieder auf dem Probengeber abgelegt oder nach Abkühlung in einen Abfallcontainer abgeworfen.

Bei Analysen im Quarzverbrennungsrohr (CI-Messungen) kann der FPG 48 mit einem Flammensensor kombiniert werden.

#### Handvorschub

Der Handvorschub ist eine robuste Vorrichtung, die es ermöglicht, den Keramikhaken mit Probenschiffchen gerade ausgerichtet in den Verbrennungsofen zu schieben. Bei der manuellen Probenzufuhr ist darauf zu achten, dass bei sehr reaktiven Proben die Überführung in das Verbrennungsrohr langsam und kontrolliert erfolgen muss.

### 4.7.2 Flammensensor

Für die CI-Bestimmungen kann optional ein Flammensensor mit dem Probengeber FPG 48 kombiniert werden. Mit dem Flammensensor wird die Verbrennung bei sehr reaktiven Proben im Quarzrohr optisch erfasst und der Vorschub des Schiffchens entsprechend der Flammenhelligkeit gesteuert. Die so optimierten Verbrennungscharakteristiken ergeben präzise Messergebnisse.

### 4.7.3 Waage

Zur automatischen Mengenübernahme für die Berechnung der Analysenergebnisse kann eine Waage angeschlossen werden. Entsprechend den Anweisungen im Programm sind die Proben zu wiegen. Die ermittelten Massen werden automatisch in die Probentabelle übernommen.

## 5 Messverfahren

Mit dem Analysator multi EA 4000 können folgende Parameter als Summenparameter bestimmt werden.

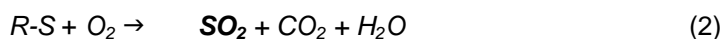
- TS – gesamter Schwefel (Total Sulfur)
- TC – gesamter Kohlenstoff (Total Carbon)
- TCl – gesamtes Chlor (Total Chlorine)
- TOC – gesamter organischer Kohlenstoff (Total Organic Carbon)
- TIC – gesamter anorganischer Kohlenstoff (Total Inorganic Carbon)
- EC – elementarer Kohlenstoff (Elemental Carbon)
- TC-EC – Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse
- AOC – abbaubarer organischer Kohlenstoff

In der Steuer- und Auswertesoftware multiWin kann die Bestimmung mehrerer Parameter kombiniert werden.

### 5.1 TC/TS-Analyse

Der multi EA 4000 mit C/S-Modul ist ein spezielles System zur Simultan- bzw. Einzelbestimmung des Gesamtkohlenstoffs und Gesamtschwefels in festen und pastösen Proben durch Hochtemperaturoxidation im Sauerstoffstrom.

Ein Probenaliquot wird präzise in ein Verbrennungsschiffchen eingewogen und vollständig in die heiße Zone des Ofens überführt. Dort erfolgen die Zersetzung und die Oxidation der Probe im Sauerstoffstrom bei hoher Temperatur.



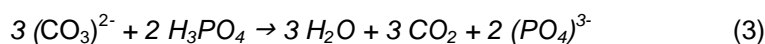
R kohlenstoffhaltige Substanz

Das entstandene Messgas wird getrocknet und enthaltene Halogenide entfernt. Der CO<sub>2</sub>/SO<sub>2</sub>-Gehalt im Trägergas wird mit NDIR-Detektoren analysiert, die selektiv für CO<sub>2</sub> und SO<sub>2</sub> sind.

### 5.2 TIC-Analyse

Bei der TIC-Analyse wird der gesamte anorganische Kohlenstoff aus Carbonaten und Hydrogencarbonaten in festen oder pulverförmigen Proben erfasst. Cyanide, Cyanate, Isocyanate und Kohlenstoffpartikel werden nicht erfasst.

Zur Bestimmung des anorganischen Kohlenstoffs (TIC) wird einem Aliquot der Probe Säure hinzugegeben. Dadurch zersetzen sich die darin enthaltenen Carbonate/Hydrogencarbonate. Das CO<sub>2</sub> wird ausgetrieben und detektiert. Es findet keine thermische Oxidation statt.



Der Probenaufschluss erfolgt in einem TIC-Feststoffmodul. Das Messgas wird im C/S-Modul detektiert.

## 5.3 TOC-Analyse

Bei der TOC-Analyse wird der in der Probe enthaltene gesamte organische Kohlenstoff erfasst.

Im multi EA 4000 kann der TOC-Gehalt auf zwei Wegen bestimmt werden:

- Differenzmethode
- Direktmethode

Die Differenzmethode sollte angewendet werden, wenn die Probe leicht austreibbare organische Substanzen wie Benzol, Cyclohexan, Chloroform etc. enthält. Liegt der TIC-Gehalt der Probe deutlich über dem TOC-Gehalt, sollte die Differenzmethode nicht angewendet werden.



### WICHTIG

Für die TOC-Analyse mit dem Automatischen Feststoffmodul ist die Differenzmethode zu bevorzugen. Dabei werden das Verbrennungsrohr und die Detektoren nicht mit Säure belastet.

### 5.3.1 Differenzmethode für die TOC-Analyse

Die Differenzmethode kann unter Verwendung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls erfolgen. Die Probe wird auf zwei Schiffchen eingewogen. Nacheinander werden in zwei Messungen der TIC und der TC bestimmt. Die rechnerische Differenz wird als TOC angegeben. Mit dem Differenzverfahren werden sowohl flüchtige als auch nicht flüchtige organische Kohlenstoffverbindungen erfasst.

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

TOC ... gesamter organischer Kohlenstoff

TC ... gesamter Kohlenstoff

TIC ... gesamter anorganischer Kohlenstoff

### 5.3.2 Direktmethode für die TOC-Analyse

Mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul kann die Bestimmung des TIC und des TOC auch direkt erfolgen. Nach der Austreibung des TIC im TIC-Reaktor mit **Salzsäure** und der Bestimmung des TIC-Gehaltes wird das Probenschiffchen in das Verbrennungsrohr überführt. Wie bei der TC/TS-Analyse erfolgen die Zersetzung und die Oxidation der Probe im Sauerstoffstrom bei hoher Temperatur.



### VORSICHT

Für die Bestimmung des TOC mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul muss die Probe mit Salzsäure versetzt werden. Für die TOC-Analyse wird deshalb die Differenzmethode favorisiert.

---

Ohne Verwendung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls wird die Feststoffprobe auf dem Verbrennungsschiffchen mit Salzsäure versetzt, um den anorganischen gebundenen Sauerstoff zu entfernen. Das durch die Reaktion aus den Carbonaten entstehenden  $\text{CO}_2$  verflüchtigt sich. Die feuchte, mit Säure versetzte Probe wird im Trockenschrank bei  $< 40\text{ °C}$  mindestens 3 Stunden getrocknet, wobei sich der Überschuss an Salzsäure verflüchtigt. Die so vorbereitete Probe kann anschließend im Analysator wie bei der TC/TS-Analyse auf organisch gebundenen Kohlenstoff untersucht werden.



### WICHTIG

Da die Säure nur  $\text{CO}_2$  aus Carbonaten und Hydrogencarbonaten freisetzt, wird elementarer Kohlenstoff oder der Kohlenstoff aus Carbiden, Cyaniden, Cyanaten, Isocyanaten und Thiocyanaten als TOC miterfasst.

---

## 5.4 Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse: TC-EC (optional)

Die Bestimmung des Gehalts an Kohlenstoff einer Probe erfolgt im optionalen Pyrolysemodus in vier Schritten.

Die Originalprobe wird in zwei Schiffchen – **Schiffchen 1 und Schiffchen 2** – eingewogen.

1. Die Probe im **Schiffchen 1** wird zuerst im Argonstrom pyrolysiert. Dabei entweichen die bei der vorgewählten Temperatur flüchtigen Anteile der enthaltenen Kohlenstoffverbindungen. Im Idealfall und / oder nach entsprechender Vorbehandlung verbleibt der elementare Kohlenstoff (EC) auf dem Schiffchen.
2. Der Anteil des verbliebenen Kohlenstoffs (EC) in der bereits pyrolysierten Probe wird durch Verbrennung im Sauerstoffstrom bestimmt.
3. Die Probe im **Schiffchen 2** wird zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts (TC) im Sauerstoffstrom umgesetzt.
4. Aus der Differenz der beiden erhaltenen Messwerte (TC und EC) kann auf die Menge an abbaubaren oder aktiven Kohlenstoff geschlossen werden.

## 5.5 Datenauswertung im C/S-Modus

### 5.5.1 Kalibrierverfahren

Jeder Parameter (Verfahren) einer Methode kann kalibriert werden. Die zu kalibrierenden Parameter einer Methode können einzeln festgelegt werden. Es müssen nicht zwingend alle Parameter kalibriert werden.

Für jeden Parameter können in einer Methode bis zu drei Kalibrierfunktionen hinterlegt werden. Die Zuordnung erfolgt automatisch.



Die Ermittlung der Kalibrierfunktion erfolgt massebezogen. Es werden lineare bzw. quadratische Kalibrierfunktionen entsprechend der Gleichungen (5) und (6) durch Regressionsrechnung bestimmt.

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

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

c ...	Sollgehalt des Standards
m ...	Probenmasse
$I_{Netto}$	Nettointegral
$k_0, k_1, k_2$ ...	Kalibrierkoeffizienten

Der Regressionstyp (linear oder quadratisch) kann vom Anwender festgelegt werden. Es ist möglich, einzelne Messpunkte oder Messwerte für die Berechnung der aktuellen Kalibrierung auszuwählen (manuelle Ausreißerselektierung). Außerdem können einzelne Standards, falls erforderlich, nochmals bestimmt werden oder zusätzliche Messpunkte der Kalibrierung hinzugefügt werden.

Die Software multiWin bietet die Möglichkeit, angepasst an die analytische Fragestellung abhängig von Messbereich und Probenmatrix, nach verschiedenen Kalibrierstrategien vorzugehen. Mit dem multi EA 4000 werden Mehrpunktkalibrationen mit variabler Probenmenge und konstanten Konzentrationen durchgeführt.

## 5.5.2 Tagesfaktor

Über den Tagesfaktor ist es möglich, die Kalibrierung mit einem Standard zu überprüfen und zu korrigieren. Alle nachfolgenden Messergebnisse werden mit diesem Faktor multipliziert.

Der Tagesfaktor wird nach der Gleichung (7) berechnet:

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

## 5.5.3 Verfahrenskenndaten

### Reststandardabweichung

Die Reststandardabweichung (Restvarianz) drückt die Streuung der Integralwerte um die Regressionsfunktion (Präzision der Regression) aus.

### Verfahrensstandardabweichung

Die Verfahrensstandardabweichung beschreibt in eindeutiger und allgemeingültiger Weise die Güte der Kalibrierung. Zur eindeutigen Qualitätsbewertung einer Kalibrierung ist die Verfahrensstandardabweichung zu verwenden.

### **Verfahrensvariationskoeffizient**

Der Verfahrensvariationskoeffizient (relative Verfahrensstandardabweichung) sollte für den Vergleich verschiedener Kalibrierungen mit unterschiedlichen Kalibrierbereichen verwendet werden.

### **Korrelationskoeffizient**

Der Korrelationskoeffizient vergleicht die Streuung der Kalibriermesspunkte der Regressionsfunktion mit der Gesamtstreuung der Kalibrierung. Liegen alle Kalibriermesspunkte auf der ermittelten Regressionsfunktion, ist der Korrelationskoeffizient +1 bzw. -1. Bei positivem Korrelationskoeffizienten steigt die Regressionsfunktion, bei negativem fällt sie.

### **Bestimmtheitsmaß**

Das Quadrat des Korrelationskoeffizienten wird als Bestimmtheitsmaß bezeichnet.

## **5.5.4 Weitere Berechnungen**

Für alle Messungen, bei denen Mehrfachbestimmungen durchgeführt werden, werden der Mittelwert (MW), die Standardabweichung (SD) und der Variationskoeffizient (VK) berechnet und angezeigt. Pro Probe kann maximal eine Dreifachbestimmung durchgeführt werden.

Bei Messungen von TOC mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul in der Differenzmethode oder Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse (TC-EC) findet nur eine Einfachbestimmung statt.

### **Mittelwert**

Der Mittelwert des Endergebnisses wird aus den für die Einzelbestimmungen ermittelten Konzentrationen berechnet.

### **Schiffchenblindwert**

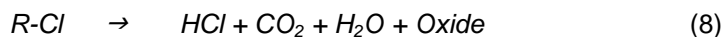
Der Schiffchenblindwert wird bestimmt, indem man ein leeres bzw. ein Schiffchen mit Zusätzen für die Probe in den Verbrennungsofen bringt und analysiert.

Der Schiffchenblindwert kann separat bestimmt und in der Steuer- und Auswertesoftware multiWin eingegeben werden. Dieser Wert kann sich mit der Zeit ändern und muss vor Beginn einer Messreihe neu bestimmt werden. Andernfalls wird der zuletzt eingetragene Wert verwendet.

## 5.6 Cl-Bestimmung

Die zu untersuchenden Proben werden in einem Quarzglasschiffchen über eine offene Gas-schleuse dem Verbrennungsraum zugeführt. Die Probe wird zunächst im Inertgasstrom (Ar-gon) pyrolysiert. Die dabei entstehenden Pyrolyseprodukte werden etwas verzögert im Sau-erstoffstrom vollständig verbrannt.

Die Reaktion läuft nach folgender Gleichung ab:



Der Anteil an HCl wird nach der Messgastrocknung coulometrisch bestimmt. Dabei reagie-ren die Chloridionen vollständig mit elektrolytisch erzeugten Silberionen zu Silberchlorid.



Aus der für die Erzeugung der Silberionen verbrauchten Ladungsmenge kann nach dem Faraday'schen Gesetz die Chloridmenge errechnet werden.

## 5.7 Datenauswertung im Cl-Modus

### 5.7.1 Endpunktroutine

Nach dem Befüllen der Messzelle oder jedem Wechsel der Elektrolyt-Lösung muss eine Endpunktroutine durchgeführt werden, wobei die Abschaltschwelle des Systems festgelegt wird. Der ermittelte Indikationswert stellt sowohl den Ausgangspunkt als auch den Endpunkt der Titration dar. Die Endpunktroutine wird über die multiWin-Software gestartet.

### 5.7.2 Messung mit Split / Splitfaktor

Bei der Betriebsart mit Split wird das Messgas aus dem Verbrennungsraum in ein definiertes Verhältnis aufgeteilt. Zur Analyse gelangt nur ein Teil des Reaktionsgases in die Messzelle, so dass auch hohe Konzentrationen bestimmt werden können.

Für Cl-Gehalte im unteren Konzentrationsbereich wird ohne Gassplitting gearbeitet. Das Messgas passiert vollständig die Trocknungseinheit und die Messzelle.

Für die Arbeit mit Gassplitting können Anteile von 10 % und 20 % des Messgases gewählt werden. Der aktuelle Splitfaktor einer Methode kann im Methodenfenster auf der Karte KA-LIBRIERUNG als TAGESFAKTOR (Menüpunkt METHODE / BEARBEITEN) eingegeben/eingesehen werden.



### WICHTIG

Bei der Erstellung einer neuen Split-Methode muss aus einer vorhandenen Methode mit gleichem Splitverhältnis der Splitfaktor zunächst durch manuellen Eintrag übernommen werden.

---

Die Überprüfung und gegebenenfalls Korrektur des aktuellen Splitfaktors erfolgt mit Standards.

### 5.7.3 Auswertung

Die coulometrische Cl-Bestimmung ist eine absolute Analysenmethode. Es wird keine Kalibrierung durchgeführt. Das Ergebnis wird im Analysenreport in der Absolutmasse [ $\mu\text{g}$ ] als auch als Konzentration [ $\mu\text{g/g}$ ] bzw. [ $\text{mg/g}$ ] angegeben.

## 6 Erstinbetriebnahme

### 6.1 Standortanforderungen

#### 6.1.1 Aufstellbedingungen

An die klimatischen Verhältnisse im Betriebsraum des Analysators werden folgende Forderungen gestellt:

- Temperaturbereich: +10 °C bis +35 °C
- max. Luftfeuchte: 90 % bei 30 °C
- Luftdruck: 0,7 bar bis 1,06 bar

Die Laboratmosphäre sollte möglichst TOC- und staubarm sowie frei von Zugluft, ätzenden und organischen Dämpfen und Erschütterungen sein. Im Betriebsraum des Analysators besteht Rauchverbot!

An den Standort des Analysators werden folgende Anforderungen gestellt:

- Stellen Sie den Analysator nicht direkt an einer Tür oder einem Fenster auf.
- Stellen Sie den Analysator auf einer hitzebeständigen, säurefesten Oberfläche auf.
- Stellen Sie den Analysator nicht in der Nähe elektromagnetischer Störquellen auf.
- Vermeiden Sie die direkte Einstrahlung von Sonnenlicht und die Abstrahlung von Heizkörpern auf den Analysator, sorgen Sie gegebenenfalls für Raumklimatisierung.
- Verstellen Sie keinesfalls die Fronttüren, die Seitenwände und die Lüftungsschlitze des Analysators durch andere Geräte oder Einrichtungsgegenstände!
- Halten Sie an der Rückseite und der rechten Geräteseite einen Sicherheitsabstand von mindestens 5 cm zu anderen Geräten oder Wänden ein!

#### 6.1.2 Platzbedarf

Der Platzbedarf ergibt sich aus allen Komponenten des Messplatzes. Sehen Sie ausreichend Platz für PC, Monitor, Drucker und eventuelle Ergänzungsgeräte vor.

#### 6.1.3 Energieversorgung



---

##### ACHTUNG

Der Analysator multi EA 4000 darf nur an eine ordnungsgemäß geerdete Steckdose entsprechend der Spannungsangabe am Typenschild angeschlossen werden!

---

Der multi EA 4000 wird am Einphasen-Wechselstrom-Netz betrieben.

Die Installation der elektrischen Anlage des Labors muss der Norm DIN VDE 0100 entsprechen. Am Anschlusspunkt muss elektrischer Strom nach Norm IEC 38 zur Verfügung stehen.

### 6.1.4 Gasversorgung

Für die Gasversorgung mit den entsprechenden Anschlüssen und Druckminderern ist der Betreiber verantwortlich.

Anschlusschläuche mit Außendurchmesser 6 mm und Innendurchmesser 4 mm werden mitgeliefert.

## 6.2 Analysator auspacken und aufstellen



---

### WICHTIG

Der Analysator multi EA 4000 darf nur durch den Kundendienst der Analytik Jena AG oder durch von der Analytik Jena AG autorisiertes und geschultes Fachpersonal aufgestellt, montiert und installiert werden!

Jeder unbefugte Eingriff am Analysator kann den Benutzer und die Funktionssicherheit des Gerätes gefährden und schränkt Gewährleistungsansprüche ein bzw. schließt diese ganz aus.

---



---

### WICHTIG

Bewahren Sie die Transportverpackung auf! Ein Rücktransport im Servicefall muss in der Originalverpackung erfolgen. Nur so können Transportschäden vermieden werden.

---

Auspacken und Montage des Analysators multi EA 4000 erfolgt durch den Kundendienst der Analytik Jena AG oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal.

Bitte überprüfen Sie beim Auspacken des Gerätes die Vollständigkeit und die Unversehrtheit der Lieferung entsprechend der beiliegenden Packliste.

Der Kundendienst testet nach der Montage den Analysator und dokumentiert den Test.

## 7 Bedienung

### 7.1 Einschalten / Warmlaufphase / Einrichten



#### VORSICHT!

##### Kurzschluss durch Kondenswasser

Bei großen Unterschieden zwischen Lagerungs- und Aufstelltemperaturen warten Sie vor dem Anschließen bis der multi EA 4000 die neue Umgebungstemperatur angenommen hat, um Schäden am Gerät durch Kondenswasser zu vermeiden.

Kontrollieren Sie vor dem Einschalten:

- Gase (Sauerstoff und Argon (Cl-Bestimmung oder Bestimmung des elementaren Kohlenstoffs)) sind mit einem Vordruck von 4 – 6 bar angeschlossen.
- Im Ofen ist ein Verbrennungsrohr eingesetzt.
- Die Gaszuführungsschläuche sind an der Gasschleuse angeschlossen.
- Die Analysenmodule sind angeschlossen.
- Der Probengeber (optional) ist aufgestellt.
- Der PC ist angeschlossen und die Software multiWin ist installiert.

#### Einschaltreihenfolge

1. Gase am Druckminderer aufdrehen (Vordruck 4 – 6 bar).
2. PC einschalten.
3. Probengeber FPG 48 einschalten (optional).
  - ✓ **Der Probengeber FPG 48 initialisiert sich.**
4. Grundgerät multi EA 4000 einschalten.
5. Analysenmodule einschalten.
  - ✓ **Die Geräte werden gebootet. Die Statuslampen an den Frontseiten von Grundgerät und Modulen leuchten.**
6. Programm multiWin starten.
7. Benutzeranmeldung ausführen.
 

Als BEARBEITER und PASSWORT jeweils **Admin** eingeben. Dieser Benutzer ist bei der Programmneuinstallation angelegt und hat Administratorrechte.
8. Auf Schaltfläche [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN] klicken.
  - ✓ **Nach erfolgreicher Anmeldung erfolgen die Initialisierung und die automatische Erkennung aller angeschlossenen und eingeschalteten Komponenten.**

#### Warmlauf- und Einlaufphasen

Nach erfolgreicher Anmeldung erfolgt die automatische Initialisierung und Abfrage der Komponenten. Im Statusfenster werden aktuelle Werte angezeigt:

- Messgasfluss: Erscheint nach Einschalten der Saugpumpe ( $100 \pm 5$  l/h).
- Saugpumpe im Grundgerät: Die Pumpe schaltet sich 50 K vor Erreichen der Solltemperatur ein.

- ❑ Ofentemperatur: Die Aufheizdauer beträgt je nach vorgegebener Solltemperatur ca. 30 – 40 min.
- ❑ NDIR-Detektor (nur C, S oder C/S-Bestimmungen): Diese Baugruppe benötigt nach Einschalten des C/S-Moduls eine Einlaufzeit von ca. 15 min.
- ❑ Coulometer (nur Cl-Bestimmung): ca. 10 min Einlaufzeit

Im Statusfenster sind während dieser Zeit die Anzeigen der noch nicht betriebsbereiten Komponenten rot.

## 7.2 C/S-Messung

### 7.2.1 multi EA 4000 und C/S-Modul vorbereiten



#### WARNUNG! ELEKTRISCHER SCHLAG!

Im Verbrennungsofen treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung spannungsführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator deshalb nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Für Umbau- und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder am Verbrennungsofen schalten Sie den Analysator immer am Netzschalter aus und trennen Sie den Verbrennungsofen durch Ziehen des Netzsteckers vom Stromnetz.

Überprüfen Sie die elektrischen und pneumatischen Anschlüsse entsprechend Abschnitt „multi EA 4000 C/S aufstellen“ S. 123 ff.

#### Keramicrohr an Gasschleuse montieren und in den Verbrennungsofen einsetzen

Für die C/S-Messungen wird ein Verbrennungsrohr aus Keramik verwendet.



**Achtung:** Das Keramikrohr ist an einer Seite gefast, um es für die Aufnahme im Ofen zu zentrieren. Das gefaste Ende wird in den Ofen eingeführt. Die Schleuse wird am Ende ohne Fase montiert.

1. Füllen Sie das gefaste Ende des Keramikrohrs ca. 2,5 cm dick mit Quarzwatte und schieben Sie den Wattepfropfen ca. 2 cm in das Rohr hinein.

**Achtung:** Schieben Sie die Quarzwatte nicht zu weit in die in die Mitte des Keramikrohrs, da die Watte bei hohen Temperaturen verklumpt.

2. Schieben Sie den Andruckring auf das Ende des Keramikrohrs ohne Fase.
3. Schieben Sie den Dichtring ca. 3 cm weit auf das Keramikrohr.



	<p>4. Setzen Sie die Gasschleuse auf, sodass die Bohrungen von Schleuse und Andruckring übereinander liegen.</p>
	<p>5. Befestigen Sie den Andruckring an der Schleuse mit drei Schrauben. Drehen Sie die Schrauben reihum gleichmäßig fest.</p>
	<p>Der Spalt zwischen Andruckring und Schleuse muss gleichmäßig ca. 1 mm breit sein.</p>
	<p>6. Schieben Sie das Keramikrohr in den Verbrennungsofen. Der Gasanschluss an der Schleuse sollte dabei leicht nach links verdreht sein (ca. 45°).</p>
	<p>7. Drücken Sie die Gasschleuse mit einer leichten Drehbewegung an den Halter in der Wand des multi EA 4000. Das Keramikrohr schiebt sich dabei in die Aufnahme des Verbrennungsofens.</p> <p>Das Keramikrohr ist korrekt platziert, wenn der Gasanschluss senkrecht nach oben weist und der Spalt zwischen der Schleusenkopplung und der Gasschleuse ca. 2 mm breit ist.</p>

	<p>8. Stecken Sie den Schlauch für die Sauerstoffzufuhr auf die Gasschleuse und fixieren Sie ihn mit der Überwurfmutter.</p>
	<p>9. Um den Gasschlauch in einem Bogen <b>ohne Knick</b> zu fixieren, legen Sie den Schlauch in den Clip auf der rechten Seite der Analysatorwand und verdrehen Sie den Clip.</p>

### Halogenidfalle und Trockenrohr überprüfen

- Stellen Sie sicher, dass das Trockenrohr mit Magnesiumperchlorat gefüllt und nur im unteren Teil des Rohres Quarzwolle vorhanden ist.
- Bauen Sie bei C-Bestimmungen die mit Kupfer- und Messingwolle gefüllte Halogenidfalle in den Gasweg.
- Bei S-Bestimmungen entfernen Sie die Halogenidfalle und schließen stattdessen ein leeres U-Rohr an.



### WICHTIG

Die Halogenidfalle absorbiert Schwefel. Bei C/S-Bestimmungen ist daher der Einsatz der Halogenidfalle abzuwägen. Matrixabhängig wird bei geringen Schwefelkonzentrationen empfohlen keine Halogenidfalle zu verwenden, bei höheren Konzentrationen sollte die Halogenidfalle in den Gasweg eingebaut werden.

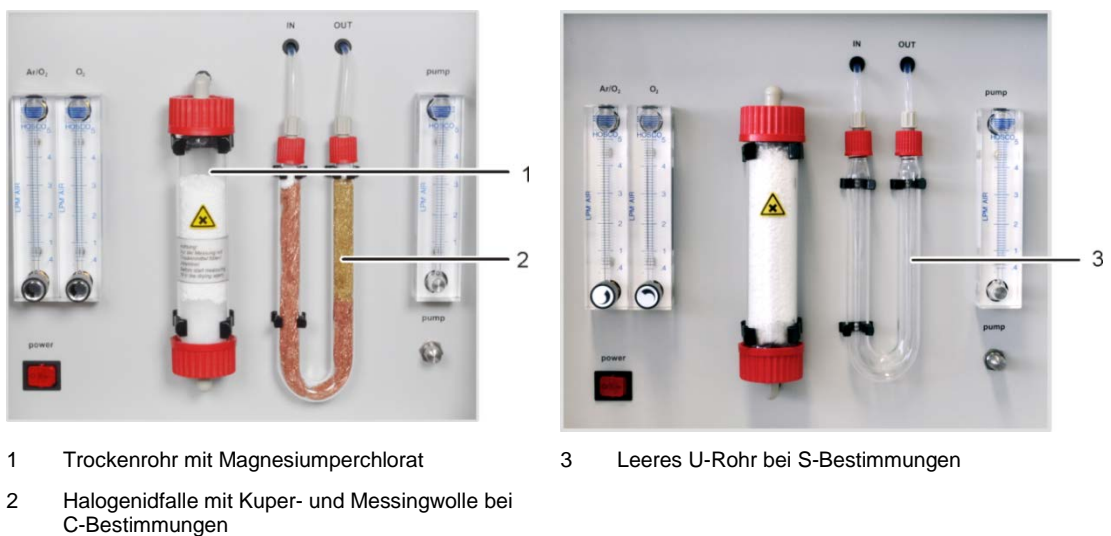


Abb. 30 Halogenidfalle und Trockenrohr überprüfen

## 7.2.2 C/S-Messung ausführen


1. Schalten Sie das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul und ggf. den FPG 48 am Hauptschalter ein.
  - ✓ **Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.**


**Hinweis:**  
Ist ein Automatisches TIC-Feststoffmodul integriert, schalten Sie auch dieses ein. Dadurch wird der durch den zwischengeschalteten TIC-Reaktor längere Transportweg des Schiffchens berücksichtigt.  
Ein vorhandenes CI-Modul schalten Sie nicht ein.
2. Starten Sie das Programm multiWin.
3. Wechseln Sie zwischen verschiedenen Analysator-Modulen, aktivieren Sie zunächst die Sensorik:
  - Wählen Sie den Menüpunkt GERÄT / GERÄT BEARBEITEN.
  - Aktivieren Sie die zu analysierenden ELEMENTE.
  - Sind sowohl Kohlenstoff/Schwefel als auch Chlor aktiviert, klicken Sie in der Liste VERBRENNUNGSRÖHR auf KERAMIKRÖHR (CS).
  - Aktivieren Sie als ZUSTANDSFORMEN die Option FEST.
4. Initialisieren Sie das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN].
5. Laden Sie eine Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE AKTIVIEREN) oder erstellen Sie eine neue Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE NEU).  
Folgende Parameter können Sie für C/S-Messungen auswählen:
  - TC (nur Gesamtkohlenstoffgehalt bestimmen)
  - TS (nur Gesamtschwefelgehalt bestimmen)
  - TC+TS (Gesamtkohlenstoffgehalt und Gesamtschwefelgehalt bestimmen)
6. Stellen Sie nach der Einlaufzeit folgende Gasflüsse ein:





pump	O <sub>2</sub>	Ar/O <sub>2</sub>
einstellen, sodass im STATUS-Fenster der Wert SOLL = 100 ± 5 angezeigt wird entspricht ca. 1,7 l/min	2,3 – 2,5 l/min	-

Das Analysensystem hat jetzt Zeit sich zu konditionieren.

Sollte der Saugfluss stark abweichen oder später verändern, stellen Sie ihn am Ventil „pump“ des multi EA 4000 nach.

7. Wiegen Sie die Proben auf Keramikschniffchen ein.
8. Starten Sie die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN].
9. Erstellen oder wählen Sie eine Analysengruppe, in welcher die Messdaten gespeichert werden.
10. Erstellen Sie eine Analysensequenz.
  - Fügen Sie der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzu.
  - Geben Sie folgende Daten ein:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	<i>nur bei Messungen mit Probengeber</i> Position der Probe auf dem Probenrack Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Bestücken Sie den Probengeber. Verwenden Sie die Schaltflächen  und  um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
- Klicken Sie auf  in der Sequenzzeile, um Sie für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können Sie mit einem Klick auf  freischalten.
- ✓ **Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.**

11. Klicken Sie auf [MESSUNG STARTEN].

**Hinweis:**

Bei Messungen mit manuellem Probenvorschub erscheint vor jedem Mess-Start ein zusätzliches Eingabefenster für die Eingabe der Einwaage.

- ✓ **Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.**



**WICHTIG**

Während längeren Messpausen kann die Sauerstoffzufuhr im Programm multiWin abgeschaltet werden, wodurch entsprechend Sauerstoff gespart wird. Es muss aber rechtzeitig (ca. 10 min) vor Messstart die Sauerstoffzufuhr wieder gewährleistet sein.

## 7.3 Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse

### 7.3.1 multi EA 4000 und C/S-Modul vorbereiten



#### **WARNUNG! ELEKTRISCHER SCHLAG!**

Im Verbrennungsofen treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung spannungsführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator deshalb nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Für Umbau- und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder am Verbrennungsofen schalten Sie den Analysator immer am Netzschalter aus und trennen Sie den Verbrennungsofen durch Ziehen des Netzsteckers vom Stromnetz.

Für die Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse muss der multi EA 4000 mit dem optional erhältlichen Pyrolysemodus ausgerüstet sein.

1. Überprüfen Sie die elektrischen und pneumatischen Anschlüsse entsprechend Abschnitt „multi EA 4000 C/S aufstellen“ S. 123. Überprüfen Sie insbesondere den Anschluss für Argon am multi EA 4000.
2. Bringen Sie über der Gasschleuse auf der rechten Seite des multi EA 4000 eine Absaugung an, um die ausströmenden Pyrolysegase aufzufangen und abzutransportieren.
3. Nehmen Sie alle weiteren Umrüstungen des Analysators wie im Abschnitt „multi EA 4000 und C/S-Modul vorbereiten“ S. 54 beschrieben vor:
  - Montieren Sie das Keramikrohr mit Gasschleuse im Verbrennungsofen.
  - Stellen Sie sicher, dass in der Halogenfalle Kupfer- und Messingwolle nicht verfärbt sind.
  - Stellen Sie den Probengeber auf.

### 7.3.2 Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse ausführen

1. Schalten Sie das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul und ggf. den FPG 48 am Hauptschalter ein.
  - ✓ **Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.**

**Hinweis:** Ein vorhandenes CI-Modul schalten Sie nicht ein. Das Automatische TIC-Feststoffmodul darf nicht eingeschaltet sein.
2. Starten Sie das Programm multiWin.
3. Wechseln Sie zwischen verschiedenen Analysator-Modulen, aktivieren Sie zunächst die Sensorik:
  - Wählen Sie den Menüpunkt GERÄT / GERÄT BEARBEITEN.
  - Aktivieren Sie die zu analysierenden ELEMENTE.
  - Sind sowohl Kohlenstoff/Schwefel als auch Chlor aktiviert, klicken Sie in der Liste VERBRENNUNGSRÖHR auf KERAMIKROHR CS.
  - Aktivieren Sie als ZUSTANDSFORMEN die Option FEST.
4. Initialisieren Sie den das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN].
5. Laden Sie eine Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE AKTIVIEREN) oder erstellen Sie eine neue Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE NEU).

- Wählen Sie den Parameter „EC/TC“ für die Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse.
- Empfohlene Parameter für die Methodeneinstellung (Karte PROZESS):

OFENTEMPERATUR	850 °C
EC-AUSBLASZEIT	300 s


Stellen Sie nach der Einlaufzeit folgende Gasflüsse ein:


pump	O <sub>2</sub>
einstellen, sodass im STATUS-Fenster der Wert SOLL = 100 ± 5 angezeigt wird entspricht ca. 1,7 l/min	2,3 – 2,5 l/min





Das Analysensystem hat jetzt Zeit sich zu konditionieren.

Sollte der Saugfluss stark abweichen oder später verändern, stellen Sie ihn am Ventil „pump“ des multi EA 4000 nach.

- Wiegen Sie die Proben auf jeweils zwei Keramikscheffchen ein.
- Starten Sie die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN].
- Erstellen oder wählen Sie eine Analysengruppe, in welcher die Messdaten gespeichert werden.
- Erstellen Sie eine Analysensequenz.

- Fügen Sie der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzu. Für jede Probe müssen zwei Scheffchen vorgesehen werden, die in der Sequenz nacheinander abgearbeitet werden.
- Geben Sie folgende Daten ein:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	Position der Probe auf dem Probenrack bzw. in der Analysenfolge bei Messungen mit manueller Probenzufuhr Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Bestücken Sie den Probengeber. Verwenden Sie die Schaltflächen  und  um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
  - Klicken Sie auf  in der Sequenzzeile, um Sie für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können Sie mit der Schaltfläche  freischalten.
  - ✓ **Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.**
- Klicken Sie auf [MESSUNG STARTEN].

**Hinweis:** Bei Messungen mit manuellem Probenvorschub erscheint vor jedem Mess-Start ein zusätzliches Eingabefenster für die Eingabe der Einwaage.

- ✓ **Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.**
- In der Probe im **Schiffchen 1** wird der Elementare Kohlenstoff (EC) bestimmt. Vor der Messung von **Schiffchen 1** erfolgt die automatische Abschaltung der Saugpumpe und Umschaltung von Sauerstoff auf Argon. Stellen Sie nun den Argonstrom am **Ar/O<sub>2</sub>**-Rotameter auf 2,3 – 2,5 l/min ein. Für nachfolgende Pyrolyse-messungen bleibt diese Flusseinstellung erhalten.
- Die Probe im **Schiffchen 1** wird nach Ablauf der Wartezeit (Spülung des Verbrennungsrohrs mit Argon) zuerst im Argonstrom pyrolysiert. Dabei entweichen die bei der vorgewählten Temperatur flüchtigen Anteile der enthaltenen Kohlenstoffverbindungen. Im Idealfall und / oder nach entsprechender Vorbehandlung verbleibt der elementare Kohlenstoff (EC) auf dem Schiffchen.
- Nach der Pyrolyse erfolgt die Umschaltung auf Sauerstoff und die Saugpumpe wird eingeschaltet. Der Anteil des verbliebenen Kohlenstoffs (EC) in der bereits pyrolysierten Probe wird durch Verbrennung im Sauerstoffstrom bestimmt.
- Die Probe im **Schiffchen 2** wird zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts (TC) im Sauerstoffstrom umgesetzt.
- Aus der Differenz der beiden erhaltenen Messwerte (TC und EC) kann auf die Menge an abbaubaren oder aktiven Kohlenstoff geschlossen werden.



### WICHTIG

Während längeren Messpausen kann die Gaszufuhr im Programm multiWin abgeschaltet werden, wodurch entsprechend Sauerstoff gespart wird. Es muss aber rechtzeitig (ca. 10 min) vor Messstart die Sauerstoffzufuhr wieder gewährleistet sein.



## 7.4 CI-Bestimmung

### 7.4.1 multi EA 4000 für CI-Messungen vorbereiten



#### WARNUNG! ELEKTRISCHER SCHLAG!

Im Verbrennungssofen treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung spannungsführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator deshalb nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Für Umbau- und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder am Verbrennungssofen schalten Sie den Analysator immer am Netzschalter aus und trennen Sie den Verbrennungssofen durch Ziehen des Netzsteckers vom Stromnetz.


#### Quarzrohr in den Verbrennungssofen einsetzen

	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Füllen Sie das Quarzrohr mit ca. 2,5 cm Quarzwatte und schieben Sie den Wattedropfen an das Ende des Rohres.</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>2. Legen Sie den Dichtungsring in den An-druckring der Gasschleuse.</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>3. Schieben Sie das Quarzrohr in den An-druckring, sodass die Gasabgänge in die Schlitzte des Ringes ragen.</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>4. Befestigen Sie das Gegenstück der Gas-schleuse mit den drei dazugehörigen In-nensechskantschrauben. Ziehen Sie die Schrauben reihum gleichmäßig fest.  <b>Hinweis:</b> Achten Sie beim Festziehen der Schrauben darauf, dass das Quarzrohr in der Gasschleuse zentriert ist.</li> </ol>



	<p>✓ Die Gasschleuse ist richtig montiert, wenn der Spalt zwischen Andruckring und Gegenstück gleichmäßig ca. 1 mm breit ist.</p>
 <p>1 Anschluss Sauerstoff 2 Anschluss Argon</p>	<p>5. Schieben Sie das Quarzrohr in den Verbrennungsofen bis zum Anschlag in die Kupplung der Analysatorwand.</p> <p>6. <i>Ohne Verwendung des Flammensensors:</i> Schieben Sie den Schlauch für die Sauerstoffzufuhr auf den Glasstutzen des Verbrennungsrohrs (1).</p> <p>7. Schließen Sie den Schlauch für die Argonzufuhr an der Gasschleuse an (2).</p> <p>✓ Das Verbrennungsrohr ist im multi EA 4000 eingesetzt.</p> <p><b>Achtung:</b> Die Schläuche dürfen nicht geknickt oder verdreht werden!</p>

### Flammensensor anschließen (optional)

	<p>1. Schließen Sie den Schlauch für die Sauerstoffzufuhr (2) am Sensorkopf (1) an.</p> <p>2. Schieben Sie der Reihe nach die schwarze Blendscheibe (5), die Messinghülse und die zwei Dichtringe entsprechend der Abbildung auf den Gasstutzen des Verbrennungsrohrs.</p> <p>1 Sensorkopf 2 Gasanschluss Sauerstoff 3 Dichtringe 4 Messinghülse mit Schraubgewinde 5 Blendscheibe</p>
---	--



3. Setzen Sie den Sensorkopf auf den Glasstutzen und befestigen Sie ihn mit der Messinghülse. Die Dichtringe werden dabei in den Sensorkopf gedrückt und dichten den Flammensensor ab.
4. Schließen Sie den Anschluss des Flammensensors zwischen die Verbindung multi EA 4000 und C/S-Modul (bzw. CI-Modul) am Anschluss „valve“ des multi EA 4000 an.

### Schwefelsäuregefäß anschließen



#### WARNUNG

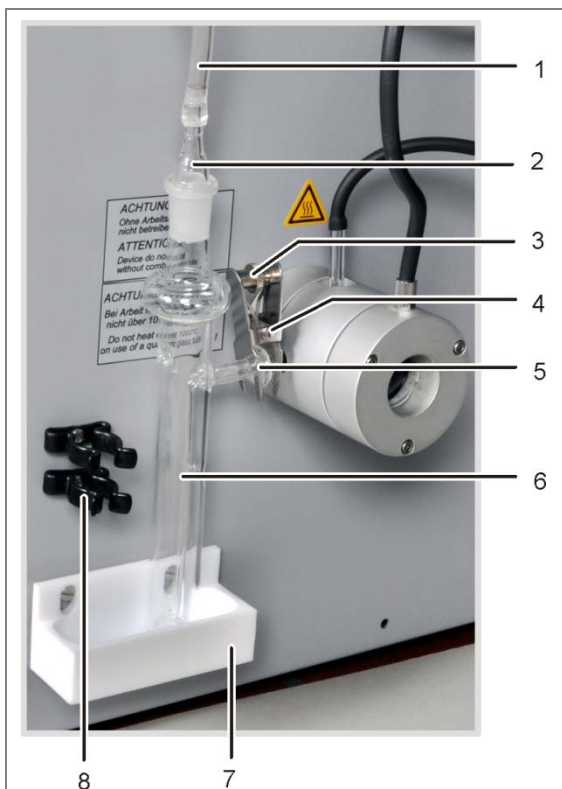
Die im Schwefelsäuregefäß als Trockenmittel verwendete konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen!

Tragen Sie zum Wechseln der Schwefelsäure entsprechende Schutzkleidung! Beachten Sie alle Vorgaben aus dem EG-Sicherheitsdatenblatt! Gehen Sie beim Einfüllen der Schwefelsäure besonders umsichtig vor!

Entsprechend der Messmethode wird ein Schwefelsäuregefäß mit oder ohne Split-Abgang verwendet.



1. Schieben Sie den Messgasschlauch (farblos) und den Bypass-Schlauch (schwarz) durch den Kanal im multi EA 4000. Ziehen Sie die Schläuche gegebenenfalls mit einer Pinzette aus dem anderen Kanalende. Führen Sie die Schläuche durch die Öffnung auf der rechten Seite des CI-Moduls.



- |   |                 |   |                              |
|---|-----------------|---|------------------------------|
| 1 | Messgasschlauch | 5 | Kugelschliffverbindung       |
| 2 | Glasolive       | 6 | Schwefelsäuregefäß           |
| 3 | Rändelschraube  | 7 | PTFE-Wanne                   |
| 4 | Gabelklemme     | 8 | Klemmen für Sicherheitsgefäß |

2. Füllen Sie das Schwefelsäuregefäß mit 12 – 15 ml Schwefelsäure.
3. Halten Sie das gefüllte Schwefelsäuregefäß über die PTFE-Wanne (7) neben dem Eingang zum Verbrennungsrohr am Grundgerät.
4. Fügen Sie den Gasabgang des Verbrennungsrohrs und den Eingang des Schwefelsäuregefäßes mit der Kugelschliffverbindung (5) zusammen.
5. Sichern Sie die Kugelschliffverbindung mit der Gabelklemme (4) und ziehen Sie die Rändelschraube (3) handfest an.
6. Verschließen Sie das Schwefelsäuregefäß mit der Glasolive mit Schlauchanschluss.
7. Schieben Sie den Messgasschlauch (durchsichtig) auf den Anschluss der Glasolive.

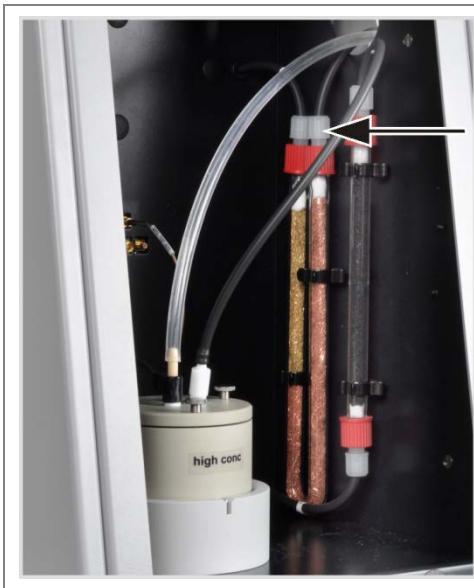


- |    |                 |    |                     |
|----|-----------------|----|---------------------|
| 9  | Bypass-Schlauch | 11 | Verbindungsschlauch |
| 10 | Splitabgang     | 12 | Sicherheitsgefäß    |

*Nur Schwefelsäuregefäße mit Split-Abgang*

8. Verbinden Sie den Split-Abgang des Schwefelsäuregefäßes mit dem seitlichen Anschluss des Sicherheitsgefäßes.
9. Drücken Sie das Sicherheitsgefäß in die Halterung.
10. Schließen Sie den schwarzen Bypass-schlauch (9) oben am Sicherheitsgefäß (12) an.

**Hinweis:** Bei Schwefelsäuregefäßen ohne Split-Abgang hängt der Verbindungsschlauch frei.



*Nur Schwefelsäuregefäße mit Split-Abgang*

11. Schließen Sie den Bypass-Schlauch am mit Kupferwolle gefüllten Gas-seingangsschenkel der Halogenidfalle an.

### 7.4.2 Elektrolytlösung herstellen



#### **WARNUNG**

Die zur Herstellung der Elektrolytlösung verwendete 99%ige Essigsäure und Salpetersäure sowie Thymol können schwere Verätzungen verursachen!

Tragen Sie bei der Herstellung der Elektrolytlösung entsprechende Schutzkleidung!

Beachten Sie alle Vorgaben aus den EG-Sicherheitsdatenblättern!

Benötigte Reagenzien:

- |        |                     |
|--------|---------------------|
| 200 ml | Essigsäure c = 99 % |
| 4 ml   | Salpetersäure konz. |
| 4 g    | Gelatine            |
| 1,0 g  | Thymol              |
| 0,3 g  | Thymolblau          |
| 500 ml | Methanol            |

Stellen Sie die Elektrolytlösung wie folgt her:

1. Lösung A:  
500 ml Wasser in einen 1000 ml Messkolben füllen, 4 ml  $\text{HNO}_3$  (konz.) zusetzen, vorsichtig 200 ml Essigsäure zugeben und mit Wasser bis zur Marke auffüllen.
2. Lösung B1:  
4 g Gelatine in einem Becherglas mit 400 ml Wasser verrühren, 3 Stunden quellen lassen und anschließend unter Erwärmen auf (35 – 45) °C lösen.
3. Lösung B2:  
1,0 g Thymol und 0,3 g Thymolblau in einem Becherglas in 500 ml Methanol lösen.

## 4. Lösung B:

Die Lösung B1 nach Abkühlen auf (18 – 22) °C langsam und unter Rühren in die Lösung B2 geben, filtrieren, in einen 1000 ml Messkolben überführen und mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

## 5. Lösung C – gebrauchsfertiger Elektrolyt:

8 ml der Lösung B in einen 100 ml-Messzylinder pipettieren und mit der Lösung A auf 100 ml auffüllen oder  
40 ml der Lösung B in einen 500 ml-Messzylinder pipettieren und mit der Lösung A auf 500 ml auffüllen.

### Lagerung und Haltbarkeit der Elektrolyt-Lösungen

- Die Lösungen A und B sind, in fest verschlossenen Flaschen bei  $4 \pm 3$  °C aufbewahrt, etwa 6 Monate haltbar.
- Die gebrauchsfertige Elektrolytlösung (Lösung C) ist in fest verschlossenen Glasgefäßen bei 20 – 25 °C etwa 30 Tage haltbar.

## 7.4.3 Messzelle bereitstellen



### VORSICHT!

Ein Eintrocknen des Elektrolyten auf der Kombielektrode kann die Elektrode schädigen. Bewahren Sie die Elektrode bei kurzzeitigen Betriebspausen, z. B. über Nacht, in Elektrolytlösung auf.




### WICHTIG

Lassen Sie die Elektrode vor der ersten Nutzung 1-2 h in Elektrolytlösung stehen. Erst dann erhalten Sie reproduzierbare Werte.

Die gefüllte Messzelle und die Elektrode müssen am Gerät angeschlossen sein, **bevor** das CI-Modul eingeschaltet wird.

1. Füllen Sie den Elektrolyt in den Messzellengrundkörper ein (zur Herstellung des Elektrolyts siehe Abschnitt „Elektrolytlösung herstellen“ S. 66):
  - „sensitive“ Zelle: ca. 20 ml
  - „high concentration“ Zelle: ca. 120 ml.
2. Legen Sie einen Magnetrührstab auf den Boden der Messzelle.
3. Befestigen Sie den Messzellendeckel mit den 3 Rändelschrauben.
4. Stellen Sie die Messzelle in den Halter des CI-Moduls.

 <p>1 Anschluss Kombielektrode 2 Anschluss Messgas an Kombielektrode 3 Olive mit angeschlossenen Absaugschlauch 4 Anschluss Messzelle 5 Adsorptionsrohr, mit Aktivkohle gefüllt</p>	<p>5. Stecken Sie die Kombielektrode und die Schlaucholive mit dem Absaugschlauch in die dafür vorgesehenen Öffnungen des Messzellendeckels.</p> <p>6. Schließen Sie die Kombielektrode und die Messzelle an den Anschlüssen der Rückwand des CI-Moduls an.</p> <p>7. Schieben Sie den Messgasschlauch (farblos) ca. <b>1 cm weit</b> auf das Ende der Kombielektrode.</p>
<p>8. Schalten Sie das multi EA 4000 mit seinen Gerätekomponenten ein (siehe Abschnitt CI-Messung ausführen“ S. 69).</p> <p>9. Führen Sie eine Endpunktroutine durch (siehe Abschnitt „Endpunktroutine“ S. 68).  <b>✓ Ist die Endpunktroutine beendet, ist das System messbereit.</b></p> <p>10. Prüfen Sie ggf. die Zelle mit einer Direktmethode.</p>	

### 7.4.4 Endpunktroutine

Eine Endpunktroutine ist nach jedem Elektrolytwechsel notwendig.

Arbeitspunkt der coulometrischen Messzelle liegt im Bereich von 1500 – 5000 Counts.

1. Starten Sie die Endpunktroutine manuell über den Menüpunkt SYSTEM/ ENDPUNKTROUTINE.
2. Ziehen Sie die Olive mit dem Absaugschlauch aus dem Deckel der Messzelle. Dosieren Sie nach Aufforderung die HCl-Lösung direkt in die Messzelle:
  - „sensitive“ Zelle                      100 µl einer 0,01N HCl-Lösung
  - „high concentration“ Zelle      100 µl einer 0,1N HCl-Lösung
3. Starten Sie unmittelbar nach der Dosierung die Endpunktroutine durch Klick auf [OK].

Im Fenster GERÄTE-STATUS erscheint während des Vorgangs der Status ENDPUNKTROUTINE. Nach der Endpunktroutine erscheinen im Fenster GERÄTE-STATUS der Status PAUSENTITRATION und der aktuelle Indikatorwert.

**✓ Das System ist messbereit.**

Der ermittelte Arbeitspunkt der Kombielektrode wird unter dem Menüpunkt SYSTEM / KOMPONENTENTEST in der Registerkarte CL-AMP angezeigt.



### WICHTIG

Um die Kombielektrode vor unnötigem Verschleiß zu schützen, beachten Sie Folgendes:

- Füllen Sie vor der Endpunktroutine immer frischen Elektrolyt in die Messzelle ein.
- Führen Sie die Endpunktroutine nicht mehrmals hintereinander durch.

## 7.4.5 CI-Messung ausführen

1. Schalten Sie das Grundgerät multi EA 4000, das CI-Modul, C/S-Modul (nur bei multi EA 4000 C/S CI) und ggf. den FPG 48 am Hauptschalter ein.

✓ **Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.**

2. Starten Sie das Programm multiWin.
3. Wechseln Sie zwischen verschiedenen Analysator-Modulen, aktivieren Sie zunächst die Sensorik:
  - Wählen Sie den Menüpunkt GERÄT / GERÄT BEARBEITEN.
  - Aktivieren Sie Chlor als zu analysierendes ELEMENT.
  - Sind sowohl Kohlenstoff/Schwefel als auch Chlor aktiviert, klicken Sie in der Liste VERBRENNUNGSRÖHR auf QUARZRÖHR (CL).
  - Aktivieren Sie als ZUSTANDSFORMEN die Option FEST.
4. Initialisieren Sie den das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN].
5. Laden Sie eine Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE AKTIVIEREN) oder erstellen Sie eine neue Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE NEU).

Folgende Parameter können Sie für CI-Messungen auswählen:

- CL\_AMP (Chlorgehalt in Feststoffen bestimmen)
- CL\_direkt\_AMP (Überprüfung der Messzelle durch Pipettieren eines flüssigen Standards direkt in die Messzelle)

6. Stellen Sie die Gasflüsse ein:

#### CI-Messungen ohne Gassplitting

- In der Methode muss auf der Registerkarte PROZESSPARAMETER für den splitlosen Betrieb der MESSGASFLUSS 100 % gewählt werden.
- Folgende Gasflüsse müssen dafür eingestellt werden:

Gasflüsse für Messungen ohne Gassplitting		
pump	O <sub>2</sub>	Ar
ca. 600 ml/min	300- 400 ml/min	300- 400 ml/min

- Folgendes ist bei der Einstellung der Gasflüsse zu beachten:

Der Saugfluss muss dabei ca. 200 ml/min größer als der Sauerstofffluss sein.

Um die Wirkung der Gasschleuse zu gewährleisten, muss die Summe aus Argon- und Sauerstofffluss mindestens 200 ml/min größer als der Saugfluss sein.

Auf Aufforderung muss der Anwender manuell am Durchflussmesser „pump“ des Grundgerätes den Saugfluss reduzieren.





**VORSICHT**

Es ist unbedingt notwendig den Saugfluss bei Aufforderung im splitlosen Betrieb zu reduzieren! Anderenfalls kann Schwefelsäure oder Elektrolytlösung in das Schlauchsystem und nachfolgende Bauteile gesaugt werden und dort Schäden verursachen.

**CI-Messungen mit Gassplitting**

- Stellen Sie in den Methodenparametern eines der folgenden Splitverhältnisse (in %) auf der Registerkarte PROZESS ein:

Messgas	Splitverhältnis
10	1 : 10
20	1 : 5

- Folgende Gasflüsse müssen für die Arbeit mit Messgassplit eingestellt werden:

Gasflüsse für Messungen mit Messgassplit		
pump	O <sub>2</sub>	Ar
max. (ca.2,5 l/min)	1 l/min	2,4 l/min

- Übernehmen Sie den Splitfaktor zunächst aus einer vorhandenen Methode und ermitteln Sie ihn anschließend neu.
7. Wiegen Sie die Proben auf Quarzschiffchen ein.

**Hinweis:**



Proben wie Altöl sollten beim Einwiegen im Quarzglasschiffchen auf ausgeglühten Quarzsand aufgebracht und mit einer ausreichenden Menge Quarzsand abgedeckt werden.  
Altöleinwaagen dürfen 50 mg nicht überschreiten.

8. Starten Sie die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN].
9. Erstellen oder wählen Sie eine Analysengruppe, in welcher die Messdaten gespeichert werden.
10. Erstellen Sie eine Analysensequenz.
- Fügen Sie der Probentabelle mit die gewünschte Anzahl Proben hinzu.
  - Geben Sie folgende Daten ein:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	Position der Probe auf dem Probenrack Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystyps (PROBE, TAGESFAKTOR, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für AQS-Standards
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Bestücken Sie den Probengeber. Verwenden Sie die Schaltflächen und um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.



- Klicken Sie auf  in der Sequenzzeile, um Sie für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können Sie mit der Schaltfläche  freischalten.
- ✓ **Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.**

11. Klicken Sie auf [MESSUNG STARTEN].

Die Probe wird im Argonstrom bei Temperaturen zwischen 300 und 600 °C pyrolysiert (vordere Ofenzone). Die entstehenden Pyrolyseprodukte werden im Sauerstoffstrom bei 1000 °C vollständig oxidiert.

#### Probengeber FPG 48 verwenden

- Wählen Sie ein geeignetes Programm für den Vorschub des Probengebers, das eine längere Verweilzeit im Aufwärbereich am Ofeneingang beinhaltet
- Bei sehr reaktiven Proben nutzen Sie den optional erhältlichen Flammensensor.

#### Manuellen Probenvorschub verwenden



### VORSICHT

Beim Beschicken des Ofens und gleichzeitiger Beobachtung der Verbrennung ist das Benutzen einer Schutzbrille erforderlich.

- Starten Sie die Messung, bevor das Schiffchen in den Ofen geschoben wird.
- Schieben Sie das Schiffchen bis kurz hinter die Gasschleuse in das Verbrennungsrohr, so dass sich die Mitte des Schiffchens in der Höhe des Frontbleches befindet, und lassen Sie es kurz durchwärmen.
- Schieben Sie anschließend das Schiffchen vorsichtig in die heiße Zone des Verbrennungsofens. Beobachten Sie dabei ständig das Ende des Sauerstoffzuführungsrohrs. Sobald es durch die Verbrennung der Pyrolysegase zu Leuchterscheinungen kommt, halten Sie das Schiffchen in der aktuellen Position. Ist das Leuchten abgeklungen, schieben Sie das Schiffchen langsam weiter. Bei erneutem Auftreten halten Sie wieder an usw., bis sich das Schiffchen vollständig im Ofen befindet (Position ist durch Anschlag des Zuführungswerkzeugs vorgegeben). In dieser Position werden die flüchtigen Pyrolyseprodukte bei 1000 – 1100 °C verbrannt.
- Nach Überführung des Schiffchens in die heiße Zone bestätigen Sie mit [OK] die Meldung auf dem Bildschirm.



### WICHTIG

Der Vortrieb des Schiffchens muss äußerst langsam erfolgen, damit die Pyrolysegase langsam entstehen und vollständig verbrannt werden können. Ein zu schnelles Zuführen der Probe kann zu einer unvollständigen Verbrennung und so zum Verrußen des Analysensystems und daraus resultierend zu falschen Messergebnissen führen.

- ✓ **Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE. Die Messroutine mit Titrationsverzögerung beginnt.**

## 7.4.6 Überprüfung des Splitverhältnisses

Das eingestellte Splitverhältnis muss vor einer Messreihe mit einem Standard überprüft und mögliche Abweichung korrigiert werden.

Folgende Standardkonzentrationen werden empfohlen:

Messzelle	Standardkonzentration
„high concentration“	1 N HCl
„sensitive“	0,1 N HCl

- Überführen Sie 50 µl des Standards auf Keramikmatte in einem Schiffchen in den heißen Ofen.
- Führen Sie mit der Methode die Bestimmung durch:
  - Wiederholen Sie die Messung des oben genannten Standards 3mal und bestimmen Sie den Mittelwert.
  - Berechnen Sie den Splitfaktor F:

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

$a_{soll}$  ... erwarteter absoluter Cl-Gehalt in µg

$\overline{a_{ist}}$  ... mittlerer absoluter Cl-Gehalt aus den 3 Standardmessungen

- Tragen Sie den berechneten Faktor in der Methode auf der Registerkarte KALIBRIERUNG im Eingabefeld TAGESFAKTOR ein und übernehmen Sie den Wert mit [ÜBERNEHMEN] für die folgenden Messungen.



### WICHTIG

Für die Ermittlung eines neuen Splitfaktors muss in der Methode auf der Registerkarte KALIBRIERUNG der Tagesfaktor auf den Wert 1 gesetzt werden.

## 7.4.7 Quarzschiffchen ausbrennen

Quarzschiffchen müssen ausgebrannt werden

- vor der ersten Verwendung
- nach der Reinigung von starken Verschmutzungen.

Dazu führen Sie die Messroutine mit leeren Quarzschiffchen aus.

## 7.5 TIC/TOC-Bestimmung mit Automatischem TIC-Feststoffmodul

### 7.5.1 Automatisches TIC-Feststoffmodul für die Analyse vorbereiten



#### WARNUNG! ELEKTRISCHER SCHLAG!

Im Verbrennungsofen treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung spannungsführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator deshalb nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Für Umbau- und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder am Verbrennungsofen schalten Sie den Analysator immer am Netzschalter aus und trennen Sie den Verbrennungsofen durch Ziehen des Netzsteckers vom Stromnetz.

1. Stellen Sie das Automatische TIC-Feststoffmodul rechts neben das Grundgerät. Schieben Sie dabei das TIC-Feststoffmodul soweit an die Wand des Grundgerätes, bis die Abstandshalter die Gerätewand berühren.
2. Schließen Sie die elektrischen Verbindungen an und überprüfen Sie die Schlauchverbindungen (siehe Abschnitt „Automatisches TIC-Feststoffmodul aufstellen“ S. 132).

#### TIC-Reaktor an das Keramikrohr montieren und in den Verbrennungsofen einsetzen



1	Keramikrohr	4	Andruckring
2	Kupplung	5	TIC-Reaktor
3	Dichtringe		

Abb. 31 Einzelteile für die Verbindung von TIC-Reaktor und Keramikrohr


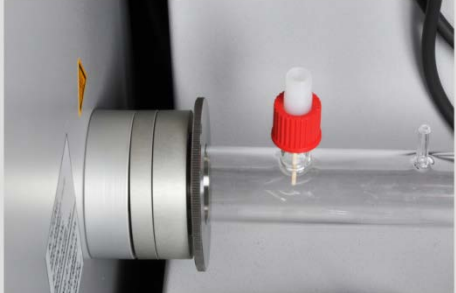


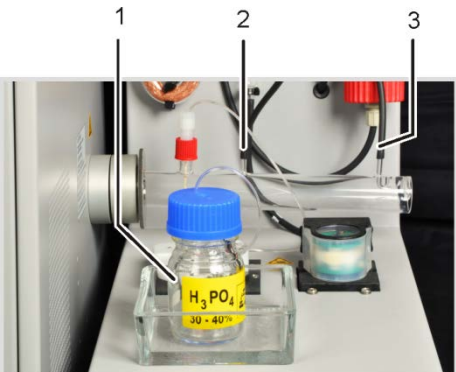



Montieren Sie zunächst die Kupplung mit der innenliegenden Dichtung auf das Keramikrohr:

1. Schieben Sie den ersten Kupplungsring und einen Dichtungsring auf das Keramikrohr.

	<p>2. Setzen Sie den 2. Ring auf und befestigen Sie ihn mit den 3 beiliegenden Innensechskantschrauben. Ziehen Sie die Schrauben reihum fest.</p> <p><b>Achtung:</b> Der Schlitz zwischen beiden Ringen sollte gleichmäßig ca. 1mm breit sein.</p>
	<p>3. Legen Sie zwei Dichtungsringe in die Kupplung.</p>
	<p>4. Schrauben Sie mit einer halben Drehung den Rändelring auf.</p>
	<p>5. Schieben Sie den Reaktor in die Kupplung, bis er das Keramikrohr berührt. Befestigen Sie den TIC-Reaktor, indem Sie den Rändelringring vorsichtig festschrauben.</p> <p><b>Achtung:</b> Der Reaktor muss zentriert im Halter sitzen.</p>
	<p>6. Führen Sie das Keramikrohr in die Öffnung des Verbrennungsofens und drücken Sie es in die hintere Dichtung. Die Anschlüsse des Reaktors müssen nach oben weisen.</p>

## Reaktor und Probengeber FPG 48 anschließen

	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Setzen Sie die Keramikkanüle (1) auf den Port mit Schraubgewinde.</li> <li>2. Spannen Sie den Pumpschlauch in die Kassette der Schlauchpumpe (2). Das Schlauchende mit dem Anschluss an den Reaktor muss dabei zum Reaktor zeigen.</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>3. Fixieren Sie die Keramikkanüle mit der roten Schraubkappe.</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>4. Überprüfen Sie, dass Dichtkegel, Dichtungen und Schraubkappe auf dem Pumpschlauch montiert sind.</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>5. Schrauben Sie den Pumpschlauch handfest an die rote Schraubkappe.</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>6. Verbinden Sie den Messgasausgang (2) mit dem oberen Ende der Kühlschlange auf der Rückseite des TIC-Feststoffmoduls.</li> <li>7. Schieben Sie auf den Reaktorstutzen für das Trägergas (3) den Schlauch für die Sauerstoffzufuhr (3 in Abb. 7 S. 26).</li> </ol> <p><b>Achtung:</b> Stützen Sie den Reaktor stets mit einer Hand ab, während Sie die Schläuche aufstecken. Bei zu starkem einseitigem Druck auf den Glaszylinder, kann der TIC-Reaktor brechen.</p>

	<p>8. Stellen Sie die Reagenzienschale mit der Säureflasche in einer Auffangschale vor die Säurepumpe.</p>
	<p>9. Schieben Sie den weißen PTFE-Ring auf das Ende des TIC-Reaktors.</p> <p>10. Stellen Sie den umgebauten Probengeber FPG 48 (siehe Abschnitt „Probengeber FPG 48 aufstellen und justieren“ S. 138) an das TIC-Feststoffmodul. Der TIC-Reaktor mit dem PTF-Ring liegt dabei auf der Kante des Probengebers auf. Richten Sie den Probengeber so aus, dass das Keramikschnitzmesser gerade in den Reaktor und bei TOC-Messungen weiter in den Ofen geschoben werden kann. Zwischen dem TIC-Reaktor und dem Probengeber muss ein Spalt von 2 – 4 mm bleiben, um Spannungen durch die thermische Ausdehnung des Keramikrohrs zu vermeiden.</p>
<p>11. Stellen Sie rechts neben dem FPG 48 unter die Abwurfschiene einen Behälter für die gebrauchten Keramikschnitzmesser.</p>	

## 7.5.2 Benötigte Reagenzien

Für die TIC-Bestimmung werden folgende Reagenzien benötigt:

- 40%ige ortho-Phosphorsäure (für empfohlene Differenzmethode)
- 10%ige Salzsäure für TOC-Bestimmungen (für Direktmethode)

## 7.5.3 TIC-Bestimmung mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul ausführen

1. Stellen Sie in der Säureflasche des TIC-Feststoffmoduls ortho-Phosphorsäure bereit.
2. Schalten Sie das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul, das Automatische TIC-Feststoffmodul und den FPG 48 am Hauptschalter ein.
  - ✓ **Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.**

**Hinweis:** Ein eventuell vorhandenes CI-Modul schalten Sie nicht ein.
3. Starten Sie das Programm multiWin.
4. Wechseln Sie zwischen verschiedenen Analysator-Modulen, aktivieren Sie zunächst die Sensorik:
  - Wählen Sie den Menüpunkt GERÄT / GERÄT BEARBEITEN.
  - Aktivieren Sie „C“ in der Liste ELEMENTE.
  - Klicken Sie in der Liste VERBRENNUNGSROHR auf KERAMIKROHR (CS).
  - Aktivieren Sie als ZUSTANDSFORMEN die Option FEST.
  - Aktivieren Sie die Option ABWURFSCHIENE.



5. Initialisieren Sie das System mit einem Klick auf [ANALYSENGERÄT INITIALISIEREN].
6. Laden Sie eine Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE AKTIVIEREN) oder erstellen Sie eine neue Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE NEU).

Wählen Sie den Parameter TIC (nur TIC -Gehalt bestimmen) aus.

7. Stellen Sie nach der Einlaufzeit folgende Gasflüsse ein:

pump	O <sub>2</sub>	Ar/O <sub>2</sub> *
ca.1,7 l/min	1 l/min	1,5 l/min
entspricht SOLL = 100 ± 5 im STATUS-Fenster		

**\*Achtung:**


Argon wird für diesen Betrieb nicht benötigt, am Rotameter „Ar/O<sub>2</sub>“ liegt automatisch Sauerstoff an.





Das Analysensystem hat jetzt Zeit sich zu konditionieren.

Sollte der Saugfluss stark abweichen oder später verändern, stellen Sie ihn am Ventil „pump“ des multi EA 4000 nach.

8. Wiegen Sie die Probe auf ein Keramikschniffchen ein.
9. Starten Sie die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN].
10. Erstellen oder wählen Sie eine Analysengruppe, in welcher die Messdaten gespeichert werden.
11. Erstellen Sie eine Analysensequenz.

- Fügen Sie der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzu.
- Geben Sie folgende Daten ein:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	Position der Probe auf dem Probenrack Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Bestücken Sie den Probengeber. Verwenden Sie die Schaltflächen  und  um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
- Klicken Sie auf  in der Sequenzzeile, um Sie für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können Sie mit der Schaltfläche  freischalten.

✓ **Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.**

12. Klicken Sie auf [MESSUNG STARTEN].

Hinweis: Bei Messungen mit manuellem Probenvorschub erscheint vor jedem Mess-Start ein zusätzliches Eingabefenster für die Eingabe der Einwaage.

- ✓ **Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.**
- Die Schiffchenaufnahme nimmt ein Schiffchen vom Probenrack und legt es auf dem Keramikhaken ab.
- Der Keramikhaken schiebt das Schiffchen in den TIC-Reaktor. Sobald das Schiffchen die Position unter der Keramikkanüle erreicht hat, beginnt automatisch die Säurezugabe. Während des langsamen Schiffchenvorschubs wird die gesamte Probe mit Säure versetzt.
- Das Messgas mit dem ausgetriebenen TIC wird über die Messgastrocknung und –reinigung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls zum Detektor im C/S-Modul geleitet. Durch die Zufuhr von Sauerstoff am Eingang des TIC-Reaktors wird verhindert, dass Messgas durch den offenen Eingang entweicht.

### 7.5.4 TOC-Bestimmung nach Differenzmethode mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul ausführen (empfohlene Methode)

1. Stellen Sie in der Säureflasche des TIC-Feststoffmoduls 40%ige ortho-Phosphorsäure bereit.
2. Schalten Sie das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul, das Automatische TIC-Feststoffmodul und den FPG 48 am Hauptschalter ein.
  - ✓ **Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.**

**Hinweis:** Ein eventuell vorhandenes CI-Modul schalten Sie nicht ein.
3. Starten Sie das Programm multiWin.
4. Wechseln Sie zwischen verschiedenen Analysator-Modulen, aktivieren Sie zunächst die Sensorik:
  - Wählen Sie den Menüpunkt GERÄT / GERÄT BEARBEITEN.
  - Aktivieren Sie „C“ in der Liste ELEMENTE.
  - Klicken Sie in der Liste VERBRENNUNGSRÖHR auf KERAMIKRÖHR (CS).
  - Aktivieren Sie als ZUSTANDSFORMEN die Option FEST.
  - Aktivieren Sie die Option ABWURFSCHIENE.

5. Initialisieren Sie den das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN].
6. Laden Sie eine Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE AKTIVIEREN) oder erstellen Sie eine neue Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE NEU).

Wählen Sie den Parameter TOC aus.

7. Stellen Sie nach der Einlaufzeit folgende Gasflüsse ein:

pump	O <sub>2</sub>	Ar/O <sub>2</sub>
ca. 1,7 l/min entspricht SOLL = 100 ± 5 im STATUS-Fenster	1 l/min	1,5 l/min

Das Analysensystem hat jetzt Zeit sich zu konditionieren.


Sollte der Saugfluss stark abweichen oder später verändern, stellen Sie ihn am Ventil „pump“ des multi EA 4000 nach.


8. Wiegen Sie die Probe auf 2 Keramikschiffchen ein.







**Achtung:**

Die Einwaage auf Schiffchen 1 für die TIC-Bestimmung darf maximal 50 mg betragen. Decken Sie die Probe mit etwas ausgeglühtem Quarzsand ab. Der Quarzsand verbessert die Benetzung der Probe mit Säure.

9. Starten Sie die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN].
10. Erstellen oder wählen Sie eine Analysengruppe, in welcher die Messdaten gespeichert werden.
11. Erstellen Sie eine Analysensequenz.
  - Fügen Sie der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzu.
  - Geben Sie folgende Daten ein:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	Position der Probe auf dem Probenrack Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Bestücken Sie den Probengeber. Verwenden Sie die Schaltflächen  und  um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
  - Klicken Sie auf  in der Sequenzzeile, um Sie für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können Sie mit der Schaltfläche  freischalten.
  - ✓ **Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.**
12. Klicken Sie auf [MESSUNG STARTEN].

**Hinweis:**

Bei Messungen mit manuellem Probenvorschub erscheint vor jedem Mess-Start ein zusätzliches Eingabefenster für die Eingabe der Einwaage.

- ✓ **Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.**
  - Die Schiffchenaufnahme nimmt das Schiffchen 1 vom Probenrack und legt es auf dem Keramikhaken ab.
  - Der Keramikhaken schiebt das Schiffchen in den TIC-Reaktor. Sobald das Schiffchen die Position unter der Keramikkanüle erreicht hat, beginnt automatisch die Säurezugabe. Während des langsamen Schiffchenvorschubs wird die gesamte Probe mit Säure versetzt.
  - Das Messgas mit dem ausgetriebenen TIC wird über die Messgastrocknung und –reinigung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls zum Detektor im C/S-Modul geleitet.
  - Danach wird das Schiffchen 1 aus dem TIC-Reaktor herausgezogen und auf der Abwurfschiene abgelegt.

- Der Probengeber nimmt das Schiffchen 2 mit der gleichen Probe vom Probenrack und schiebt es direkt in die heiße Zone des Ofens. Hier erfolgt die Verbrennung im Sauerstoffstrom. Auf diese Weise wird der gesamte Kohlenstoffgehalt (TC) bestimmt.
- Abschließend wird die Differenz der beiden Messwerte (TC-TIC) gebildet und als TOC-Ergebnis im Programm ausgegeben.



**WICHTIG**

Während längeren Messpausen kann die Gaszufuhr im Programm multiWin heruntergeregelt werden, wodurch entsprechend Gas gespart wird. Es muss aber rechtzeitig (ca. 10 min) vor Messstart die Gaszufuhr wieder gewährleistet sein.

**7.5.5 TOC-Messung mit Direktbestimmung**



**VORSICHT**

Verwenden Sie zum Austreiben des TIC aus der Probe nur HCl-Säure. Phosphorsäure ist für die direkte Bestimmung des TOC ungeeignet.

Führen Sie eine Messung wie folgt durch:

1. Stellen Sie in der Säureflasche 10%ige Salzsäure bereit.
2. Schalten Sie das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul, das Automatische TIC-Feststoffmodul und den FPG 48 am Hauptschalter ein.
  - ✓ **Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.**
- Hinweis:** Ein eventuell vorhandenes CI-Modul schalten Sie nicht ein.
3. Starten Sie das Programm multiWin.
4. Wechseln Sie zwischen verschiedenen Analysator-Modulen, aktivieren Sie zunächst die Sensorik:
  - Wählen Sie den Menüpunkt GERÄT / GERÄT BEARBEITEN.
  - Aktivieren Sie die zu analysierenden ELEMENTE.
  - Sind sowohl Kohlenstoff/Schwefel als auch Chlor aktiviert, klicken Sie in der Liste VERBRENNUNGSRÖHR auf KERAMIKRÖHR (CS).
  - Aktivieren Sie als ZUSTANDSFORMEN die Option FEST.
  - Aktivieren Sie die Option ABWURFSCHIENE.
5. Initialisieren Sie den das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN].
6. Laden Sie eine Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE AKTIVIEREN) oder erstellen Sie eine neue Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE NEU).


Wählen Sie den Parameter IC/OC aus.


7. Stellen Sie nach der Einlaufzeit folgende Gasflüsse ein:





pump	O <sub>2</sub>	Ar/O <sub>2</sub>
ca.1,7 l/min entspricht SOLL = 100 ± 5 im STATUS-Fenster	1 l/min	1,5 l/min

Das Analysensystem hat jetzt Zeit sich zu konditionieren.

Sollte der Saugfluss stark abweichen oder später verändern, stellen Sie ihn am Ventil „pump“ des multi EA 4000 nach.

8. Wiegen Sie die Probe auf ein Keramikschißchen ein.
9. Starten Sie die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN].
10. Erstellen oder wählen Sie eine Analysengruppe, in welcher die Messdaten gespeichert werden.
11. Erstellen Sie eine Analysensequenz.
  - Fügen Sie der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzu.
  - Geben Sie folgende Daten ein:

Spalte	Beschreibung
ENTNAHMEPOSITION	Position der Probe auf dem Probenrack Die Belegung des Probenracks darf nur mit aufsteigender Positionsnummer erfolgen. Sie muss jedoch nicht lückenlos erfolgen.
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Bestücken Sie den Probengeber. Verwenden Sie die Schaltflächen  und  um das Probenrack in die gewünschte Lage zu bewegen.
- Klicken Sie auf  in der Sequenzzeile, um Sie für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können Sie mit der Schaltfläche  freischalten.
- ✓ **Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.**

12. Klicken Sie auf [MESSUNG STARTEN].

Hinweis: Bei Messungen mit manuellem Probenvorschub erscheint vor jedem Mess-Start ein zusätzliches Eingabefenster für die Eingabe der Einwaage.

- ✓ **Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.**
  - Die Schiffchenaufnahme nimmt ein Schiffchen vom Probenrack und legt es auf dem Keramikhaken ab.
  - Der Keramikhaken schiebt das Schiffchen in den TIC-Reaktor. Sobald das Schiffchen die Position unter der Keramikkanüle erreicht hat, beginnt automatisch die Säurezugabe. Während des langsamen Schiffchenvorschubs wird die gesamte Probe mit Säure versetzt.
  - Das Messgas mit dem ausgetriebenen TIC wird über die Messgastrocknung und -reinigung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls zum Detektor im C/S-Modul geleitet.
  - Dasselbe Schiffchen wird anschließend weiter in den Ofen geschoben um den TOC (nach Entfernen des TIC) durch Verbrennen im Sauerstoffstrom zu bestimmen.

## 7.6 TIC-Bestimmung mit dem Manuellen TIC-Feststoffmodul

### 7.6.1 Manuelles TIC-Feststoffmodul und Analysator vorbereiten

Das Manuelle TIC-Feststoffmodul funktioniert nur in Verbindung mit dem C/S-Modul. Das Messgas wird hier nicht mit Pumpe des Grundgerätes durch den Detektor gesaugt, sondern im geschlossenen System mit Säure angetrieben und mit dem Trägergas (Sauerstoff) zum Detektor geführt.

1. Unterbrechen Sie den Anschluss „pump“ und „analyte“ zwischen multi EA 4000 und C/S-Modul. (Alle anderen Anschlüsse können bestehen bleiben).
2. Überprüfen Sie die Verschlauchung entsprechend dem Schlauchplan (siehe Abb. 42 S. 136 und Abb. 43 S. 137).
3. Verbinden Sie das Manuelle TIC-Feststoffmodul mit dem C/S-Modul:

Anschlüsse C/S-Modul		Ziel
„PC“	⇒	USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„scale“	⇒	externe Waage (optional)
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss
Anschluss „analyte“	⇒	TIC-Modul „analyte“
<b>weitere Anschlüsse TIC-Modul</b>		
„O <sub>2</sub> “	⇒	Gasanschluss Sauerstoff mit Schnellkupplung Sauerstoffvordruck auf 4 – 6 bar einstellen.
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss



#### VORSICHT

Unterbrechen Sie auf jeden Fall den Anschluss „pump“ zwischen C/S-Modul und multi EA 4000. Anderenfalls könnte Phosphorsäure durch das System gesaugt und die Detektoren beschädigt werden.

Für C/S-Messungen muss die Verbindung der Anschlüsse „pump“ wieder hergestellt werden.

### 7.6.2 TIC-Messung ausführen



#### WICHTIG

Verwenden Sie für die Analysen nur trockene 50-ml-Erlenmeyerkolben mit einem Normschliff NS 29/32.

Die Probe sollte möglichst fein zerrieben und homogen sein.

Neben den Sicherheitshinweisen für den Analysator multi EA 4000 im Abschnitt „Sicherheitshinweise“ S. 11 gelten folgende Hinweise speziell für den Betrieb des manuellen Feststoffmoduls:



## WARNUNG FÜR DEN UMGANG MIT PHOSPHORSÄURE!

Im Reaktorgefäß und in den Schläuchen der Säurezufuhr befindet sich Phosphorsäure! Phosphorsäure reizt Augen, Haut und Schleimhäute!

Mit dem Dispenser langsam dosieren, um einen Überdruck zu vermeiden!

Tragen Sie Schutzhandschuhe und Schutzbrille beim Umgang mit konzentrierter Phosphorsäure! Spülen Sie benetzte Haut sofort mit Wasser ab.



## VORSICHT! BETRIEB DES MAGNETRÜHRWERKS!


- Heizplatte nicht ohne Aufsicht betreiben!
- Überhitzung des Säurebads vermeiden! Maximale Temperatur auf 80 °C begrenzen.
- Glaskolben in die Mitte der Heizplatte stellen, sodass der Magnet nicht an die Kolbenwand schlägt.
- Rührgeschwindigkeit des Magneten nicht zu hoch einstellen.


1. Füllen Sie die Säureflasche mit 40 – 50%iger Phosphorsäure und stellen Sie diese in den Kunststoffeinsatz im oberen Gehäuse.
2. Schrauben Sie den Dispenser auf die Flasche. Schließen Sie den säureführenden Schlauch am Ventil und am TIC-Kopf an.
3. Schalten Sie das Grundgerät multi EA 4000, das C/S-Modul und das Manuelle TIC-Feststoffmodul jeweils am Hauptschalter ein.
  - ✓ **Die Statuslampen an den Gerätefronten leuchten.**
4. Schalten Sie die Heizplatte ein.
 



Regeln Sie Temperatur mit dem linken Drehschalter der Heizplatte. Es wird eine Temperatureinstellung von ca. 80 °C empfohlen. Wird die Temperatur zu hoch gewählt, verdampft zu viel Wasser, bei zu niedriger Temperatur dauert die Reaktion länger.
5. Starten Sie das Programm multiWin.
6. Wechseln Sie zwischen verschiedenen Analysator-Modulen, aktivieren Sie zunächst die Sensorik:
  - Wählen Sie den Menüpunkt GERÄT / GERÄT BEARBEITEN.
  - Aktivieren Sie die zu analysierenden ELEMENTE.
  - Aktivieren Sie in der Liste VERBRENNUNGSRÖHR die Option KERAMIKRÖHR (CS).
  - Aktivieren Sie als ZUSTANDSFORMEN die Option FEST.
  - Aktivieren Sie die Option TIC (HAND).
7. Initialisieren Sie den das System mit einem Klick auf [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN].
8. Laden Sie eine Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE AKTIVIEREN) oder erstellen Sie eine neue Methode (Menüpunkt METHODE / METHODE NEU) mit dem Parameter TIC (nur TIC-Gehalt bestimmen).
 

**Hinweis:**  
Stellen Sie in der Methode auf der Karte PROZESS die Ofentemperatur auf einen Wert 0°C. Dadurch wird der Verbrennungsofen nicht überwacht und der Analysator wird für die Messung freigegeben.
9. Stellen Sie den Sauerstofffluss am Ventil auf 16 l/h ein.
10. Wiegen Sie die fein zerriebene Probe in den Erlenmeyerkolben ein.

**Hinweis:** Die Probe darf bei der Überführung nicht an der Kolbenwand haften bleiben. Nur der Boden des Erlenmeyerkolbens wird mit Säure bedeckt. An den Wänden anhaftende Probeanteile gehen für die Analyse verloren.

11. Legen Sie den Magnetührstab vorsichtig in den Erlenmeyerkolben und stellen Sie den Kolben in die Mitte der Heizplatte.
12. Setzen Sie den TIC-Kopf auf den Kolben. Drehen Sie Kolben und TIC-Kopf und drücken Sie beide leicht gegeneinander. Die Schliffverbindung muss gasdicht sein, damit kein Messgas verloren geht.
13. Starten Sie die Messung mit einem Klick auf [MESSUNG STARTEN].
14. Erstellen oder wählen Sie eine Analysengruppe, in welcher die Messdaten gespeichert werden.
15. Erstellen Sie eine Analysensequenz.
  - Fügen Sie der Probentabelle mit  die gewünschte Anzahl Proben hinzu.
  - Geben Sie folgende Daten ein:

Spalte	Beschreibung
NAME	Proben-ID Mit  kann eine automatische Proben-ID erzeugt werden.
ANALYSENTYP	Auswahl des Analystyps (PROBE, TAGESFAKTOR, KALIBRIERMESSUNG, AQS-MESSUNG oder BEST. BW SCHIFFCHEN)
SOLLWERT	Sollkonzentration für Kalibrierstandards oder AQS-Standard
OPERANDEN	Eingabe der Einwaage

- Klicken Sie auf  in der Sequenzzeile, um Sie für die Analyse freizuschalten. Alle Sequenzzeilen können Sie mit der Schaltfläche  freischalten.
- ✓ **Für Analyse freigegebene Sequenzzeilen sind grün gefüllt.**

16. Klicken Sie auf [MESSUNG STARTEN].
17. Geben Sie die Probeneinwaage im [mg] ein.
18. Warten Sie auf die Bereitschaftsmeldung des Analysators.  
Vor Beginn der Messung muss der Analysator mit Sauerstoff konditioniert sein. Dazu muss die Luft aus dem Kolben und Schlauchsystem verdrängt sein und nur noch Sauerstoff zum Detektor gelangen. Je nach Kolbengröße kann dies bis zu 2 min dauern.
19. Klicken Sie nach der Meldung „BITTE MIT ‚OK‘ INTEGRATION STARTEN UND ANSCHLIEßEND SÄURE DOSIEREN.“ auf [OK].  
Dosieren Sie zunächst 2 ml Phosphorsäure.  
Stellen Sie das Rührwerk langsam auf Stufe 5. Die Probe darf dabei nicht an die Kolbenwand geschleudert werden. Ruckartiges oder zu schnelles Bewegen des Rührers deshalb unbedingt vermeiden.  
Gleichmäßig 1 – 3mal jeweils 2 ml Säure zugeben (in Abhängigkeit von Konzentration und Probenmenge).



**WICHTIG**

Da die Freisetzung des CO<sub>2</sub> auch von der Dosiergeschwindigkeit und der Rührgeschwindigkeit des Rührmagneten abhängt, halten Sie bei jeder Messung immer den gleichen Zyklus und die gleichen Geschwindigkeiten ein.

✓ **Der Analysator beginnt mit der Abarbeitung der Analysensequenz. Es öffnet sich das Fenster MESSUNG – ANALYSE.**

20. Stellen Sie nach Ende der Messung den Rührmagneten ab und öffnen Sie den Kolben: Lösen Sie den TIC-Kopf mit einer Drehbewegung. Führen Sie den Stativarm nach oben, schwenken Sie ihn nach hinten und arretieren Sie ihn in dieser Position.
21. Reinigen und trocknen Sie den Kolben.
22. Schließen Sie während der Messpausen einen trockenen Erlenmeyerkolben an den TIC-Kopf an. Damit wird die Sauerstoffspülung (Konditionierung) erhalten und durch den trockenen Gasfluss das Schlauchsystem von eventuellen Feuchtigkeitsresten befreit.
23. Halten Sie die Heizplatte auf konstanter Temperatur. Schalten Sie den Temperaturregler erst bei längeren Messpausen ab.

## 8 Wartung und Pflege

Wartung und Pflege des Analysators sind in diesem Kapitel nach einzelnen Modulen beschrieben. Beachten Sie die Hinweise für alle in Ihrem System zusammengeschlossenen Module.

### 8.1 Grundgerät multi EA 4000

#### Wartungsintervalle

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Gerät reinigen und pflegen	wöchentlich
Befestigungsschrauben auf festen Sitz prüfen	monatlich
alle Schlauchverbindungen auf festen Sitz prüfen	wöchentlich

#### 8.1.1 Gerät reinigen und pflegen

- Spritzer von Chemikalien (Säuren, Elektrolytlösungen) sofort mit Zellstoff abwischen.
- Gerät mit einem feuchten Tuch reinigen.

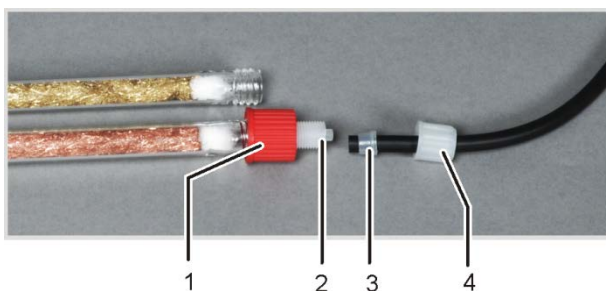


#### WICHTIG

Sicherheitshinweise am Gerät nicht mit Lösungsmitteln benetzen. Beschädigte Sicherheitshinweise ersetzen.

#### 8.1.2 Schlauchverbindungen prüfen

Zum Anschluss der Schläuche an die einzelnen Komponenten (Halogenfalle, Trockenrohr, Adsorptionsrohr usw.) werden hauptsächlich Swagelok-Verschraubungen von unterschiedlicher Größe und Material verwendet.



- 1 Überwurfmutter
- 2 Verschraubungsgrundkörper
- 3 konischer Dichtring
- 4 Überwurfmutter

Abb. 32 Schlauchverbindung an der Halogenfalle

- Die konische Seite der Dichtkegel weist zum Schlauchende.
- Ziehen Sie die Verschraubungen ohne Werkzeuge nur mit Hand fest an.
- Setzen Sie Überwurfmuttern nur gerade auf die Gewinde und verkannten Sie sie nicht.
- Achten Sie darauf, dass flexible Schläuche nicht verdreht oder abgeknickt werden.



## 8.2 Betrieb mit C/S-Modul

### Wartungsintervalle

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Keramikrohr auf Risse und sichtbare Beschädigung überprüfen, wechseln	alle drei Monate
Staubfalle überprüfen und reinigen	monatlich (abhängig von der Verbrennung und der Probenmatrix)
Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln	bei Bedarf (Schwärzung oder Verklumpung durch Feuchtigkeitsaufnahme)
Halogenidfalle erneuern	wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist

### 8.2.1 Keramikrohr überprüfen und wechseln



#### WARNUNG! ELEKTRISCHER SCHLAG!

Im Verbrennungssofen treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung spannungsführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator deshalb nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Für Umbau- und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder am Verbrennungssofen schalten Sie den Analysator immer am Netzschalter aus und trennen Sie den Verbrennungssofen durch Ziehen des Netzsteckers vom Stromnetz.



#### VORSICHT

Am Verbrennungssofen besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen (am besten über Nacht)!

#### Keramikrohr ausbauen

1. Schaffen Sie auf der rechten Seite des multi EA 4000 mindesten 75 cm Platz. Stellen Sie dafür den FPG 48 oder manuellen Handvorschub zur Seite.
2. Ziehen Sie den Schlauch für die Sauerstoffzufuhr von der Gasschleuse ab.
3. Umfassen Sie die Gasschleuse und ziehen Sie mit einer leichten Drehbewegung das Verbrennungsrohr aus der Dichtung der Staubfalle hinten im Verbrennungssofen.
4. Wenn sich das Rohr frei bewegt, ziehen Sie es gerade heraus.
5. Schrauben Sie die Innensechskantschrauben heraus und zerlegen Sie die Gasschleuse. Streifen Sie die Dichtungsringe vom Keramikrohr.
6. Entfernen Sie die Quarzwatte aus dem Keramikrohr.
7. Ist das Keramikrohr zerbrochen, öffnen Sie die Staubfalle auf der Rückseite des Ofens (siehe Abschnitt "Staubfalle reinigen" S. 88) und ziehen Sie das Rohrsegment heraus

#### Achtung!

Die Heizstäbe des Ofens dürfen bei der Entfernung von Bruchstücken nicht beschädigt werden!

### Keramikrohr reinigen

1. Pusten Sie Stube mit Druckluft auf dem Keramikrohr. Ablagerungen konnen Sie mit einer Burste entfernen.
2. Spulen Sie das Keramikrohr mit Reinstwasser und lassen Sie es grundlich trocknen.

### Keramikrohr einbauen

Bauen Sie das Keramikrohr entsprechend der Beschreibung im Abschnitt „Keramikrohr an Gasschleuse montieren und in den Verbrennungssofen einsetzen“ S. 54 ein.

## 8.2.2 Staubfalle reinigen



### WARNUNG! ELEKTRISCHER SCHLAG!

Im Verbrennungssofen treten lebensgefahrliebe elektrische Spannungen auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung spannungsfuhrender Bauteile.

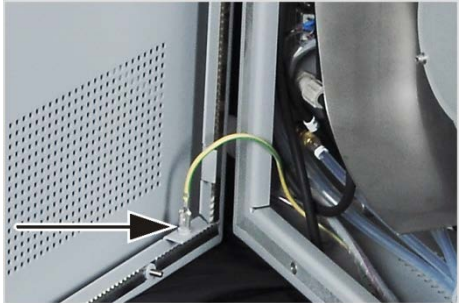
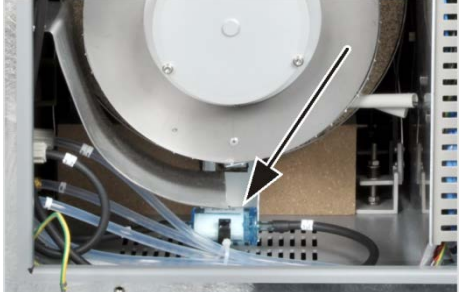
Schalten Sie den Analysator deshalb nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Fur Umbau- und Wartungsmanahmen am Verbrennungsrohr oder am Verbrennungssofen schalten Sie den Analysator immer am Netzschalter aus und trennen Sie den Verbrennungssofen durch Ziehen des Netzsteckers vom Stromnetz.

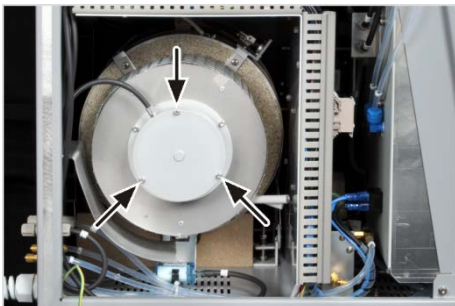


### VORSICHT

Am Verbrennungssofen besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau der Staubfalle nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerat lange genug abkuhlen (am besten uber Nacht)!

Als Indikator fur die Reinigung der Staubfalle dient der nach der Falle eingebaute Staubfilter. Uberprufen Sie monatlich, ob der Staubfilter verschmutzt ist. Ist dies der Fall, wechseln Sie den Staubfilter und reinigen Sie die Staubfalle.

	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Schalten Sie den multi EA 4000 am Netzschalter aus und ziehen Sie den Netzstecker aus der Steckdose.</li><li>2. Offnen Sie die linke Seitenwand des Analysators. Schrauben Sie die vier Befestigungsschrauben ab, die Schrauben sind unverlierbar und bleiben in der Wand. Ziehen Sie den Schutzleiteranschluss ab und legen Sie die Seitenwand sicher ab.</li></ol>
	<ol style="list-style-type: none"><li>3. Uberprufen Sie den Staubfilter. Ist er verschmutzt, wechseln Sie ihn und reinigen Sie die Staubfalle wie unten beschrieben. Ist der Staubfilter sauber, ist eine Wartung der Staubfalle nicht notig.</li></ol>

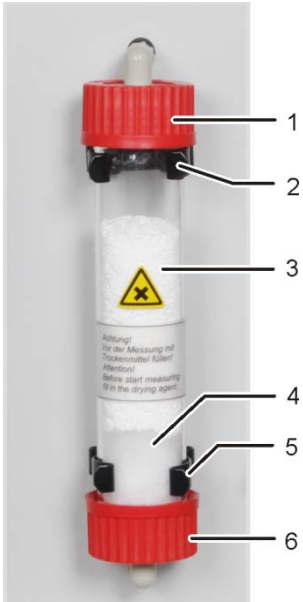
	<p>4. Schrauben Sie die 3 Innensechskantschrauben, die die Staubfalle halten, heraus und nehmen Sie die Staubfalle ab.</p>
 <p>1 Gasstutzen 2 Staubfalle 3 Dichtring 4 Keramikrohr mit Quarzwolle</p>	<p>5. Schrauben Sie die Überwurfmutter am Gasstutzen ab und ziehen Sie den Schlauch ab. Reinigen Sie den Gasstutzen.</p> <p>6. Klopfen Sie vorhanden Stäube aus der Staubfalle oder entfernen Sie diese mit einem Pinsel.</p> <p>7. Kontrollieren Sie den Dichtring und ersetzen sie ihn, wenn er beschädigt ist. Beachten Sie die Einbaulage des Dichtrings. Die geschlossene Seite muss dabei nach außen (zum Anwender) weisen. Die offene Seite weist zur Staubfalle.</p> <p>8. Setzen Sie die Staubfalle wieder auf und schrauben Sie sie wieder gasdicht an.</p> <p><b>Achtung:</b> Der Messgasschlauch muss dabei wieder nach links oben weisen, siehe Bild oben.</p>
<p>9. Stecken Sie den Schutzleiter an die Seitenwand und befestigen Sie die Seitenwand.</p> <p>10. Wenn sich das Keramikrohr auf der rechten Seite aus der Schleusenkupplung geschoben hat, schieben Sie es mit einer leichten Drehung wieder hinein (siehe Abschnitt „Keramikrohr an Gasschleuse montieren und in den Verbrennungsofen einsetzen“ S. 54).</p>	

### 8.2.3 Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln

Trockenrohre werden in folgenden Messanordnungen verwendet:

- ❑ C/S-Messung am Grundgerät multi EA 4000
- ❑ TIC-Messung in den entsprechenden TIC-Feststoffmodulen

Das Trockenmittel muss bei sichtbarer Wasseraufnahme gewechselt werden. Verfärbten Ruß- oder andere Partikel das Trockenmittel, muss es sofort gewechselt werden.

	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Lösen Sie die Schraubverschlüsse am Glasrohr. <b>Achtung:</b> Die Dichtungen dürfen nicht verloren gehen und müssen in der gleichen Weise wieder eingebaut werden.</li><li>2. Entfernen Sie das Trockenmittel und die Quarzwolle.</li><li>3. Spülen Sie das Glasrohr aus und trocknen Sie es.</li><li>4. Verschließen Sie das Ende des Glasrohrs ca. 2 cm dick mit Quarzwolle.</li><li>5. Befüllen Sie das Glasrohr mit 50 – 60 g frischem Trockenmittel (Magnesiumperchlorat).</li><li>6. Schrauben Sie das Glasrohr fest ein und drücken Sie es zurück in die Halterung. Knicken Sie dabei nicht die Schläuche.</li></ol>
<p>1; 6 Schraubverschlüsse 2; 5 Halteklammern 3 Trockenmittel (Magnesiumperchlorat) 4 Quarzwolle</p>	

## 8.2.4 Halogenidfalle erneuern

Halogenidfallen werden in folgenden Messanordnungen verwendet:

- TC-Messung am Grundgerät multi EA 4000
- Cl-Messung im Cl-Modul
- TIC-Messung in den entsprechenden TIC-Feststoffmodulen



### VORSICHT

Schäden an Optik- und Elektronikbauteilen (Detektoren, Flusssensoren) durch aggressive Verbrennungsprodukte bei verbrauchter Kupferwolle in der Halogenidfalle!

Ersetzen Sie die gesamte Füllung der Halogenidfalle spätestens dann, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist.

	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Ziehen Sie das U-Rohr aus der Halterung.</li> <li>2. Schrauben Sie die roten Überwurfmutter vom U-Rohr ab und ziehen Sie das U-Rohr aus den Klemmen (3) heraus.</li> <li>3. Ziehen Sie die verbrauchte Kupfer- und Messingwolle mit einer Pinzette oder einem kleinen Haken aus dem U-Rohr heraus.</li> <li>4. Kontrollieren Sie das U-Rohr auf Risse. <ul style="list-style-type: none"> <li><i><u>Hinweis:</u></i> Verwenden Sie nur ein völlig intaktes U-Rohr wieder!</li> </ul> </li> <li>5. Falls erforderlich spülen Sie das U-Rohr mit Reinstwasser aus und lassen Sie es gut trocknen.</li> <li>6. Füllen Sie das U-Rohr mit der neuen Kupfer- und Messingwolle mit Hilfe einer Pinzette oder einem kleinen Haken. <ul style="list-style-type: none"> <li><i><u>Hinweis:</u></i> Ersetzen Sie den gesamten Inhalt des U-Rohrs. Achten Sie beim Füllen der Halogenidfalle darauf, dass die Kupfer- und Messingwolle nicht zu fest gestopft wird und keine größeren Hohlräume im U-Rohr entstehen.</li> </ul> </li> <li>7. Decken Sie die Kupfer- und Messingwolle mit Baumwollwatte ab.</li> <li>8. Drücken Sie das gefüllte U-Rohr vorsichtig in die Klemmen.</li> <li>9. Schließen Sie den Gaseingang am Schenkel mit Kupferwolle und den Gasausgang am Schenkel mit Messingwolle an.</li> </ol>
--	--

## 8.3 Betrieb mit CI-Modul

### Wartungsintervalle

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Spritzer von Chemikalien vom Gehäuse entfernen	sofort
Verbrennungsrohr kontrollieren und ggf. wechseln	nach ca. 100 Betriebsstunden
Messzelle reinigen	mind. wöchentlich, Empfehlung: bei Elektrolytwechsel auswischen
Elektrolytlösung wechseln	bei Bedarf, mind. 1x messtäglich
Wechsel der Schwefelsäure	bei Abnahme der Schwefelsäure unter 70 %, d. h. wenn das Säurevolumen um 1/3 zunimmt
Halogenidfalle erneuern	wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist
Adsorptionsmittel erneuern	wöchentlich (alle 40 Betriebsstunden)

Die Kupfer- und Messingwolle in der Halogenidfalle wechseln Sie analog zum Wechsel der Halogenidfalle im Grundgerät multi EA 4000 (→ siehe Abschnitt „Halogenidfalle erneuern“ S. 91).

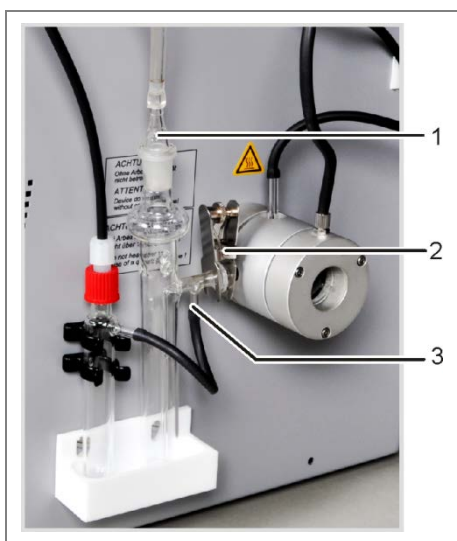
### 8.3.1 Schwefelsäure wechseln/Schwefelsäuregefäß reinigen



#### WARNUNG

Die im Schwefelsäuregefäß als Trockenmittel verwendete konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen!

Tragen Sie beim Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung.



1. Ziehen Sie die Glasolive (1) aus dem Schwefelsäuregefäß.
2. Bei Verwendung eines Gefäßes mit Splitabgang:  
Ziehen Sie den schwarzen Schlauch (3) vom Bypass des Schwefelsäuregefäßes ab.
3. Nehmen Sie die Gabelklemme (2) ab und trennen Sie die Kugelschliffverbindung.
4. Entnehmen Sie das Schwefelsäuregefäß vorsichtig aus der Auffangwanne.
5. Schütten Sie die Schwefelsäure vorsichtig aus, beachten Sie die Vorschriften zum Umgang mit konzentrierter Schwefelsäure.



6. Spülen Sie das Schwefelsäuregefäß mit einer geringen Menge frischer Schwefelsäure. Bei starker Verschmutzung spülen Sie es mehrmals mit destilliertem Wasser und lassen Sie es vollständig trocknen.
7. Füllen Sie das Schwefelsäuregefäß mit ca. 15 ml konz. Schwefelsäure und schließen Sie es entsprechend Abschnitt „Schwefelsäuregefäß anschließen“ S. 64 an.

### 8.3.2 Verbrennungsrohr aus Quarzglas warten/wechseln



#### WARNUNG! ELEKTRISCHER SCHLAG!

Im Verbrennungssofen treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf. Das Verbrennungsrohr ist Teil der Abdeckung spannungsführender Bauteile.

Schalten Sie den Analysator deshalb nur mit eingesetztem Verbrennungsrohr ein! Für Umbau- und Wartungsmaßnahmen am Verbrennungsrohr oder am Verbrennungssofen schalten Sie den Analysator immer am Netzschalter aus und trennen Sie den Verbrennungssofen durch Ziehen des Netzsteckers vom Stromnetz.



#### WARNUNG

Die im Schwefelsäuregefäß als Trockenmittel verwendete konzentrierte Schwefelsäure kann schwere Verätzungen verursachen!

Tragen Sie beim Arbeiten am Schwefelsäuregefäß entsprechende Schutzkleidung.



#### VORSICHT

Am Verbrennungssofen besteht Verbrennungsgefahr! Lassen Sie vor Ausbau des Verbrennungsrohres das Gerät lange genug abkühlen!



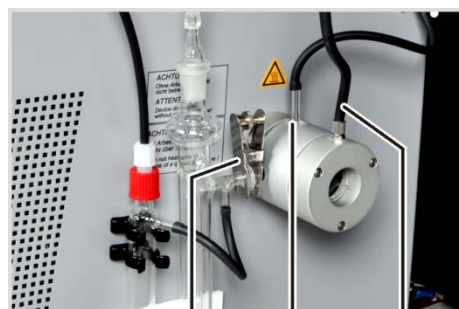
#### VORSICHT

Durch Alkalisalze (Handschweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungssofens Kristallisationen im Quarzglas auf, die die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzen.

Berühren Sie das gereinigte Verbrennungsrohr möglichst nicht mit der Hand. Tragen Sie zur Montage der Schleuse auf das Verbrennungsrohr Schutzhandschuhe.

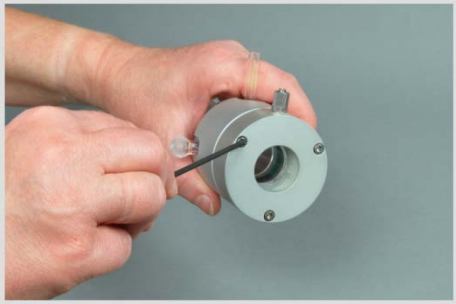
Reinigen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Einsetzen in den Verbrennungssofen von außen mit Ethanol.

1. Schalten Sie das Grundgerät am Netzschalter aus, ziehen Sie den Netzstecker aus der Steckdose und schalten Sie die Gasversorgung ab.



- 1 Gabelklemme
- 2 Stutzen für Sauerstoffzufuhr
- 3 Anschluss für Argon

2. Ziehen Sie die Glasolive aus dem Schwefelsäuregefäß. Bei Verwendung des Sicherheitsgefäßes ziehen Sie den Schlauch des Sicherheitsgefäßes aus dem Bypass des Säuregefäßes.
3. Entfernen Sie die Gabelklemme (1) und lösen Sie die Kugelschliffverbindung zwischen dem Gasabgang des Quarzrohres und dem Schwefelsäuregefäß.
4. Nehmen Sie vorsichtig das Säuregefäß ab und entleeren Sie es.
5. Ziehen Sie den Gasschlauch vom Gaseingangsstutzen des Quarzrohres (2). Bei Verwendung des Flammensensors

	<p>schrauben Sie diesen ab (siehe auch Abschnitt „Flammensensor anschließen (optional)“ S. 63).</p> <ol style="list-style-type: none"><li>6. Lösen Sie die Überwurfmutter am Argonanschluss der Gasschleuse (3) und ziehen Sie den Schlauch ab.</li><li>7. Umfassen Sie die Gasschleuse und ziehen Sie das Quarzrohr aus dem Verbrennungsofen.</li></ol>
	<ol style="list-style-type: none"><li>8. Schrauben Sie die Innensechskantschrauben heraus und nehmen Sie die Gasschleuse auseinander.</li><li>9. Ziehen Sie mit einem Haken die Quarzwolle aus dem Rohr.</li></ol>
<ol style="list-style-type: none"><li>10. Überprüfen Sie das Quarzrohr auf übermäßige Kristallisation, Risse und ausgeplatzte Stellen. <b>Hinweis:</b> Verwenden Sie nur intakte Rohre erneut.</li><li>11. Spülen Sie das Rohr aus und trocknen Sie es.</li><li>12. Füllen Sie ca. 2,5 cm Quarzwolle in den Eingang des Quarzrohr und schieben Sie diese mit einem Haken an das Rohrende.</li><li>13. Montieren Sie anschließend die Gasschleuse und setzen Sie das Verbrennungsrohr in den Ofen ein. Stellen Sie alle Gasanschlüsse wieder her (siehe Abschnitt „multi EA 4000 für Cl-Messungen vorbereiten“ S. 62).</li></ol>	

### 8.3.3 Kombielektrode warten



#### VORSICHT

Mögliche Zerstörung der Kombielektrode durch Reinigungsmittel oder Schleifmittel.

Die Kombielektrode darf zur Reinigung nur mit Ethanol oder destilliertem Wasser gespült werden. Die Verwendung von scharfen Reinigungsmitteln oder Schleifmitteln ist verboten.

Ein Eintrocknen des Elektrolyten auf der Kombielektrode kann zu einer irreversiblen Verringerung der Empfindlichkeit bzw. zur Beschädigung der Elektrode führen. Sorgen Sie deshalb dafür, dass der Elektrolyt auf der Kombielektrode niemals eintrocknet:

- bei kurzzeitiger Betriebspause (von einem Tag zum nächsten):  
Bewahren Sie die Elektrode in der Elektrolytlösung auf.
- bei Außerbetriebnahme über mehrere Tage:  
Spülen Sie die Kombielektrode mit destilliertem Wasser und Ethanol ab. Lassen Sie die Elektrode über Nacht in Ethanol rühren. Wischen Sie die Kombielektrode anschließend mit Zellstoff ab und bewahren Sie sie trocken auf.





## WICHTIG

Die Kombielektrode besteht aus keramischen Werkstoffen und ist besonders im Bereich der Elektrodeneinschmelzungen empfindlich.

Gehen Sie besonders vorsichtig mit der Kombielektrode um! Als Verschleißteil unterliegt sie nicht der Garantie!

Das Herausziehen aus dem Deckel der Messzelle und das Anschließen an das Messgas kann bei falschem Handling zu großer mechanischer Beanspruchung und damit zum Bruch am elektrischen Anschluss der Kombielektrode führen.

### Richtig



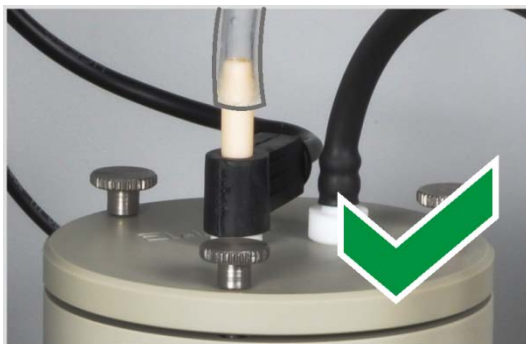
Umfassen Sie die Elektrode von oben und ziehen Sie die Elektrode gerade nach oben aus dem Deckel.

### Falsch



Ziehen und ruckeln Sie nicht an der seitlichen Anschlusshülse für die elektrischen Verbindungen. Die Anschlüsse in der Hülse brechen (von außen nicht sichtbar)!

### Richtig



Schieben Sie den Messgasschlauch nur ca. 1 cm weit auf die Elektrode. Die Gasdichtheit ist damit hergestellt.

### Falsch



Wenn Sie den Schlauch zu weit auf die Elektrode schieben, saugt er sich an der Elektrode fest. Beim Herunterziehen des Schlauchs kann die Elektrode brechen!

### 8.3.4 Messzellen warten

Da es während der Messung durch den Eintrag von warmen Reaktionsgasen zur Verdunstung von Elektrolytbestandteilen kommt, wird ein täglicher Wechsel der Elektrolytlösung empfohlen:

1. Entfernen Sie den verbrauchten Elektrolyt.
2. Spülen Sie die Messzelle und den Magnetrührstab mit destilliertem Wasser oder Ethanol aus.
3. Wischen Sie die Messzelle und den Magnetrührstab anschließend vorsichtig mit Zellstoff ab, um eventuell vorhandene Silberchloridniederschläge zu beseitigen.
4. Füllen Sie die Messzelle erneut mit Elektrolyt (siehe Abschnitt „Messzelle bereitstellen“).

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Wird das System für mehrere Tage außer Betrieb genommen, säubern Sie die Messzelle und bewahren Sie sie trocken auf.
- Kontrollieren Sie regelmäßig die Ummantelung des Magnetrührstabs auf Risse. In die Elektrolytlösung gelangende Metallionen können die Analytik stören.
- Vermeiden Sie das Eindringen von Flüssigkeit in den Rühr-/Kühlblock und in die Steckkontakte (Kurzschlussgefahr).

### 8.3.5 Adsorptionsmittel erneuern



1. Schalten Sie das Grundgerät und das CI-Modul am Netzschalter aus. Schalten Sie die Gaszufuhr aus.
2. Ziehen Sie das Adsorptionsrohr aus der Halterung.
3. Schrauben Sie die Schraubkappen vom Glasrohr ab.
4. Entfernen Sie die Wattepfropfen und schütten Sie das Adsorptionsmittel aus.
5. Verschließen Sie die eine Seite des Glasrohres mit Baumwollwatte und füllen Sie das Adsorptionsmittel ein.
6. Verschließen Sie das Glasrohr mit Baumwolle.
7. Schrauben Sie das gefüllte Adsorptionsrohr wieder handfest an.
8. Drücken Sie das Adsorptionsrohr in die Halterung zurück.

**Achtung:**

Schläuche nicht verdrehen oder abknicken.

## 8.4 Betrieb mit Automatischem TIC-Feststoffmodul

### Wartungsintervalle

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Spritzer von Chemikalien vom Gehäuse entfernen	sofort
TIC-Reaktor reinigen	täglich, bei sichtbaren Verunreinigungen
Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln	bei Bedarf (Schwärzung oder Verklumpung durch Feuchtigkeitsaufnahme)
Halogenidfalle wechseln	bei Bedarf, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist
Kondensationsschlange auf Beschädigung überprüfen	nach 3 Monaten
Kondensationsschlange reinigen	nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten
Kondensatgefäß auf Beschädigung überprüfen	nach 3 Monaten
Kondensatgefäß reinigen	nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten
Dosierpumpe, Pumpschlauch ersetzen	nach 3 Monate
Kondensatpumpe, Pumpschlauch ersetzen	nach 3 Monaten

Das Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln Sie auf die gleiche Weise wie im Grundgerät multi EA 4000 (→ siehe Abschnitt „Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln“ S. 90).

Die Kupfer- und Messingwolle in der Halogenidfalle wechseln Sie ebenfalls analog zum Wechsel der Halogenidfalle im Grundgerät multi EA 4000 (→ siehe Abschnitt „Halogenidfalle erneuern“ S. 91).

### 8.4.1 TIC-Reaktor des Automatischen TIC-Feststoffmoduls reinigen


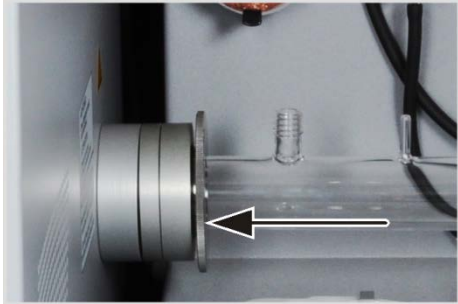


#### WARNUNG

Die zur Austreibung des TIC verwendete Phosphorsäure oder Salzsäure kann schwere Verätzungen verursachen!

Tragen Sie Schutzhandschuhe und Schutzbrille im Umgang mit konzentrierter Säure! Spülen Sie benetzte Haut sofort ab.

1. Schalten Sie das Grundgerät und das TIC-Feststoffmodul am Netzschalter aus. Schalten Sie die Gaszufuhr aus.
2. Lassen Sie das Gerät ausreichend abkühlen (mindestens 2h).
3. Rücken Sie den FPG 48 ca. 30 cm nach rechts, um Platz für den Ausbau des TIC-Reaktors zu schaffen.

	<p><b>Achtung:</b> Stützen Sie beim Abziehen der Schläuche aus den Anschlüssen mit einer Hand ab. Durch einseitigen Druck kann der Reaktor zerbrechen. Es ist auch möglich, den Reaktor erst aus der Kupplung zu ziehen und danach die Anschlüsse zu entfernen.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>Schrauben Sie den Anschluss für die Säurezufuhr ab. Nehmen Sie die Keramikkanüle aus dem Stutzen. <b>Vorsicht!</b> Achten Sie darauf, dass die Säure aus dem Schlauch nicht auf das Gerät tropft.</li> <li>Spülen Sie die Keramikkanüle mit Reinstwasser ab und wischen Sie sie mit Zellstoff sauber. <b>Achtung!</b> Die Keramikkanüle ist sehr zerbrechlich!</li> <li>Ziehen Sie die Schläuche für die Argon- und Sauerstoffzufuhr ab.</li> <li>Stellen Sie das Säuregefäß und die Auffangschale zur Seite.</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>Halten Sie die Verbindungsringe fest und drehen Sie den Rändelring gegen den Uhrzeiger. Dabei lockert sich die Dichtung um den Reaktor.</li> <li>Ziehen Sie den Reaktor aus der Dichtung der Verbindungsringe.</li> </ol>
<ol style="list-style-type: none"> <li>Kontrollieren Sie den Reaktor auf Risse und geplatzte Stellen. <b>Hinweis:</b> Verwenden Sie nur intakte Reaktoren.</li> <li>Reinigen Sie den Reaktor ggf. mit einem geeigneten Lösungsmittel und Bürste bzw. Zellstoff.</li> <li>Spülen Sie den Reaktor mit Reinstwasser und trocknen Sie ihn.</li> <li>Schieben Sie den Reaktor wieder in die Kupplung und befestigen Sie ihn durch Anziehen des Rändelrings.</li> <li>Befestigen Sie die Säure- und Gasanschlüsse am Reaktor und stellen Sie den FPG 48 wieder auf (siehe Abschnitt „Reaktor und Probengeber FPG 48 anschließen“ S. 75 und „Probengeber anschließen und verwenden“ S. 138).</li> </ol>	

## 8.4.2 Kondensationsschlange reinigen

1. Schalten Sie das Grundgerät und das Automatische TIC-Feststoffmodul am Netzschalter aus, ziehen Sie den Netzstecker des TIC-Feststoffmoduls aus der Steckdose und schalten Sie die Gaszufuhr ab.
2. Schieben Sie den FPG 48 zur Seite, nehmen Sie das Säuregefäß und die Auffangschale weg und bauen Sie den TIC-Reaktor aus.
3. Drehen Sie das TIC-Feststoffmodul so, dass Sie an die Rückseite gelangen.



4. Ziehen Sie die Schläuche von der Kondensationsschlange ab.
5. Ziehen Sie die Kondensationsschlange vorsichtig aus der Halterung.
6. Kontrollieren Sie die Kondensationsschlange auf Ablagerungen und Risse.
7. Spülen Sie ggf. die Kondensationsschlange mit Reinstwasser und lassen Sie sie gut trocknen.
8. Drücken Sie die Kondensationsschlange wieder in die Halterung auf der Rückwand des TIC-Feststoffmoduls.
9. Schließen Sie den Schlauch Nr. 72 (vom Reaktor) an den oberen Anschluss der Kondensationsschlange an.
10. Schließen Sie den Schlauch Nr. 73 (zum Kondensatgefäß) an den unteren Anschluss der Kondensationsschlange an.

11. Drehen Sie das TIC-Feststoffmodul wieder in die ursprüngliche Lage.
12. Bauen Sie den TIC-Reaktor und den FPG 48 wieder auf (siehe Abschnitt „Reaktor und Probengeber FPG 48 anschließen“ S. 75 und „Probengeber anschließen und verwenden“ S. 138).

### 8.4.3 Pumpschlauch ausbauen und ersetzen

#### Säurepumpe



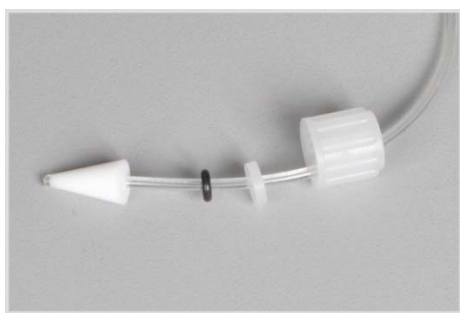
#### WARNUNG

Im Pumpschlauch befindet sich Phosphorsäure oder Salzsäure (je nach Applikation). Die Säuren reizen Augen, Haut und Schleimhäute!

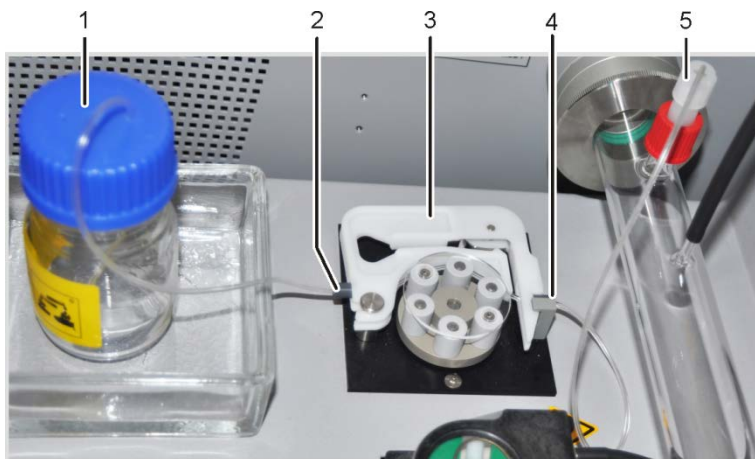
Tragen Sie Schutzhandschuhe und Schutzbrille im Umgang mit konzentrierter Säure! Spülen Sie benetzte Haut sofort ab.

Wechseln Sie den Pumpschlauch an der Kassettenpumpe wie folgt:

1. Ziehen Sie den Schlauch aus der Säureflasche. Stellen Sie Säureflasche und Auffangschale zur Seite.
2. Schrauben Sie den Pumpschlauch am Reaktor ab.
3. Öffnen Sie die Schlauchkassette und nehmen Sie den Pumpschlauch heraus.



4. Ziehen Sie die Dichtelemente und die weiße Überwurfmutter vom verschlissenen Pumpschlauch.
5. Schieben Sie die Dichtelemente in der abgebildeten Reihenfolge auf den neuen Pumpschlauch.



- |      |                                  |
|------|----------------------------------|
| 1    | Phosphorsäureflasche             |
| 2, 4 | Stopper am Pumpschlauch          |
| 3    | Schlauchkassette                 |
| 5    | Schlauchanschluss am TIC-Reaktor |

6. Spannen Sie den Pumpschlauch zwischen den beiden Kunststoffstoppfern in die Schlauchkassette.
7. Setzen Sie die Schlauchkassette in die Pumpe ein und lassen Sie sie einrasten.
8. Schrauben Sie den Pumpschlauch am TIC-Reaktor an.
9. Stellen Sie das Säuregefäß in der Auffangschale auf das TIC-Modul. Schieben Sie das andere Ende des Pumpschlauchs in eine Öffnung des Säuregefäßes.



## Kondensatpumpe

Prüfen Sie den Pumpschlauch alle drei Monate auf Dichtheit. Wechseln Sie den Pumpschlauch jährlich.



1. Drücken Sie den Bügel an der Kondensatpumpe nach links.
2. Ziehen Sie die beiden Schläuche Nr.77 und Nr. 78 von den Anschlüssen ab.

3. Nehmen Sie das Laufband mit dem Pumpschlauch vom Pumpenkörper ab.
4. Prüfen Sie den Pumpschlauch und die Anschlüsse auf starke Abnutzung und Risse.

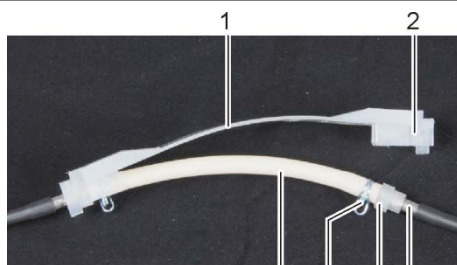
**Hinweis:**

Tritt Feuchtigkeit aus dem Pumpschlauch oder den Anschlüssen aus, ist der Pumpschlauch zu ersetzen.

5. Wischen Sie den Pumpenkörper und den Rollenträger mit Reinstwasser ab.
6. Kontrollieren Sie den Pumpenkörper und den Rollenträger auf Verschleiß.

**Hinweis:**

Sind Pumpenkörper und Rollenträger stark angegriffen, verständigen Sie bitte den Service.



- |   |               |   |                 |
|---|---------------|---|-----------------|
| 1 | Laufband      | 4 | Schlauchführung |
| 2 | Nut           | 5 | Schlauchklemme  |
| 3 | Metallstutzen | 6 | Pumpschlauch    |

7. Drücken Sie den intakten bzw. neuen Pumpschlauch in das Laufband ein.

**Hinweis:**

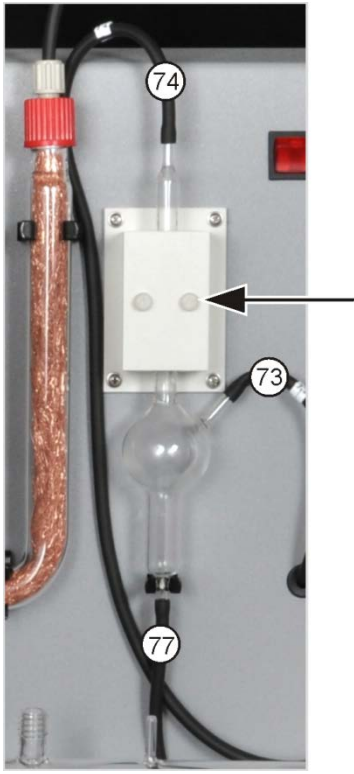
Beim Einbau müssen die Schlauchklemmen nach unten gedreht sein. Schieben Sie die Schlauchführung in die Nut des Laufbandes.



8. Legen Sie das Laufband um den Pumpenkörper.
9. Drücken Sie das Laufband mit einer Hand nach oben, mit der anderen Hand drehen Sie den Bügel nach rechts, bis dieser einrastet.
10. Schieben Sie die Schläuche Nr. 77 und 78 wieder auf die entsprechenden Stutzen.

## 8.4.4 Kondensationsgefäß reinigen

Reinigen Sie das Kondensationsgefäß nach Bedarf:

	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Lösen Sie die 2 Rändelschrauben (Pfeil) am Deckel des Kühlblocks und entfernen Sie den Deckel.</li> <li>2. Ziehen Sie die Schläuche von den Anschlüssen des Kondensatgefäßes ab.</li> <li>3. Kontrollieren Sie das Kondensatgefäß auf Ablagerungen und Risse.</li> <li>4. Spülen Sie ggf. das Kondensatgefäß mit Reinstwasser aus.</li> <li>5. Befestigen Sie die Schläuche entsprechend nebenstehender Abbildung:             <ul style="list-style-type: none"> <li>– Schlauch Nr. 73 (vom unteren Ende der Kondensationsschlange auf der Rückseite) am seitlichen Eingang des Kondensatgefäßes</li> <li>– Schlauch Nr. 77 (zur Kondensatpumpe) am unteren Ausgang</li> <li>– Schlauch Nr. 74 (zum Trockengefäß) am oberen Ausgang</li> </ul> </li> </ol> <p>Schieben Sie die Schläuche dabei ca. 1 cm weit auf die Glasstutzen des Kondensatgefäßes.</p>
--	---

## 8.5 Manuelles TIC-Feststoffmodul

### Wartungsintervalle

Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Spritzer von Chemikalien vom Gehäuse entfernen	sofort
TIC-Reaktor (Erlenmeyerkolben) reinigen	nach jeder Probe
Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln	bei Bedarf (Schwärzung oder Verklumpung durch Feuchtigkeitsaufnahme)
Halogenidfalle erneuern	wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist
Wasserfallen wechseln	nach Bedarf, spätestens nach 3 Monaten

Das Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln Sie auf die gleiche Weise wie im Grundgerät multi EA 4000 (→ siehe Abschnitt „Trocknungsmittel im Trockenrohr wechseln“ S. 90).

Die Kupfer- und Messingwolle in der Halogenidfalle wechseln Sie ebenfalls analog zum Wechsel der Halogenidfalle im Grundgerät multi EA 4000 (→ siehe Abschnitt „Halogenidfalle erneuern“ S. 91).



### 8.5.1 TIC-Reaktor am Manuellen TIC-Feststoffmodul reinigen

Spülen Sie nach jeder Analyse den TIC-Reaktor (Erlenmeyerkolben) mit Reinstwasser. Trocknen Sie ihn anschließend gründlich (siehe auch „TIC-Messung ausführen“ S. 82).

## 8.6 Wasserfallen ersetzen



### WICHTIG

Die Wasserfallen (TC-Vorfilter und Einwegrückhaltefilter) können Sie im eingeschalteten Zustand, jedoch nicht während einer Messung ersetzen. Ersetzen Sie grundsätzlich beide Wasserfallen!

Die Wasserfallen erfüllen ihre Funktion nur, wenn sie in der angegebenen Reihenfolge und Einbaurichtung eingesetzt werden!

Ersetzen Sie die Wasserfallen in Abhängigkeit von der Probenmatrix, spätestens jedoch nach 6 Monaten wie folgt:



1. Ziehen Sie die Wasserfallen aus den Halteklemmen.
2. Ziehen Sie die Schlauchverbindungen aus den Wasserfallen.
3. Setzen Sie die neuen Wasserfallen zusammen.

Hinweis:

Die Aufschrift „INLET“ auf der großen Wasserfalle (Aerosol-Falle) muss nach unten und die Beschriftung der kleinen Wasserfalle (Einwegrückhaltefilter) nach oben zeigen (Pfeile in Abb. rechts)

4. Stecken Sie die große Wasserfalle auf den Schlauch Nr. 8.
5. Schließen Sie der kleinen Wasserfalle den Schlauch Nr. 9 an.
6. Drücken Sie die Wasserfallen in die Klemme an der Gerätewand.

# 9 Störungsbeseitigung

## 9.1 Allgemeine Hinweise

Zur Fehleranalyse können Protokolldateien aufgezeichnet werden. Die Aufzeichnung der Protokolldateien sollte bei speziellen Fehlern in Absprache mit dem Service der Analytik Jena AG aktiviert werden.

Der Speicherort der Protokolldateien kann über das Menü EXTRAS / KONFIGURATION Registerkarte FEHLERANALYSE festgelegt werden.

Voreingestellte Speicherplätze für die multiWin®-spezifischen Protokolldateien multiWin\_Exception.log und multiWin\_trace.log sind

- unter Windows XP:  
C:\Dokumente und Einstellungen\All Users\Anwendungsdaten\ajlDC\multiWin\
- unter Windows Vista/7:  
C:\ProgramData\ajlDC\multiWin\

Voreingestellte Speicherplätze für die gerätespezifischen Protokolldateien multiWin\_ERROR.log (Aufzeichnung ist immer automatisch aktiviert), multi-Win\_Comm.log und multiWin\_Flow.log sind

- unter Windows XP:  
C:\Dokumente und Einstellungen\All Users\Anwendungsdaten\ajlDC\multiWin\...\Gerätenummer
- unter Windows Vista:  
C:\ProgramData\ajlDC\multiWin\...\Gerätenummer



### WICHTIG

Können die Fehler nicht selbst beseitigt werden, ist in jedem Fall der Service der Analytik Jena AG zu benachrichtigen. Dies gilt auch, wenn einzelne Fehler gehäuft auftreten. Zur Fehlerdiagnose sind die entsprechenden Dateien per E-Mail an den Service der Analytik Jena AG zu senden.

## 9.2 Fehlermeldungen in multiWin

	Fehlermeldung	
1	<b>Keine Antwort von der Firmware!</b>	
	Ursache	Beseitigung
	Steuermodul und Grundgerät nicht eingeschaltet	– Steuermodul und Grundgerät einschalten
Steuermodul nicht mit PC verbunden	– Verbindung Steuermodul – PC prüfen	
falsche Schnittstelle am PC ausgewählt	– gesteckte Schnittstelle am PC prüfen – ggf. andere Schnittstelle in multiWin auswählen über Menü [EXTRAS] ⇒ [SCHNITTSTELLE] – initialisieren	

<b>2</b>	<b>Serielle Schnittstelle nicht vorhanden!</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsprobleme	<ul style="list-style-type: none"> <li>– USB-Verbindung zwischen Steuermodul und PC trennen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
<b>3</b>	<b>Serielle Schnittstelle nicht erreichbar!</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsprobleme	<ul style="list-style-type: none"> <li>– USB-Verbindung zwischen Steuermodul und PC trennen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
<b>4</b>	<b>Unbekannter Verbindungstyp!</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsprobleme	<ul style="list-style-type: none"> <li>– USB-Verbindung zwischen Steuermodul und PC trennen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
<b>5</b>	<b>Fehler beim Öffnen der Schnittstelle!</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsprobleme	<ul style="list-style-type: none"> <li>– USB-Verbindung zwischen Steuermodul und PC trennen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
<b>7</b>	<b>Betriebssystemfehler: Nicht autorisierter Zugriff</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	undefiniertes Beenden von multiWin	<ul style="list-style-type: none"> <li>– multiWin beenden</li> <li>– USB-Kabel lösen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>– Neustart Betriebssystem (PC)</li> <li>– Neustart Firmware (Basismodul)</li> <li>– Neustart multiWin</li> </ul>
<b>11</b>	<b>keine Antwort auf Signal</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Firmware abgestürzt	<ul style="list-style-type: none"> <li>– multiWin beenden</li> <li>– Analysator ausschalten</li> <li>– USB-Kabel zwischen PC und Steuermodul lösen und nach ca. 10 s neu stecken</li> <li>– Betriebssystem (PC) neu starten</li> <li>– Analysator einschalten</li> <li>– multiWin starten</li> </ul>
<b>12</b>	<b>Signal-Echo empfangen, Schnittstellenauswahl überprüfen</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	falsche Schnittstelle ausgewählt	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Schnittstellenauswahl prüfen</li> </ul>

14	<b>Datenübertragung unterbrochen</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	kein Datentransfer seit 10 s	– initialisieren
17	<b>Falsche Schnittstellen Protokoll ID</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Fehler nach Update (Programmversionen Firmware – multiWin <sup>®</sup> passen nicht zusammen)	– Update notwendig
20	<b>Timeout: InitEnd</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung bei Initialisierung	– initialisieren
21	<b>Timeout: StatusBusy</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung im Betrieb (Gerät nicht messbereit)	– Meldung bestätigen – initialisieren
22	<b>Timeout: Ende</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung beim Beenden von multiWin <sup>®</sup>	– Meldung bestätigen – initialisieren
23	<b>Timeout: StopEnd</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung bei Messabbruch	– Meldung bestätigen – initialisieren
24	<b>Timeout: Messung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung während der Messung maximale Integrationszeit wurde überschritten	– Analysator überprüfen – Methodeneinstellung überprüfen
25	<b>Timeout: Analysengerät Befehlsabarbeitung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Zeitüberschreitung bei der Befehlsabarbeitung	– Meldung bestätigen – initialisieren
30	<b>Chloridzugabe ist notwendig</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Chloridzugabe ist notwendig	– Menüpunkt SYSTEM / KOMPONENTENTEST öffnen
50	<b>Firmware-Reset</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	interner Rechner (Firmware) ist neu gestartet	– Meldung bestätigen – initialisieren
52	<b>Firmware-Standby</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Firmware wurde in Standby gefahren	– Meldung bestätigen – initialisieren

61	<b>Befehl vom PC nicht vollständig</b>	
62	<b>Befehl vom PC ohne STX</b>	
64	<b>Befehl vom PC CRC-Fehler</b>	
65	<b>Befehl vom PC ungültiger Befehl</b>	
66	<b>Befehl vom PC ungültiger MESS-Befehl</b>	
67	<b>Befehl MTXT vom PC fehlt</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsfehler	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Meldung bestätigen</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
100	<b>C-Sensor: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört, nachdem Sensor beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Meldung bestätigen</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
101	<b>C-Detektor: CRC-Fehler</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört, nachdem Sensor beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Meldung bestätigen</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
104	<b>C-Detektor: Analogwerte außer Bereich</b>	
107	<b>C-Detektor: Analogwerte außer Bereich (grob)</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Analogwerte des Detektors liegen außerhalb des Arbeitsbereichs	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Qualität Trägergas prüfen</li> <li>– initialisieren</li> <li>– Analogwerte im Komponententest kontrollieren (über Menüpunkt SYSTEM / KOMPONENTENTEST Karte C-NDIR)</li> </ul>
106	<b>C-Detektor: falsche Antwort auf Befehl</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> <li>– QC-Modul aus- und wieder einschalten</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
110	<b>N-Sensor: keine Verbindung</b>	
120	<b>S-Sensor: keine Verbindung</b>	
130	<b>CI-Sensor: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört, nachdem Sensor beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Meldung bestätigen</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
120	<b>S-Detektor: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört, nachdem Detektor beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Meldung bestätigen</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
124	<b>S-Detektor: falscher Status</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Umschaltung Glättungsfaktor / Einschalten LSCM fehlgeschlagen	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Aktion wiederholen</li> </ul>

128	<b>S-Detektor: nicht aktiv</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Übertragung Detektortyp fehlgeschlagen	– Aktion wiederholen
130	<b>CI-Detektor: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört nachdem der Detektor beim Initialisieren erkannt wurde	– Meldung bestätigen – initialisieren
131	<b>CI-Detektor: falscher Befehlsaufbau</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation zum Chlormodul gestört	– Meldung bestätigen – Chlormodul aus-/einschalten – initialisieren
133	<b>CI-Detektor: falsche Zelle</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	keine Initialisierung nach Zellenwechsel	– initialisieren
134	<b>CI-Detektor: falscher Status</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört	– Meldung bestätigen – initialisieren – Status der Titrationszelle kontrollieren über Menüpunkt SYSTEM / KOMPONENTENTEST Karte CHLOR
135	<b>CI-Detektor: falsche Version</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Übertragungsfehler	– Meldung bestätigen – initialisieren – Status der Titrationszelle kontrollieren über Menüpunkt SYSTEM / KOMPONENTENTEST / CHLOR
137	<b>CI-Detektor: Messzelle prüfen</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Endpunktroutine 3x nicht erfolgreich	– Elektrolytfüllung prüfen – Elektroden prüfen
138	<b>CI-Detektor: nicht aktiv</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Übertragung Detektortyp fehlgeschlagen	– Aktion wiederholen
139	<b>CI-Detektor: STA-Fehler</b>	
140	<b>CI-Detektor: STA-Fehler</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Fehler beim Update des CI-Detektors	– Update wiederholen

207	<b>Fluss-Fehler</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Flussstatus nicht OK.	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Dichtheit prüfen</li> <li>– Gaszufuhr prüfen</li> </ul>
208	<b>O<sub>2</sub>-Druck fehlt</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	O <sub>2</sub> -Gasfluss nicht ausreichend	<ul style="list-style-type: none"> <li>– O<sub>2</sub>-Anschluss prüfen</li> <li>– Druck prüfen</li> </ul>
209	<b>Ar-Druck fehlt</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Argonfluss nicht ausreichend	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Argonanschluss prüfen</li> <li>– Druck prüfen</li> </ul>
220	<b>Sampler: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört, nachdem Probengeber beim Initialisieren erkannt wurde	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Meldung bestätigen</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
226	<b>Sampler: Laufzeit überschritten</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Fertigmeldung der Probengeberbewegung dauert zu lange (Probengeber defekt)	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Protokolldateien aufzeichnen</li> <li>– Service benachrichtigen</li> </ul>
290	<b>Waage: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	keine Kommunikation mit der Waage	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Verbindung prüfen</li> <li>– Einstellungen der Waage prüfen</li> </ul>
291	<b>Waage: falsche Gewichtseinheit</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	zur Zeit ist nur Einheit [g] zulässig	<ul style="list-style-type: none"> <li>– im Menü er Waage Einheit Gramm [g] einstellen</li> </ul>
300	<b>Temperaturcontroller: keine Verbindung</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikation gestört	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Meldung bestätigen</li> <li>– initialisieren</li> </ul>
0301	<b>Bruch Thermoelement</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Thermoelement HT 1500 defekt	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Service kontaktieren</li> </ul>

303	<b>Temperaturcontroller: Fehler EPROM</b>	
304	<b>Temperaturcontroller: Kommunikationsfehler</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Kommunikationsfehler mit Grundgerät	– Grundgerät aus-/einschalten – initialisieren
306	<b>externer Ofen nicht vorhanden</b>	
	<b>Ursache</b>	<b>Beseitigung</b>
	Grundgerät als Hardware nicht erkannt	– Verbindung Grundgerät-Steuermodul prüfen

### 9.3 Anzeigen im Fenster GERÄTE-STATUS

Im Fenster GERÄTE-STATUS werden Informationen zum Gerätestatus bzw. Informationen zu einzelnen Modulen angezeigt.

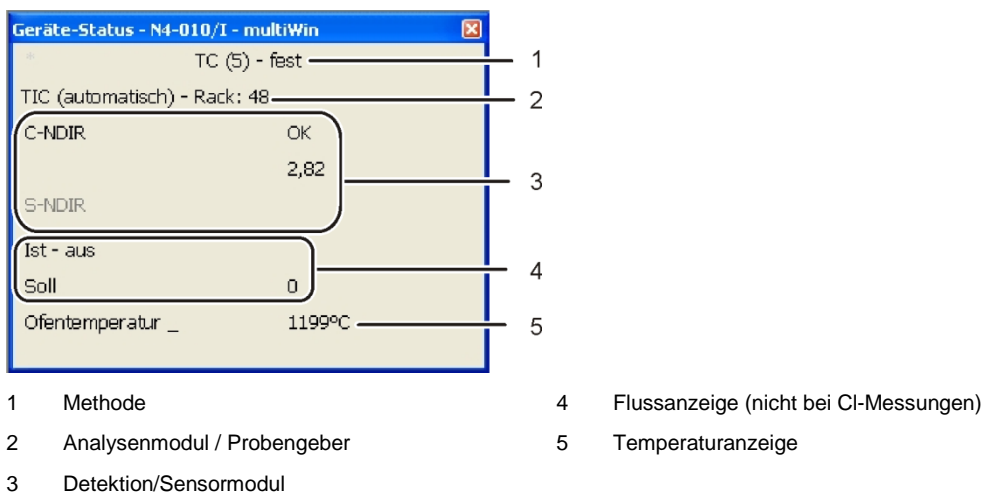


Abb. 33 Fenster GERÄTE-STATUS

Die Anzeigen im Fenster GERÄTE-STATUS sind farblich gekennzeichnet. Die Farben haben folgende Bedeutung:

Farbe	Beschreibung
schwarz	Status der entsprechenden Komponente ist in Ordnung, Gerät ist messbereit
grau	Detektor ist inaktiv
grün	Detektor ist in Ordnung, Gerät ist messbereit (OK) oder Detektor ist beschäftigt, ein Messstart ist erst nach Ablauf der Routine möglich (detektorspezifisch)
rot	Komponente ist nicht messbereit Einlaufzeit noch nicht abgelaufen ⇒ warten, bis Einlaufzeit beendet ist Fehler ⇒ Fehlersuche, Informationen zu entsprechender Komponente in multiWin über Menüpunkt SYSTEM / KOMPONENTENTEST auslesen

In der obersten Zeile des Fensters GERÄTE-STATUS wird der Name der aktiven Methode und der Probenzustand (fest) angezeigt.



Bei der Initialisierung wird erkannt, ob der Probengeber FPG 48 angeschlossen und eingeschaltet ist. Ist dies der Fall erscheint die Anzeige „Rack 48“. Weiterhin wird ein angeschlossenes Automatisches TIC-Feststoffmodul erkannt und mit „TIC (automatisch)“ angezeigt.

Im Bereich Detektormodul werden alle Detektormodule angezeigt, die beim Initialisieren erkannt werden. Folgende Anzeigen sind möglich:

Anzeige	Beschreibung
C-NDIR	NDIR-Detektor für Kohlenstoff
S-NDIR	NDIR-Detektor für Schwefel
CI-AMP smallCell	Chlormodul mit „sensitive“ Zelle
CI-AMP largeCell	Chlormodul mit „high concentration“ Zelle

Der jeweilige Status der Detektormodule ist farblich gekennzeichnet (siehe oben). Folgende Statusanzeigen sind möglich:

Gerät messbereit	
Anzeige	Beschreibung
OK (grün, schwarz)	Detektor ist messbereit
Gerät nicht messbereit – allgemein	
Anzeige	Beschreibung
kein Detektor angezeigt (Anzeige leer)	kein Detektor erkannt: – Detektor einschalten – initialisieren
Kommunikationsfehler (rot)	Kommunikation gestört: – Gerät aus-/einschalten – initialisieren
keine Verbindung (rot)	Verbindung gestört: – Verbindungskabel kontrollieren – Gerät aus-/einschalten – initialisieren
Gerät nicht messbereit – C-NDIR / S-NDIR	
Anzeige (rot)	Beschreibung
Warnung Analogwerte	Analogwerte außer Bereich: – über Menüpunkt SYSTEM / KOMPONENTENTEST auf der Karte C-NDIR, S-NDIR Werte auslesen – siehe auch Beschreibung der Fehler des C/S-Moduls S. 120
Einlaufzeit	Detektor ist noch nicht betriebsbereit: Einlaufzeit nach Einschalten abwarten (ca. 30 min)
Gerät nicht messbereit – CI-AMP	
Anzeige (rot)	Beschreibung
nicht aktiv	keine Zelle erkannt: Zelle einsetzen
Gerät nicht messbereit – CI-AMP	
Anzeige (grün)	Beschreibung
Pausentitration	Pausentitration läuft: – Messstart möglich

Endpunktroutine	Endpunktroutine läuft ab: – warten, bis Endpunktroutine beendet ist
-----------------	--

Im Bereich Flussanzeige wird der aktuelle Saugfluss (IST) und der zu erreichende Sollfluss (SOLL) angezeigt. Der Sollfluss beträgt 100 l/h. Der Saugfluss darf  $\pm 10$  l/h vom Sollfluss abweichen. Den Saugfluss regulieren Sie am Rotameter „pump“ an der Frontseite des Grundgerätes.

Die Temperaturanzeige zeigt die aktuelle Ofentemperatur. Ist die Temperaturanzeige rot, entspricht die aktuelle Ofentemperatur nicht der in der Methode eingestellten Temperatur. Warten Sie in diesem Fall, bis die Solltemperatur erreicht ist oder prüfen Sie die Temperatureinstellung in der Methode.

## 9.4 Gerätefehler

Es können weitere Probleme auftreten, die nicht von der Systemüberwachung erfasst werden. Ein Messstart ist möglich. Erkannt werden solche Fehler meist an unplausiblen Messergebnissen (analytische Probleme) bzw. sie sind gerätetechnisch deutlich sichtbar.

Führen die angegebenen Lösungsvorschläge nicht zum Erfolg, ist der Service zu benachrichtigen.

### 9.4.1 Grundgerät

Fehler	
<b>Ofen heizt nicht</b>	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Fehler in der Elektronik</li> <li>– Heizstab gebrochen.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Elektrische Steckverbindung überprüfen.</li> <li>– Interne Sicherung überprüfen.</li> <li>– Service benachrichtigen.</li> </ul>
<b>Lüfter auf Geräterückseite laufen nicht</b>	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Sicherung defekt.</li> <li>– Elektronik defekt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Analysator am Hauptschalter ausschalten.</li> <li>– Service benachrichtigen.</li> </ul>
<b>Kein Saugfluss am Durchflussmesser "Pump"</b>	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Pumpe nicht eingeschaltet.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Temperaturdifferenz überprüfen.</li> <li>– Warten dass sich die Temperaturdifferenz von Soll- zu Isttemperatur auf 50 °C annähert. Wenn sich bei einer Temperaturdifferenz von Soll- zu Isttemperatur kleiner 50 °C die Pumpe nicht einschaltet, Service benachrichtigen.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Schläuche abgeklemmt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Schlauchsystem auf abgeknickte oder gequetschte Schläuche überprüfen.</li> </ul>

## 9.4.2 C/S-Modul

<b>multiWin: Flussfehler</b> <b>Messgasfluss IST &lt; 90 l/h oder &gt;110 l/h</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– kein oder zu geringer Saugfluss	– Bei eingeschalteter Saugpumpe Saugfluss an Durchflussmesser "pump" am Basismodul korrigieren. – Schlauchsystem auf abgeknickte oder gequetschte Schläuche überprüfen.
– Trockenmittel zu feucht und zusammengebackt.	– Trockenmittel wechseln.

<b>multiWin: Flussfehler</b> <b>Messgasfluss IST = 0</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– Kein Saugfluss. – Pumpe nicht eingeschaltet.	– Temperaturdifferenz überprüfen. – Warten dass sich die Temperaturdifferenz von Soll- zu Isttemperatur auf 50 K annähert. Wenn sich bei einer Temperaturdifferenz von Soll- zu Isttemperatur kleiner 50 K die Pumpe nicht einschaltet, Service benachrichtigen.

**Analogwerte der NDIR-Optik schwanken**

<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– Undichtigkeiten – Einstellungen oder Defekt des NDIR-Detektors – Detektorstabilisierung während der Warmlaufphase des Analysators noch nicht abgeschlossen	– Warmlaufphase von 15 min abwarten. – Sind die Analogwerte nach 1 h nicht konstant (während Sauerstoff anliegt), kann eine Undichtigkeit vorliegen. Service benachrichtigen. – Halogenfalle wechseln, wenn Verfärbungen vorliegen, um den Detektor zu schützen.

**multiWin: Optikfehler, Analogwerte außer Bereich****Werte des NDIR-Detektors erscheinen im Statusfenster gelb.**

<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– Die ADU-Werte des NDIR-Detektors weichen vom Sollwert ab und liegen außerhalb des Toleranzbereichs Hinweis: Messungen sind auch weiterhin möglich.	– Sauerstoffzufuhr der Gasversorgung überprüfen – Am Durchflussmesser Sauerstoffzufuhr überprüfen, Ventil aufdrehen – Sauerstofffluss durch den Detektor überprüfen (Verschlauchung) – Service benachrichtigen.

**multiWin: keine Verbindung zu Optik (NDIR)****multiWin: Statusfehler Optik**

<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– Kommunikationsfehler – NDIR-Detektor defekt	– Gerät neu initialisieren. – Service benachrichtigen.

**Kontroll-Leuchte leuchtet nicht**

<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– Internes Programm ist nicht gestartet.	– Starten Sie den internen Rechner mit dem Netzschalter des Moduls neu.



**WICHTIG**

Die ADU-Werte des NDIR-Detektors sinken infolge normaler Alterungserscheinungen langsam. Wenn die Werte innerhalb weniger Analysen sinken, deutet dies auf eine Schädigung des Detektors durch Bestandteile des Analysengases hin!

**9.4.3 CI-Modul**



**WICHTIG**

Zur Fehlervermeidung unbedingt beachten:

- Messzelle mit Rührstäbchen (mit Elektrolyt gefüllt) und Elektrode anschließen, bevor der Analysator eingeschaltet wird.
- multiWin-Software ca. 3 min nach Einschalten des Analysators starten.

<b>multiWin: keine Verbindung zum CI-Sensor</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Keine Kommunikation zwischen internem Rechner und Coulometer.</li> <li>- CI-Modul nicht eingeschaltet.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Einschaltreihenfolge beachten:</li> <li>7. Basisgerät einschalten.</li> <li>8. CI-Modul einschalten.</li> <li>9. Ca. 3 min warten, bis Coulometer mit dem internen Rechner kommuniziert.</li> <li>10. multiWin-Software starten.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Verbindungskabel nicht angeschlossen bzw. defekt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Kabelverbindung prüfen</li> </ul>
<b>multiWin: falscher Befehlsaufbau CI-Sensor</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Störung bei der Datenübertragung Coulometer – interner Rechner</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Analysator nochmals initialisieren.</li> <li>- Service benachrichtigen.</li> </ul>
<b>multiWin: Indikationsfehler</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Elektrodenstecker nicht angeschlossen</li> <li>- Elektrode defekt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Elektrode anschließen und Gerät neu initialisieren.</li> <li>- Defekte Elektrode austauschen.</li> <li>- Service benachrichtigen.</li> </ul>

## 9.5 Fehler in der Gerätekommunikation

<b>Software reagiert nicht.</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Absturz des Rechners</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Analysator komplett ausschalten, inkl. Basisgerät, Drucker, Sampler und externen PC, und nach einigen Sekunden das System wieder hochfahren.</li> </ul>
<b>multiWin: Kommunikationsfehler – Analysengerät</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Modul mit internem Rechner nicht eingeschaltet</li> <li>– multiWin zu früh gestartet</li> <li>– Modul mit internem Rechner nicht mit PC verbunden</li> <li>– Falsche COM Schnittstelle am externen Rechner gesteckt bzw. im multiWin ausgewählt</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Modul einschalten</li> <li>– Verbindung Modul mit internem Rechner – PC prüfen</li> <li>– multiWin erst starten, nachdem LED-Anzeige LOCK IN leuchtet</li> <li>– Gesteckte Schnittstelle am externen Rechner und in multiWin eingestellte Schnittstelle überprüfen (Menübefehl <b>Konfiguration / Schnittstelle / Auswahl Schnittstelle</b>)</li> </ul>
<b>im laufenden Betrieb des Gerätes gemeinsam mit Fehler multiWin: Neustart des Computers im Analysengerät</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Reset interner Rechner</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Wenn Front-LED leuchtet, Analysengerät initialisieren.</li> <li>– Bei wiederholten Auftreten Zeitpunkt des Fehlerauftritts beobachten (Statuszeile) und Service benachrichtigen.</li> </ul>
<b>multiWin: Kommunikationsfehler – Falscher Befehlssatz zwischen PC und Gerät</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Interne und externe Programmversionen stimmen nicht überein.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Update wiederholen.</li> </ul>
<b>multiWin: keine Verbindung zum Temperaturcontroller</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Basisgerät nicht eingeschaltet.</li> <li>– Schnittstellenkabel zwischen Modul mit internem Rechner und Basisgerät nicht angeschlossen oder defekt.</li> <li>– Temperaturcontroller defekt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Basisgerät einschalten und 1 min später multiWin neu initialisieren</li> <li>– Anschluss des Schnittstellenkabels überprüfen</li> </ul>
<b>keine Verbindung zum Sampler</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>– keine Kommunikation zwischen Grundgerät und Probengeber</li> <li>– Probengeber nicht eingeschaltet</li> <li>– Verbindungskabel nicht angeschlossen bzw. defekt.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Verbindungskabel überprüfen</li> <li>– Probengeber einschalten und Analysator initialisieren.</li> </ul>

## 9.6 Analytische Probleme

### 9.6.1 C/S-Bestimmung

Allgemein zu niedrige Wiederfindung	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Trockenmittel zu feucht</li> <li>– Verrußter Filter und Messgasschläuche</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Trockenmittel überprüfen und wechseln</li> <li>– Filter überprüfen und wechseln</li> <li>– Staubfalle überprüfen, wenn stark verschmutzt (Partikelablagerungen), Staubfalle reinigen und Messgasschlauch bis zum Filter auswechseln</li> </ul>
Minderbefunde beim TS	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Halogenfalle noch im Messgasfluss</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Halogenfalle gegen ein leeres Glasrohr austauschen</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Aufschlusstemperatur zu niedrig (vor allem bei sulfatischer Bindungsform)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Ofentemperatur in der Methode erhöhen, falls S-Messkurve sehr unregelmäßig aussieht oder langes Tailing aufweist und nicht auf Basislinie absinkt.</li> <li>– Eventuell Zuschlagstoffe (z. B. Eisenphosphat, Wolframoxid, Vanadiumpentoxid, Zinn,...) zugeben.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Verschmutzung der Messgas führenden Schläuche bis zur Optik</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Schläuche bis zur NDIR-Optik ausbauen, reinigen, trocknen und wieder einbauen. <b>Hinweis:</b> Wir empfehlen, das Reinigen der Schläuche durch den Service vornehmen zu lassen.</li> </ul>
Überbefunde beim TC	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Verbrennungsrohr hat einen Riss oder ist gebrochen.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Durch Risse kann Raumluft in das System eindringen, was zu deutlichen Überbefunden an TC führen kann. ⇒ Verbrennungsrohr austauschen.</li> </ul>
Drift der Basislinie	
Ursache	Lösung
<ul style="list-style-type: none"> <li>– Detektor nicht stabil</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Während der Warmlaufphase des Gerätes muss sich der Detektor stabilisieren. Bei Messbeginn kann es daher vorkommen, dass die Basislinie noch ein wenig driftet (Temperaturabhängigkeit). Die durch die Drift geänderte Peakfläche wird automatisch korrigiert, so dass die Messergebnisse in jedem Fall davon unabhängig sind.</li> <li>– Geht die Drift nicht zurück, Service benachrichtigen.</li> </ul>

## 9.6.2 CI-Bestimmung



### WICHTIG

Zur Fehlervermeidung unbedingt beachten:

- Messzelle mit Rührstäbchen (mit Elektrolyt gefüllt) und Elektrode anschließen, bevor Grundgerät und CI-Modul eingeschaltet werden.
- Programm multiWin ca. 3 min nach Einschalten des Analysators starten.

<b>Zu niedrige Wiederfindungen (Splitfaktor &gt; 1,4)</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– Schwefelsäure zu verdünnt	– Schwefelsäure überprüfen und austauschen.
– verrostete Bauteile oder Messgas-schläuche	– Verbrennungsrohr auf Verschmutzung überprüfen. Verbrennungsrohr durch Ausbrennen der Ablagerungen mittels Bunsenbrenner oder im Muffelofen bei 1000 °C reinigen. Stark verschmutzte Rohre wechseln. Quarzwolle im Verbrennungsrohr wechseln. – Schwefelsäuregefäß auf Ruß überprüfen. Sind Partikel bis in das Schwefelsäuregefäß vorgedrungen, Gefäß und Stutzen am Ofenrohrausgang reinigen und Gefäß neu füllen.
<b>Zu hohe Wiederfindung (Splitfaktor &lt; 0,6)</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– Probenablagerungen im Verbrennungsrohr (z. B. Salze)	– Verbrennungsrohr wechseln bzw. reinigen, z. B. durch „Einweichen“ des Verbrennungsrohres über Nacht in 10%iger HNO <sub>3</sub> , danach gründlich mit destilliertem Wasser spülen und trocknen.
<b>Abschaltschwelle unter 1500</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– Kombielektrode defekt oder stark gealtert	– Neue Elektrode für die Chloridbestimmung verwenden.

### 9.6.3 TIC-Bestimmung (Automatisches TIC-Feststoffmodul)

Minderbefunde	
Ursache	Lösung
– Einwaage zu hoch gewählt	– Einwaage sollte 50 mg nicht überschreiten, da sonst die Menge an dosierter Säure (400 µl) nicht ausreicht, um das Karbonat vollständig zu zersetzen, bzw. die Säuremenge die Probe nicht vollständig benetzen kann.
– Probe nicht gleichmäßig über die gesamte Schiffchenlänge verteilt	– Probe muss gleichmäßig verteilt sein, damit Probe komplett mit Säure benetzt werden kann.
– Säurestärke zu schwach (langes Auslaufen der Messkurve, Messkurve kommt nicht auf Basislinie zurück)	– Enthält die Probe in größerer Menge äußerst stabile Karbonate (z. B. $\text{FeCO}_3$ ), ist die Zersetzungsgeschwindigkeit mit 40%iger $\text{H}_3\text{PO}_4$ zu langsam. Dann auf stärkere Säure ausweichen (z.B. 25%ige HCl). <b>Achtung</b> HCl nicht dauerhaft verwenden.
Streuende Messwerte	
Ursache	Lösung
– Probe nicht gleichmäßig über die gesamte Schiffchenlänge verteilt	– Probe muss gleichmäßig verteilt sein, damit Probe komplett mit Säure benetzt werden kann.
– Probenmatrix ist hydrophob	– Ist die Probe mit Säure schlecht benetzbar, hilft es die Probe mit ausgeglühtem Quarzsand abzudecken, um das Einwirken der Säure zu verbessern. – Mitunter ist Benetzungsverhalten von Salzsäure besser als von Phosphorsäure. <b>Achtung</b> HCl nicht dauerhaft verwenden.

### 9.6.4 TIC-Bestimmung (Manuelles TIC-Feststoffmodul)

Minderbefunde	
Ursache	Lösung
– Säurestärke zu schwach (langes Auslaufen der Messkurve, Messkurve kommt bei max. Integrationszeit von 600 s nicht auf die Basislinie zurück)	– Enthält die Probe in größerer Menge äußerst stabile Karbonate (z. B. $\text{FeCO}_3$ ), ist die Zersetzungsgeschwindigkeit mit 40%iger $\text{H}_3\text{PO}_4$ zu langsam. Dann auf stärkere Säure ausweichen (z.B. 25%ige HCl). <b>Achtung</b> HCl nicht dauerhaft verwenden.



### 9.6.5 Messungen im Pyrolysemodus (EC)

<b>Minderbefunde des elementaren Kohlenstoffs (nach Pyrolyse)</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– Wartezeit zur Verdrängung des Sauerstoffs mit Argon im Verbrennungsrohr zu kurz gewählt	– Wartezeit nach Umschalten von Sauerstoff auf Argonversorgung sollte mindestens 60 s betragen.
<b>Überbefunde des elementaren Kohlenstoffs (nach Pyrolyse)</b>	
<b>Ursache</b>	<b>Lösung</b>
– Pyrolysezeit zu kurz gewählt	– Die Pyrolysezeit sollte mindestens 3 min betragen, um sicherzustellen, dass alle organischen Verbindungen komplett zersetzt und ausgetrieben werden.
– Pyrolysetemperatur zu hoch gewählt	– Bei Temperaturen über 1000 °C wird zunehmend aus organischen Verbindungen (Kunststoffe) durch „Verkokung“ Ruß gebildet, welcher in Stufe 2 als elementarer Kohlenstoff mit erfasst wird. Die optimale Ofentemperatur für Pyrolysemessungen beträgt 850 °C.

# 10 Transport und Lagerung

## 10.1 Transport

### 10.1.1 Analysator zum Transport vorbereiten



---

#### **VORSICHT! VERBRENNUNGSGEFAHR AM HEIßEN OFEN!**

Es besteht Verbrennungsgefahr am heißen Verbrennungsofen. Bauen Sie die Verbrennungsrohre nur im kalten Betriebszustand aus bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen.



#### **VORSICHT! VERLETZUNGSGEFAHR AN GLASBRUCH!**

Beim Ausbauen der Glasteile besteht Verletzungsgefahr durch Glasbruch! Bauen Sie alle Glasteile vorsichtig aus dem Analysator aus!



#### **ACHTUNG! GEEIGNETE TRANSPORTVERPACKUNG VERWENDEN!**

Nicht geeignetes Verpackungsmaterial sowie Reste von Messlösung und Chemikalien können zu Schäden an einzelnen Komponenten des Analysators führen!

Transportieren Sie den Analysator nur in der Originalverpackung! Achten Sie darauf, dass der Analysator vollständig entleert ist und alle Transportsicherungen angebracht sind!

---

Bereiten Sie den multi EA 4000 mit seinen Modulen wie folgt für den Transport vor:

#### **Grundgerät multi EA 4000**

1. Schalten Sie den Analysator am Hauptschalter aus und lassen Sie das Gerät abkühlen.
2. Stellen Sie die Gasversorgung ab und ziehen Sie den Netzstecker aus der Netzsteckdose.
3. Lösen Sie alle Verbindungen an der Rückseite des Analysators.
4. Öffnen Sie die Türen des Analysators. Leeren Sie das Trockenrohr. Setzen Sie das Trockenrohr wieder ein.
5. Schrauben Sie die Anschlüsse an der Halogenfalle ab und drücken Sie die Halogenfalle aus den Klemmen heraus.
6. Ziehen Sie das Verbrennungsrohr aus dem Ofen.
7. Verpacken Sie das Zubehör sorgfältig, insbesondere die Glasteile bruch sicher.

#### **C/S-Modul**

1. Schalten Sie das C/S-Modul am Hauptschalter aus.
2. Ziehen Sie den Netzstecker aus der Netzsteckdose.
3. Lösen Sie alle Verbindungen an der Rückseite des Moduls.

#### **CI-Modul**

1. Schalten Sie das CI-Modul am Hauptschalter aus.
2. Nehmen Sie die Messzelle aus dem Gerät und leeren Sie sie aus (siehe Abschnitt „Messzellen warten“ S. 96).

3. Spülen und trocknen Sie die Messzelle und die Kombielektrode.
4. Schrauben Sie das Adsorptionsrohr ab und entleeren Sie es.
5. Montieren Sie die Halogenidfalle ab.
6. Entfernen Sie alle Anschlüsse auf der Rückseite des Moduls.
7. Nehmen Sie das Schwefelsäuregefäß und das Sicherheitsgefäß am Grundgerät multi EA 4000 ab. Entleeren Sie das Schwefelsäuregefäß (siehe Abschnitt „Schwefelsäure wechseln/Schwefelsäuregefäß reinigen“ S. 92).
8. Ziehen Sie den Messgasschlauch (farblos) und den Bypass-Schlauch (schwarz) aus dem Kanal im multi EA 4000.

### Automatisches TIC-Feststoffmodul

1. Schalten Sie das TIC-Feststoffmodul am Hauptschalter auf der Frontseite aus.
2. Entfernen Sie alle Anschlüsse auf der Rückseite des Moduls.
3. Stellen Sie die Gasversorgung ab und ziehen Sie den Netzstecker aus der Netzsteckdose.

## 10.1.2 Hinweise zum Transport

Beachten Sie die Sicherheitshinweise in Abschnitt "Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen" S. 14. Transportieren Sie den Analysator besonders vorsichtig, um Schäden durch Stöße, Erschütterungen oder Vibrationen zu vermeiden. Der Transport des Analysators sollte so erfolgen, dass größere Temperaturschwankungen vermieden werden und somit Kondenswasserbildung verhindert wird.

## 10.1.3 Analysator im Labor umsetzen



### VORSICHT

Durch unbeabsichtigtes Fallenlassen des Analysators besteht Verletzungsgefahr und der Analysator wird beschädigt!

Gehen Sie beim Umsetzen des Analysators besonders umsichtig vor! Für das Heben und Tragen des Analysators sind 2 Personen erforderlich!

Beachten Sie beim Umsetzen des Analysators im Labor Folgendes:

- Es besteht Verletzungsgefahr durch nicht ordnungsgemäß gesicherte Teile! Entfernen Sie vor dem Umsetzen des Analysators alle losen Teile, insbesondere die Reagenzienflasche mit Phosphorsäure sowie das Schwefelsäuregefäß.
- Trennen Sie alle Versorgungsanschlüsse und Ergänzungsgeräte vom Analysator ab.
- Um gesundheitliche Schäden zu vermeiden, ist beim Umsetzen (Heben und Tragen) des Analysators im Labor Folgendes zu beachten:
  - Zum Transport des Analysators sind aus Sicherheitsgründen 2 Personen erforderlich, die sich an beiden Geräteseiten positionieren.
  - Da der Analysator keine Tragegriffe aufweist, fassen Sie das Gerät fest mit beiden Händen an der Unterseite und achten Sie vor dem gleichzeitigen Anheben

darauf, dass die empfindlichen Teile der Vorderseite durch die geschlossenen Türen geschützt sind.

- Beachten Sie die Richtwerte und die Einhaltung der gesetzlich vorgeschriebenen Grenzwerte für das Heben und Tragen der Lasten ohne Hilfsmittel!
- Beachten Sie für das Aufstellen am neuen Standort die Hinweise im Abschnitt "Standortanforderungen" S. 51.

## 10.2 Lagerung



---

### ACHTUNG

Umwelteinflüsse und Kondenswasserbildung können zur Zerstörung einzelner Komponenten des Analysators führen!

Eine Lagerung des Analysators ist nur in klimatisierten Räumen zulässig. Die Atmosphäre sollte staubarm und frei von ätzenden Dämpfen sein.

---

Werden der Analysator und die Ergänzungsgeräte nicht sofort nach Lieferung aufgestellt oder werden sie für eine längere Zeit nicht benötigt, sind diese zweckmäßigerweise in der Originalverpackung zu lagern. In die Verpackung bzw. in das Gerät ist ein geeignetes Trockenmittel einzubringen, um Schäden durch Feuchtigkeit zu vermeiden.

An die klimatischen Verhältnisse im Lagerraum des Analysators werden folgende Forderungen gestellt:

- Temperaturbereich: +5 °C bis +55 °C
- max. Luftfeuchte: 10 % bis 30 %
- Luftdruck: 0,7 bar bis 1,06 bar

## 10.3 Wiederinbetriebnahme nach Transport oder Lagerung

### 10.3.1 multi EA 4000 C/S aufstellen

#### Anschlüsse

Für die Kombination multi EA 4000 – C/S-Modul müssen folgende Anschlüsse und Verbindungen hergestellt sein:

<b>Anschlüsse multi EA 4000</b>		<b>Ziel</b>
„valve“	⇒	C/S-Modul „valve“
„analyte“	⇒	C/S-Modul „analyte“
„O <sub>2</sub> “	⇒	Gasanschluss Sauerstoff
Netzkabel	⇒	Netzanschluss
„COM“	⇒	C/S-Modul „COM“
„pump“	⇒	C/S-Modul „pump“
„Ar“	⇒	Gasanschluss für Argon (wird nur bei Cl-Messung und Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse benötigt)
„out“	⇒	offener Ausgang
<b>weitere Anschlüsse C/S-Modul</b>		<b>Ziel</b>
„PC“	⇒	USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„scale“	⇒	externe Waage (optional)
„sampler“	⇒	Anschluss des Probengebers FPG 48
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss

Für die als Option erhältliche Bestimmung des Kohlenstoffs nach Pyrolyse befestigen Sie zusätzlich ein Absaugrohr in unmittelbarer Nähe des Ofeneingangs.

### Schlauchplan

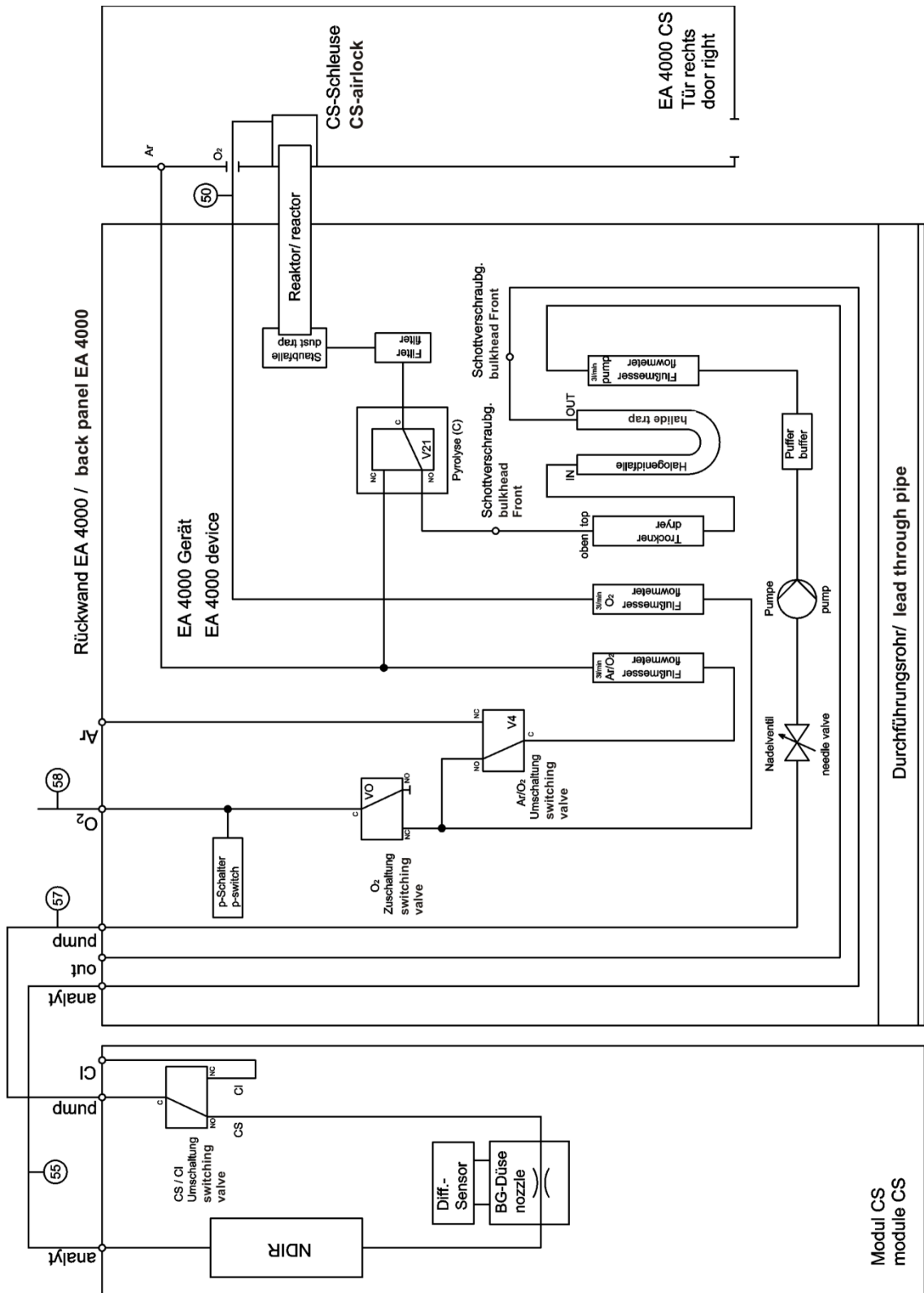


Abb. 34 Schlauchplan für multi EA 4000 C/S



## 10.3.2 multi EA 4000 CI aufstellen

### Anschlüsse

<b>Anschlüsse multi EA 4000</b>		<b>Ziel</b>
„valve“	⇒	CI-Modul „valve“
„analyte“	⇒	offener Ausgang
„O <sub>2</sub> “	⇒	Gasanschluss für Sauerstoff
„Ar“	⇒	Gasanschluss für Argon
Netzkabel	⇒	Netzanschluss
„COM“	⇒	CI-Modul „COM“
„pump“	⇒	CI-Modul „pump“
„out“	⇒	offener Ausgang
<b>weitere Anschlüsse CI-Modul</b>		<b>Ziel</b>
Buchse für Netzstecker	⇒	Netzanschluss
„sampler“	⇒	Anschluss des Probengebers FPG 48
„PC“	⇒	USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„scale“	⇒	externe Waage (optional)



Schlauchplan

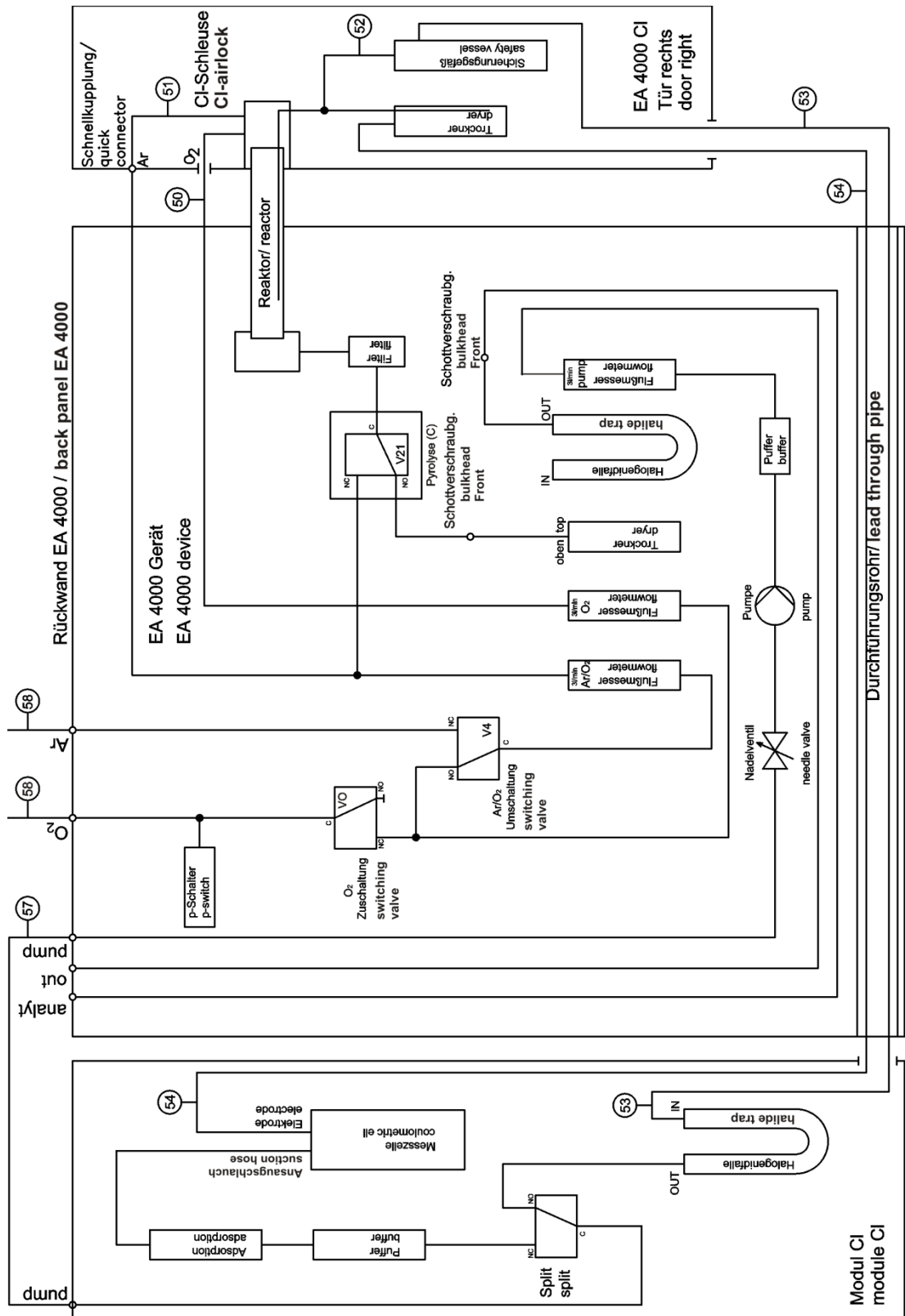


Abb. 36 Schlauchplan multi EA CI

### 10.3.3 multi EA 4000 C/S CI aufstellen

#### Anschlüsse

Für die Kombination multi EA 4000 – C/S-Modul – CI-Modul müssen folgende Anschlüsse und Verbindungen hergestellt sein:

<b>Anschlüsse multi EA 4000</b>	<b>Ziel</b>
„valve“	⇒ C/S-Modul „valve“
„analyte“	⇒ C/S-Modul „analyte“
„O <sub>2</sub> “	⇒ Gasanschluss Sauerstoff
Netzkabel	⇒ Netzanschluss
„COM“	⇒ C/S-Modul „COM“
„pump“	⇒ C/S-Modul „pump“
„Ar“	⇒ Gasanschluss für Argon (wird nur bei CI-Messung und Pyrolyse benötigt)
„out“	⇒ offener Ausgang
<b>weitere Anschlüsse C/S-Modul</b>	<b>Ziel</b>
„PC“	⇒ USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„CI-Coul“	⇒ CI-Modul „CI-Coul“
„scale“	⇒ externe Waage (optional)
„sampler“	⇒ Anschluss des Probengebers FPG 48
Buchse für Netzstecker	⇒ Netzanschluss
<b>weitere Anschlüsse CI-Modul</b>	<b>Ziel</b>
„CI“	⇒ C/S-Modul „CI“
Buchse für Netzstecker	⇒ Netzanschluss

Schlauchpläne

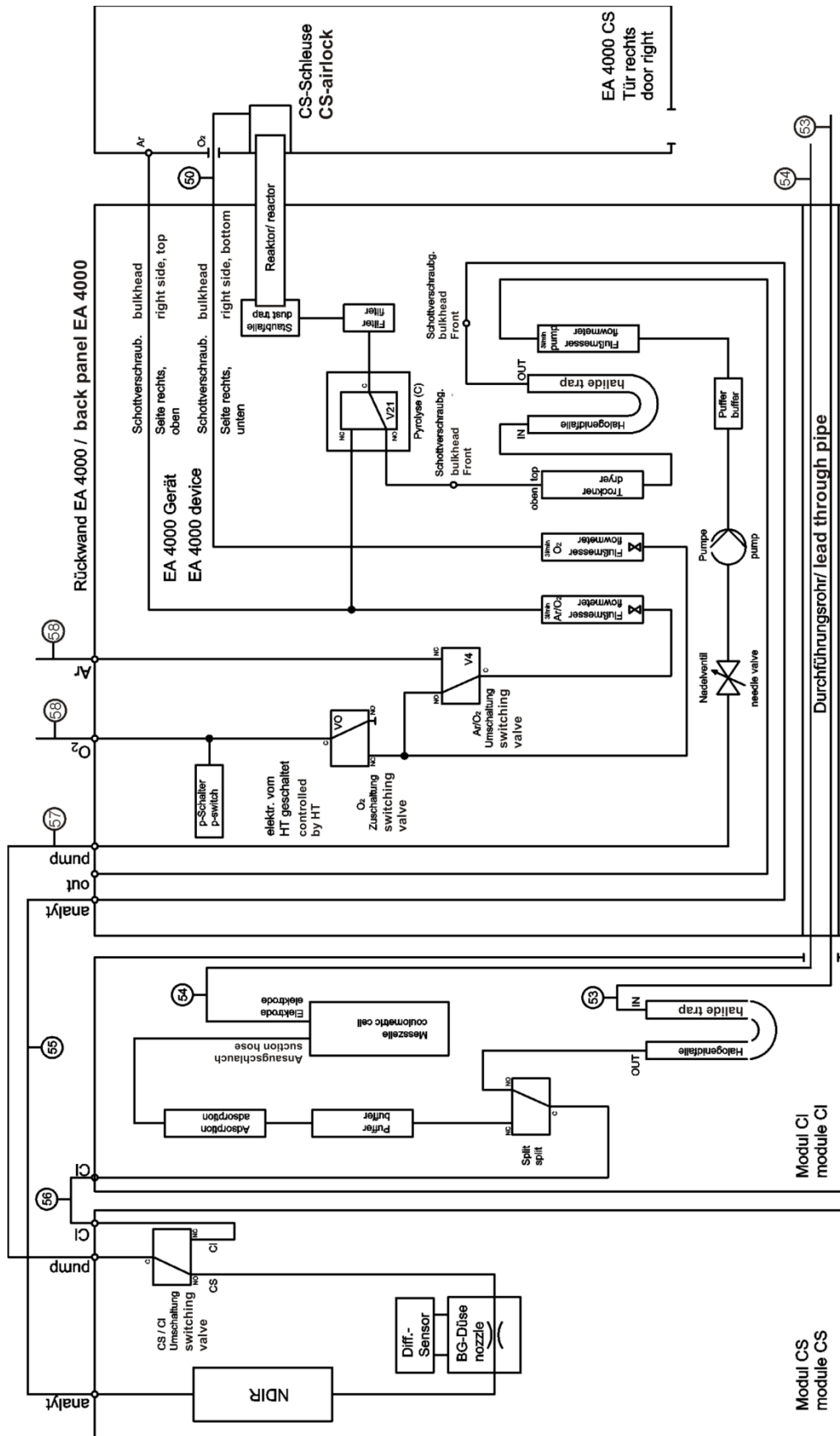


Abb. 37 Schlauchplan multi EA C/S CI für C/S-Messungen mit Keramikrohr und Sauerstoffschleuse

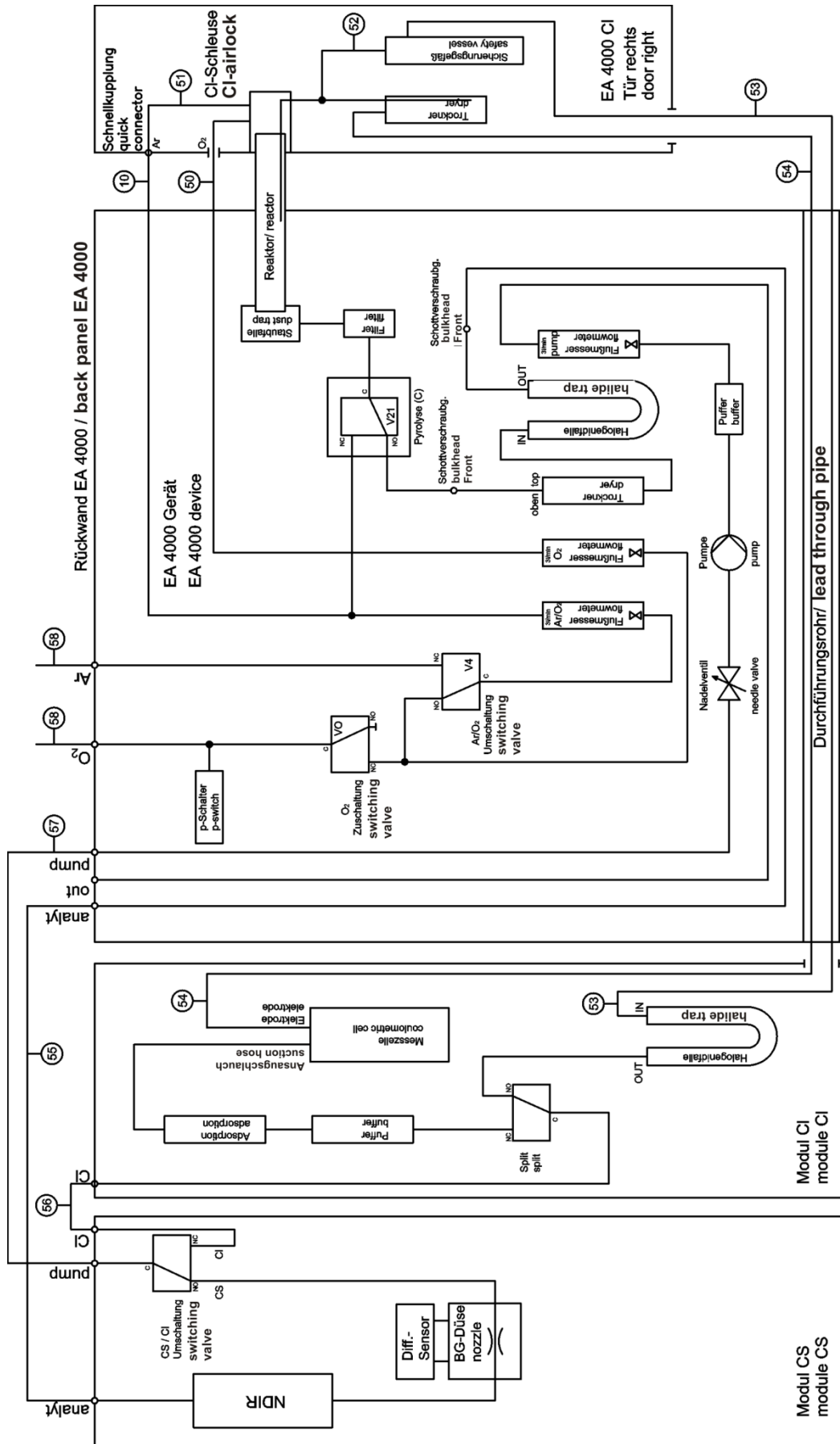


Abb. 38 Schlauchplan multi EA C/S CI für CI-Messungen mit Quarzrohr und Argonschleuse

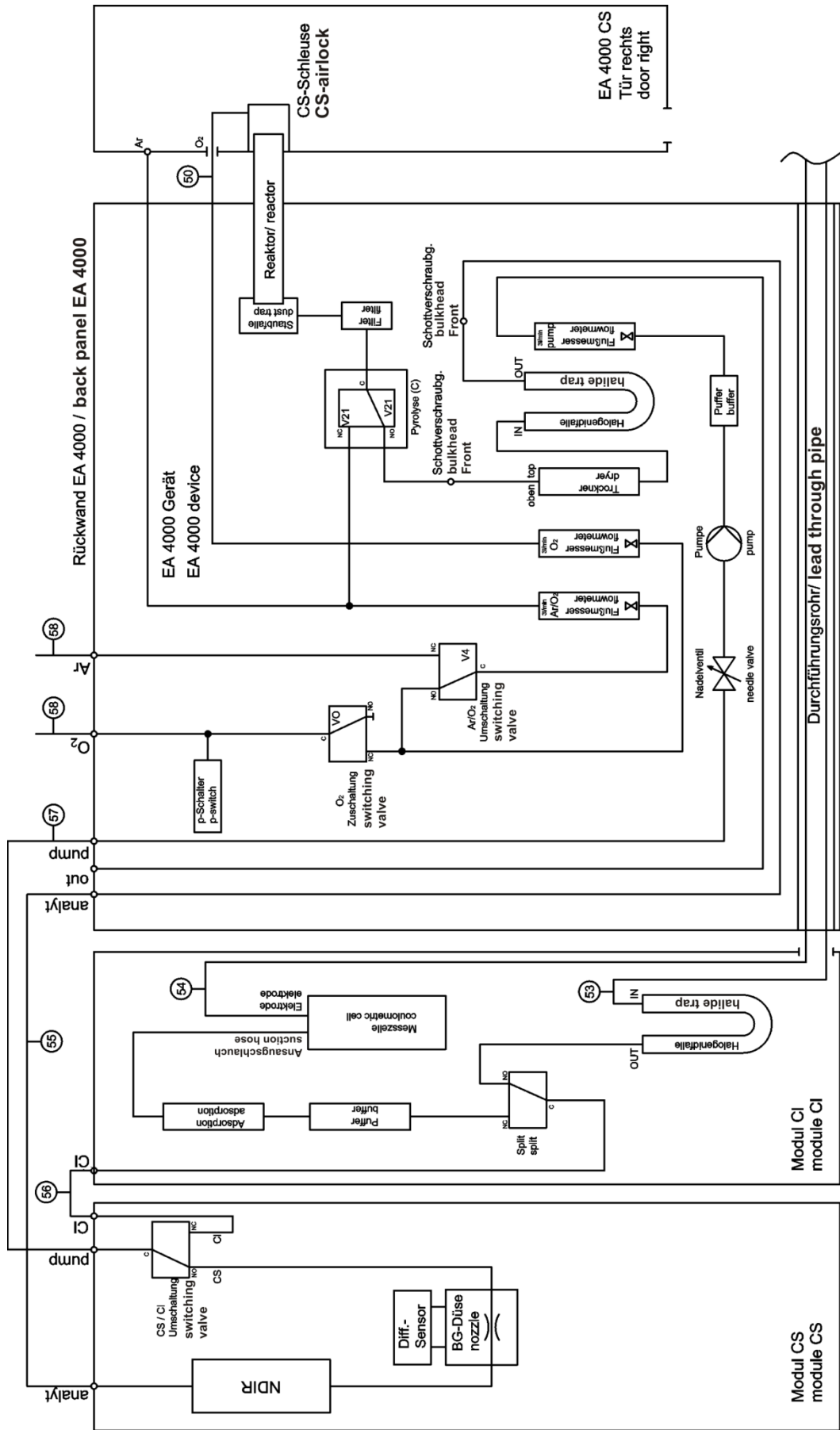


Abb. 39 Schlauchplan multi EA C/S CI für Messungen im Pyrolysemodus

### 10.3.4 Automatisches TIC-Feststoffmodul aufstellen

#### Anschlüsse

Für die Kombination multi EA 4000 – C/S-Modul – CI-Modul müssen folgende Anschlüsse und Verbindungen hergestellt sein:

<b>Anschlüsse multi EA 4000</b>	<b>Ziel</b>
„valve“	⇒ TIC-Modul „valve (HT)“
„analyte“	⇒ TIC-Modul „analyte (HT)“
„O <sub>2</sub> “	⇒ Gasanschluss Sauerstoff
Netzkabel	⇒ Netzanschluss
„COM“	⇒ TIC-Modul „COM (HT)“
„pump“	⇒ C/S-Modul „pump“
„Ar“	⇒ Gasanschluss für Argon
„out“	⇒ offener Ausgang
<b>weitere Anschlüsse C/S-Modul</b>	<b>Ziel</b>
„PC“	⇒ USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„valve“	⇒ TIC-Modul „valve (module)“
„scale“	⇒ externe Waage (optional)
„COM“	⇒ TIC-Modul „COM (module)“
„sampler“	⇒ Anschluss des Probengebers FPG 48
„analyte“	⇒ TIC-Modul „analyte (module)“ Zwischen diese beiden Anschlüsse muss die Staubfalle eingesetzt werden (siehe Abb. 22 S. 37).
Buchse für Netzstecker	⇒ Netzanschluss
<b>weitere Anschlüsse TIC-Modul</b>	<b>Ziel</b>
„waste“	⇒ Anschluss des Abfallschlauchs zum Ableiten des Kondensats
Buchse für Netzstecker	⇒ Netzanschluss

Schlauchplan

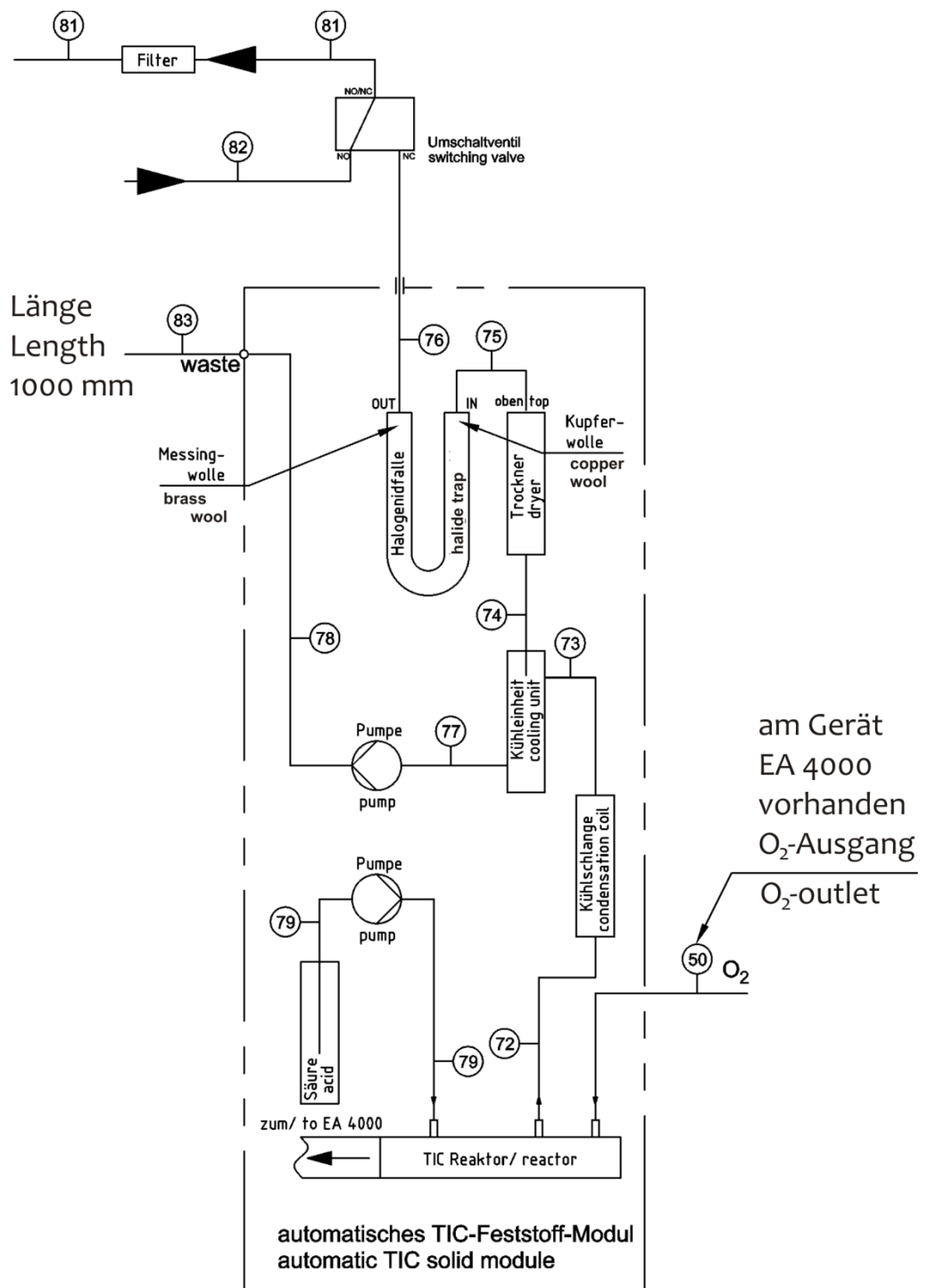


Abb. 40 Schlauchplan des Automatischen TIC-Feststoff-Moduls

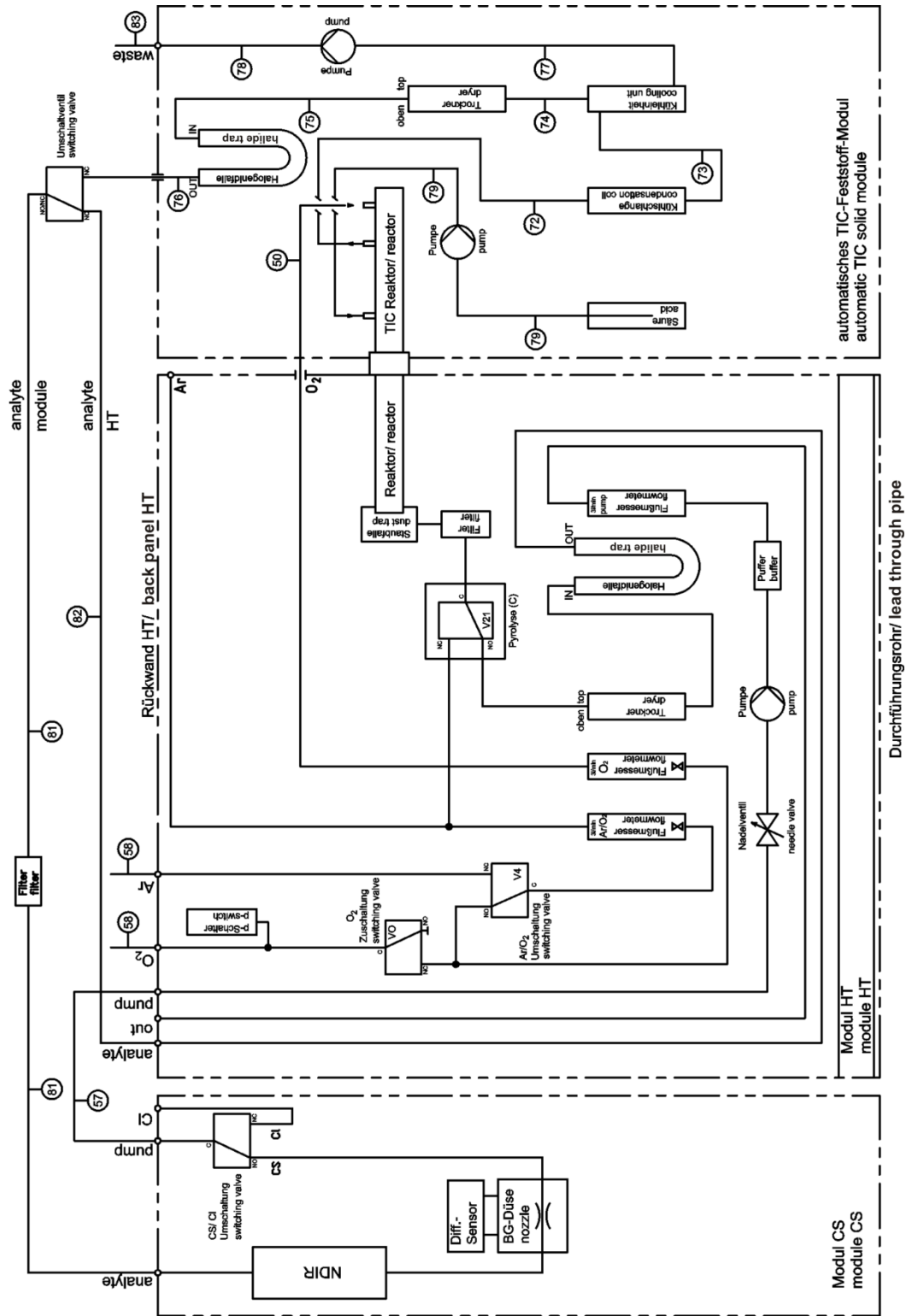


Abb. 41 Schlauchplan multi EA C/S mit angeschlossenem Automatischem TIC-Feststoffmodul



### 10.3.5 Manuelles TIC-Modul aufstellen

#### Anschlüsse und Verbindungen herstellen

Für die Kombination multi EA 4000 – C/S-Modul – TIC-Feststoffmodul müssen folgende Anschlüsse und Verbindungen hergestellt werden:

<b>Anschlüsse multi EA 4000</b>	<b>Ziel</b>
„valve“	⇒ C/S-Modul „valve“
„analyte“	⇒ offen
„O <sub>2</sub> “	⇒ Gasanschluss Sauerstoff
Netzkabel	⇒ Netzanschluss
„COM“	⇒ C/S-Modul „COM“
„pump“	⇒ offen
„Ar“	⇒ Gasanschluss für Argon
„out“	⇒ offener Ausgang
<b>Anschlüsse C/S-Modul</b>	<b>Ziel</b>
„PC“	⇒ USB-Anschluss für den Anschluss an den Computer
„scale“	⇒ externe Waage (optional)
„pump“	⇒ offen
Buchse für Netzstecker	⇒ Netzanschluss
Anschluss „analyte“	⇒ TIC-Modul „analyte“
<b>weitere Anschlüsse TIC-Modul</b>	<b>Ziel</b>
„O <sub>2</sub> “	⇒ Gasanschluss Sauerstoff mit Schnellkupplung Sauerstoffvordruck auf 2 bis 4 bar einstellen.
Buchse für Netzstecker	⇒ Netzanschluss

Schlauchpläne

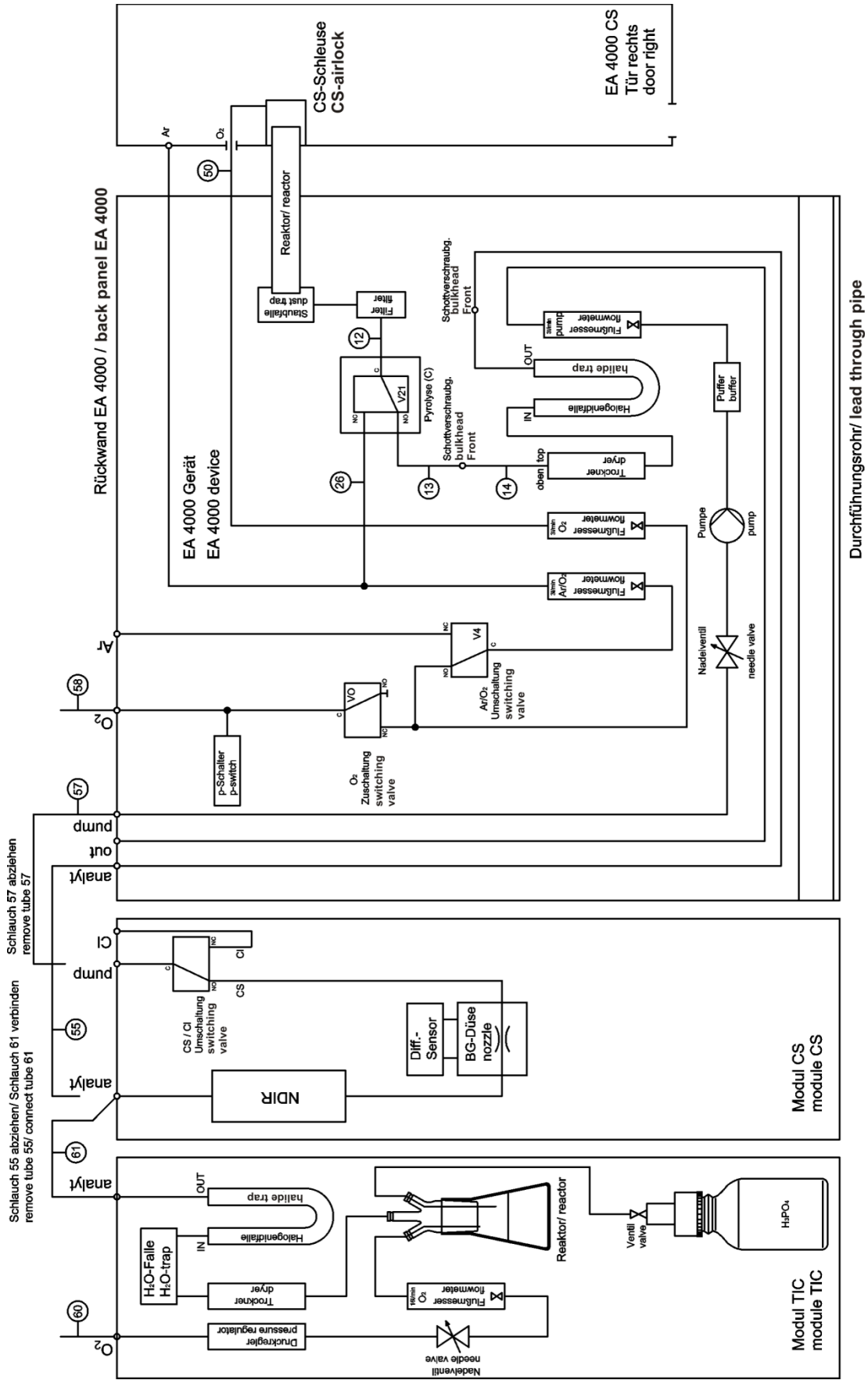


Abb. 42 Schlauchplan multi EA C/S mit Manuellem TIC-Feststoffmodul



## 10.4 Probengeber FPG 48 anschließen und verwenden

### 10.4.1 Probengeber FPG 48 aufstellen und justieren



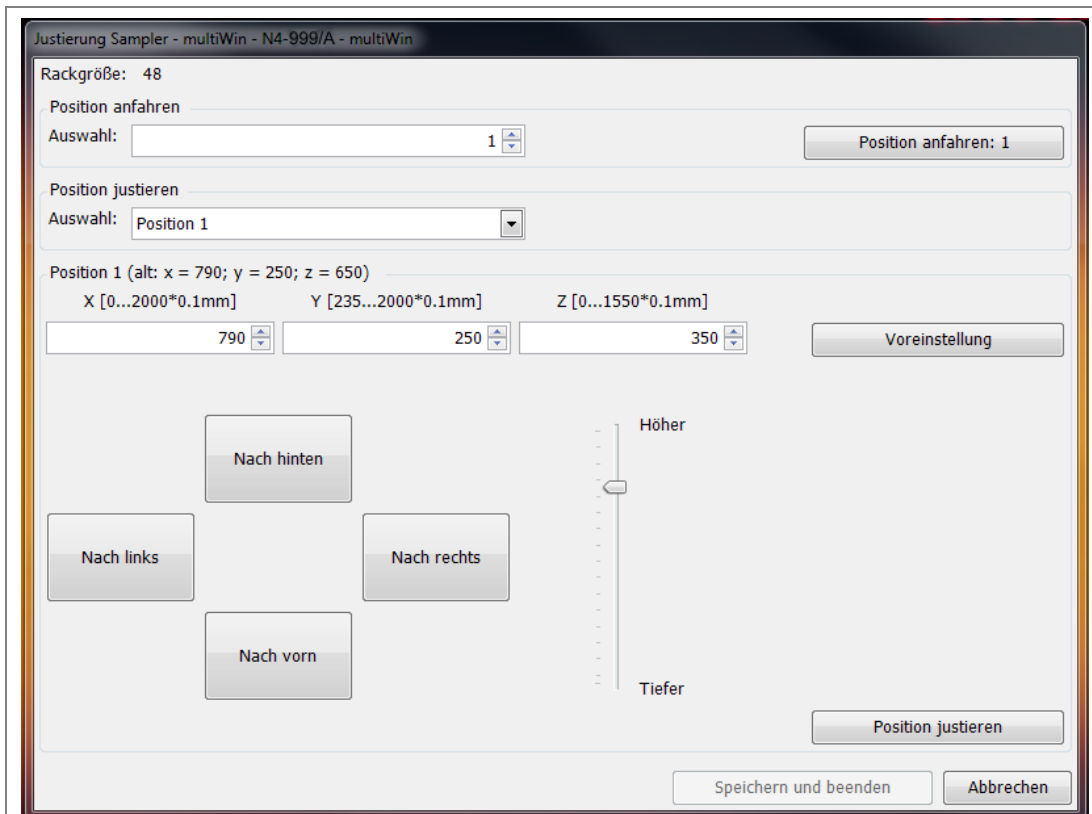
#### VORSICHT

Achten Sie beim Aufstellen und vor der Probenabarbeitung darauf, dass der Probengeber parallel zum Grundgerät und in einer Ebene mit dem Arbeitsrohr steht! Wird das Probenschiffchen schräg oder nicht in der richtigen Höhe zum Arbeitsrohr in den Ofen eingeführt, kann der Keramikhaken brechen oder das Arbeitsrohr beschädigt werden.

Schließen Sie den Probengeber wie folgt an den Analysator an:

	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Stellen Sie den Probengeber rechts neben den Analysator.</li> <li>2. Stecken Sie das niederspannungsseitige Kabel des Tischnetzteils am Anschluss auf der Rückseite des Probengebers an. Verbinden Sie das Netzteil mit dem Netz.</li> <li>3. Schließen Sie das mitgelieferte serielle Datenkabel an die Schnittstelle „sampler“ an der Rückseite des Probengebers an. Verbinden Sie das andere Ende des Kabels mit der Schnittstelle "sampler" an der Rückseite des Moduls mit der Steuereinheit (C/S-Modul bzw. CI-Modul).</li> <li>4. Schließen Sie den Schiffchensensor an den Anschluss „aux“ an der Rückseite des Probengebers an.</li> <li>5. Stecken Sie den Schutzleiter auf den Anschluss auf der Rückseite des Grundgeräts.</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>6. Stellen Sie den Probengeber parallel zum Grundgerät auf. Die Verlängerung des Hakens muss mittig zur Gasschleuse liegen.                     <p><b>Achtung:</b> Zwischen FPG 48 und Gasschleuse muss ein Spalt von ca. 2 mm bleiben, um die thermische Ausdehnung des Verbrennungsrohrs auszugleichen. Der FPG 48 darf nicht gegen die Gasschleuse drücken.</p> </li> <li>7. Korrigieren Sie ggf. mit den verstellbaren Füßen die Höhe des Probengebers. Die Unterkante der Öffnung der Gasschleuse muss in einer Ebene mit der Oberkante der Ablagefläche des Probengebers liegen.</li> </ol>

	<ol style="list-style-type: none"> <li>8. Legen Sie den Keramikhaken in die Führungsschiene des Probengebers.</li> <li>9. Setzen Sie die Schiebestange auf den Haken, sodass der Zapfen im Schlitz sitzt.</li> <li>10. Legen Sie ein Schiffchen in den Vorschub ein (Öse des Schiffchens in den Haken einhängen) und schieben das Schiffchen per Hand vorsichtig in den Ofen. Achten Sie darauf, dass der Haken nicht verkantet oder schräg läuft. Andernfalls korrigieren Sie die Lage des Probengebers.</li> </ol>
	<p>Überprüfen Sie die Ausgangsposition des Keramikhakens. Der Haken soll in einer Flucht mit der rechten Kante der linken Schiffchenposition (hier Position 37) liegen.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>11. Legen Sie einen geraden Papier- oder Kunststoffstreifen (z. B. ein Lineal) an die Kante und richten Sie die Spitze des Keramikhakens daran aus.</li> <li>12. Stimmt die im Werk vorgenommene Einstellung nicht, lockern Sie die Schrauben am Anschlagblech der Führungsschiene. Schieben Sie das Blech, bis es das Ende der Schiebestange berührt. Fixieren Sie das Anschlagblech mit den Schrauben.</li> </ol>
<p><b>Achtung!</b> Bewegen Sie den Probengeberarm nicht von Hand, wenn der Probengeber eingeschaltet ist. Die Antriebe des FPG 48 könnten beschädigt werden.</p> <p><b>Justage des Greifers</b></p> <p>Richten Sie den Greifer mithilfe der Software multiWin zu folgenden Positionen aus:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li><input type="checkbox"/> Position 1</li> <li><input type="checkbox"/> Schiebeposition</li> <li><input type="checkbox"/> Abwurfschiene (z. B. nach Installation des Automatischen TIC-Feststoffmoduls)</li> </ul> <p><b>Position 1</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Schalten Sie das Grundgerät, den Detektor mit Steuereinheit, ggf. das Automatische TIC-Feststoffmodul und den FPG 48 ein. Starten Sie die Software multiWin und initialisieren Sie den Analysator.</li> <li>2. Wählen Sie den Menübefehl SYSTEM / JUSTIERUNG SAMPLER. Das gleichnamige Fenster öffnet sich.</li> </ol>	


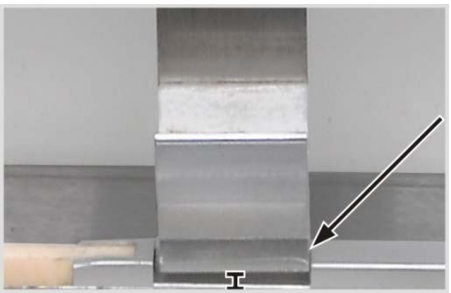
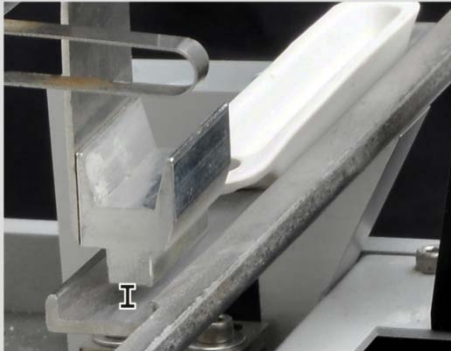


3. Setzen Sie die Justierhilfe in die zu justierende Schiffchenposition auf dem Rack ein (hier Position 37).
4. Wählen Sie in der Liste die Option POSITION 1 aus und klicken Sie auf [POSITION JUSTIEREN]. Der Probengeberarm fährt über die linke Schiffchenposition.
5. Prüfen Sie, ob der Greifer mittig über der Öffnung der Justierhilfe steht und ohne Hindernis in die Öffnung eintauchen kann. Korrigieren Sie die Ausrichtung in x- und y-Richtung gegebenenfalls mit den Richtungstasten.

Wählen Sie für die Grobjustierung einen z-Wert von 350, für die Feinjustierung Werte von 450-550. So verhindern Sie, dass der Greifer hart auf den Probengeber aufschlägt.

Prüfen Sie die Änderungen mit einem Klick auf [POSITION JUSTIEREN].

6. Justieren Sie die Absenktiefe des Greifers. Klicken Sie erneut auf [POSITION JUSTIEREN] und entfernen Sie beim Zurückfahren des Probengeberarms in die Grundposition die Justierhilfe.
7. Verstellen Sie mit dem Regler HÖHER / TIEFER die Absenktiefe des Greifers und stellen Sie mit einem Klick auf [POSITION JUSTIEREN] die neue Lage ein.

	<ol style="list-style-type: none"> <li>8. Wiederholen Sie den Prozess, bis der Greifer nur wenige Millimeter unter der Schiffchenablage steht. So verhindern Sie, dass das Schiffchen bei der Aufnahme durch den Greifer verrutscht.</li> <li>9. Klicken Sie auf [SPEICHERN UND BEENDEN].</li> </ol>
	<p><b>Schiebeposition</b></p> <p>Die Schiebeposition ist der Einschnitt in der Schiebestange des Keramikhakens. Der Probengeberarm taucht in den Einschnitt ein und schiebt den Haken in den Ofen.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Legen Sie den Keramikhaken mit Schiebestange am Anschlagblech des FPG 48 an.</li> <li>2. Wählen Sie im Fenster JUSTIERUNG SAMPLER in der Liste die Option SCHIEBEPOSITION aus und klicken Sie auf [POSITION JUSTIEREN].</li> </ol> <p>Der Probengeberarm fährt über die Schiebeposition.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>3. Verstellen Sie mit dem Regler HÖHER / TIEFER die Absenktiefe des Greifers. Justieren Sie mit den Schaltflächen [NACH LINKS]/[NACH RECHTS] und [NACH VORN]/[NACH HINTEN] die Position im Einschnitt.</li> </ol> <p>Der Greifer muss rechtsbündig und mittig im Einschnitt justiert werden. Der Greifer muss ca. 1 mm über dem Einschnitt schweben. Der Probengeberarm darf nach unten keinen Druck auf die Schiebestange ausüben.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>4. Stellen Sie mit einem Klick auf [POSITION JUSTIEREN] die neue Lage ein.</li> <li>5. Wiederholen Sie den Prozess, bis die Justierung ausreichend ist. Klicken Sie dann auf [SPEICHERN UND BEENDEN].</li> </ol>
	<p><b>Abwurfschiene</b></p> <p>Nur wenn die Schiffchenablage montiert ist (z.B. bei Verwendung des Automatischen TIC-Feststoffmoduls)</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Wählen Sie im Fenster JUSTIERUNG SAMPLER in der Liste die Option ABWURFSCHIENE aus und klicken Sie auf [POSITION JUSTIEREN].</li> <li>2. Verstellen Sie mit dem Regler HÖHER / TIEFER die Absenktiefe des Greifers.</li> </ol>



	<p>Der Greifer muss ca. 1 mm über der Schiene schweben und darf nicht aufsetzen.</p> <ol style="list-style-type: none"><li>3. Stellen Sie ein Schiffchen neben den Greifer und prüfen Sie, ob das Schiffchen nicht unter den Greifer rutschen kann.</li><li>4. Stellen Sie mit einem Klick auf [POSITION JUSTIEREN] die neue Lage ein.</li><li>5. Ist die Position justiert, klicken Sie auf [SPEICHERN UND BEENDEN].</li></ol>
--	---

### 10.4.2 Probengeber FPG 48 bestücken





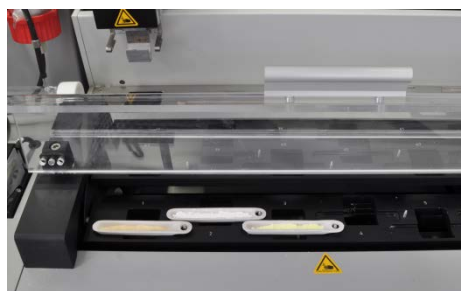
#### VORSICHT! QUETSCHGEFAHR!

Durch das rotierende Probenrack und den sich bewegenden Schiffchengreifer kann die Hand gequetscht werden.

- Arbeiten Sie besonders achtsam beim Bestücken des Probenracks.
- Schließen Sie nach dem Bestücken die Acrylglasabdeckung über dem Probenrack.
- Greifen Sie nicht während einer laufenden Messung in das Probenrack oder an den Schiffchengreifer.

Die Bestückung des FPG 48 erfolgt während der Messvorbereitung des multi EA 4000. Der multi EA 4000 und der FPG 48 müssen eingeschaltet und im Programm multiWin initialisiert sein.

<ol style="list-style-type: none"><li>1. Beladen Sie die Keramikschißchen mit Probenmaterial und stellen Sie die Schiffchen neben dem Probengeber bereit.</li><li>2. Klappen Sie die Abdeckung über dem Probenrack nach oben.</li><li>3. Drehen Sie mit den Schaltflächen  und  in multiWin das Probenrack in die gewünschte Lage.</li></ol>	<ol style="list-style-type: none"><li>4. Setzen Sie die beladenen Schiffchen in die entsprechenden Probenpositionen. Der kurze Metallstift rechts neben der Probenposition muss dabei in die Öse des Schiffchens ragen.</li><li>5. Klappen Sie nach Bestücken des Probenracks die Abdeckung nach unten.</li></ol>
--	---



### 10.4.3 Messabbruch unter Verwendung des Probengebers FPG 48

Nach manuellem Messabbruch oder bei Messabbruch durch einen Gerätefehler kann sich der Keramikhaken in einer ungünstigen Position befinden und beim Fortfahren der Messung brechen.

- Schieben Sie den Keramikhaken von Hand an den Endanschlag, bevor der Messbetrieb wieder aufgenommen wird.



## 10.4.4 Probengeber FPG 48 mit Schiffchensensor nachrüsten

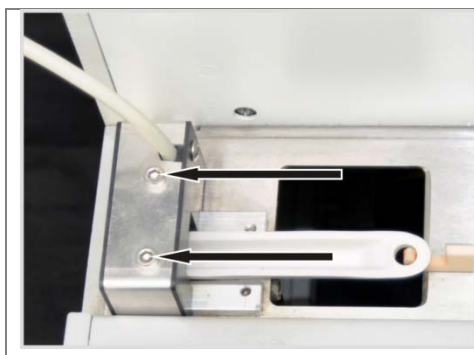
Der Schiffchensensor überwacht die Überführung des Schiffchens vom Probengeber FPG 48 in den Ofen. Er erkennt folgende Fehlzustände:

- ❑ Keramikschiffchen gebrochen
- ❑ kein Keramikschiffchen auf dem Haken

Tritt einer der Fehlzustände ein, wird die Messung sofort abgebrochen. Es erfolgt eine Fehlermeldung in der Software multiWin.

**Hinweis:** Der Schiffchensensor kann auch separat bestellt und nachgerüstet werden.

Installieren Sie den Schiffchensensor wie folgt auf dem Probengeber:



1. Schieben Sie den Schiffchensensor von links auf die kurze Führungsschiene des FPG 48.
2. Schrauben Sie den Schiffchensensor mithilfe der beiden Sechskantinnenschrauben fest.
3. Schließen Sie den Schiffchensensor an den Anschluss „aux“ an der Rückseite des FPG 48 an.

Zur Wiederaufnahme einer Messung nach Messabbruch:

1. Bestätigen Sie den Fehler in der Software.
2. Entfernen Sie ggf. das gebrochene Schiffchen.
3. Schieben Sie den Keramikhaken von Hand an den Endanschlag.
4. Initialisieren Sie das Gerät neu.

## 10.4.5 Probengeber FPG 48 mit Schiffchenablage nachrüsten

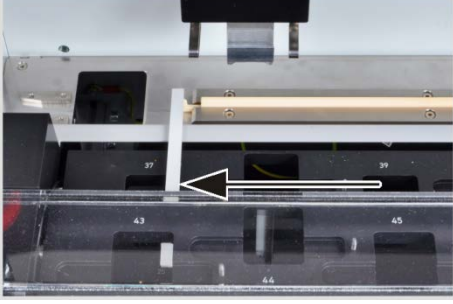
Für die Messungen mit dem Automatischen TIC-Feststoffmodul muss der Probengeber umgebaut werden. Es wird eine Abwurfschiene für gebrauchte Schiffchen und eine Abdeckung für die längere Schiebbestange nachgerüstet.

**Hinweis:** Die Schiffchenablage kann auch separat bestellt und nachgerüstet werden.



- 1 Block mit Abwurfschiene
- 2 Innensechskantschrauben und Unterscheiben
- 3 Abdeckung für Keramikhaken
- 2
- 3

**Abb. 44** Umrüstset des FPG 48 für die Nutzung der Schiffchenablage

	<ol style="list-style-type: none"> <li>5. Schrauben Sie das Anschlagblech der Führungsschiene (1) ab.</li> <li>6. Entfernen Sie die beiden Sechskantinnenschrauben (2).</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>7. Schrauben Sie mit den mitgelieferten Schrauben den Block mit der Schiffchenablage am FPG 48 locker an.</li> <li>8. Schieben Sie die Hakenabdeckung unter den Block.</li> </ol>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>9. Legen Sie den Keramikhaken in die Führungsschiene des Probengebers.</li> <li>10. Setzen Sie die Schiebestange auf den Haken, sodass der Zapfen im Schlitz sitzt.</li> <li>11. Justieren Sie den Keramikhaken in der Ausgangsposition. Die Hakenspitze soll sich in einer Flucht mit der rechten Kante der linken Schiffchenposition (hier Position 37) befinden.</li> </ol> <p>Legen Sie einen geraden Papier oder Kunststoffstreifen (z. B. ein Lineal) an die Kante und richten Sie den Keramikhaken daran aus.</p>
	<ol style="list-style-type: none"> <li>12. Verschieben Sie die Abdeckung so, dass das hintere Ende der Schiebestange das Anschlagblech am Ende der Abdeckung berührt. (Anschlagblech siehe Bildausschnitt)</li> <li>13. Ziehen Sie die Innensechskantschrauben am Block handfest an und klemmen Sie so die Abdeckung in ihrer justierten Lage fest.</li> </ol>
<ol style="list-style-type: none"> <li>14. Starten Sie die Software multiWin und melden sich als Administrator an.</li> <li>15. Wählen Sie den Menübefehl GERÄT / GERÄT – BEARBEITEN. Das gleichnamige Fenster öffnet sich.</li> <li>16. Setzen Sie im Bereich ZUSATZMODULE unter ABWURFSCHIENE ein Häkchen.</li> <li>17. Justieren Sie die Position des Greifers zur Abwurfschiene (siehe Abschnitt "Probengeber FPG 48 aufstellen und justieren" S. 138).</li> </ol>	

## 10.5 Manuellen Probenvorschub verwenden

Stellen Sie den Manuellen Probenvorschub wie folgt auf:



- |   |                   |   |              |
|---|-------------------|---|--------------|
| 1 | Gasschleuse       | 4 | Keramikhaken |
| 2 | Keramikschiffchen | 5 | Griff        |
| 3 | Ablagefläche      |   |              |

1. Platzieren Sie den Manuellen Probenvorschub vor der Gasschleuse. Richten Sie den Probenvorschub so aus, dass das Keramikschiffchen genau mittig in die Gasschleuse gefahren wird.  
Der Abstand zwischen Probenvorschub und Gasschleuse sollte ca. 2 mm betragen.

2. Legen Sie ein Schiffchen mit der Öse auf den Haken des Probenvorschubs und schieben Sie das Schiffchen in den Ofen.

**Achtung:**

Fassen Sie den Haken nur am Griff an. Am heißen Ofen besteht Verbrennungsgefahr.

Korrigieren Sie die Lage des Probenvorschubs, falls sich das Schiffchen verkantet.

3. Nehmen Sie die heißen Schiffchen mit einer Zange vom Haken und stellen Sie sie zum Abkühlen auf die Ablagefläche.

## 10.6 Externe Waage anschließen und verwenden

Bei Verwendung einer externen Waage können die Probenmassen direkt in die Sequenztabelle übernommen werden.

1. Schließen Sie die Waage am Anschluss "scale" des C/S-Moduls bzw. CI-Moduls an.
2. Schließen Sie die Waage an das Netz an.
3. Stellen Sie die Baudrate 9600 ein.
4. Weitere Einstellungen entnehmen Sie der Dokumentation Ihrer Waage.

Bei der Übernahme der Probeneinwaage gehen Sie wie folgt vor:

1. Starten Sie die Messung bis zur Eingabe der Analysensequenz.
2. Klicken Sie in der Sequenztabelle auf das Feld EINWAAGE der Probe.
3. Wiegen Sie die Probe auf dem Schiffchen ein.
4. Übernehmen Sie den Wert von der Waage mit [OK].  
✓ **Die Einwaage erscheint im Eingabefeld.**
5. Wiederholen Sie die Schritte (2) – (4) für jede Sequenzzeile.

# 11 Entsorgung



## UMWELTSCHUTZ

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

---

### Schwefelsäure

Das verbrauchte Trockenmittel der Cl-Bestimmung wird zunächst vorsichtig mit Wasser verdünnt und anschließend mit Natronlauge neutralisiert. Die entsprechenden Gefahrenhinweise und Sicherheitsratschläge sind zu beachten! Diese neutralisierten Abfälle müssen gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung zugeführt werden.

### Magnesiumperchlorat

Das verbrauchte Trockenmittel der C- und S-Bestimmung wird durch Eintragen in eine Natriumthiosulfatlösung – ggf. unter Ansäuern – in weniger gefährliche Reduktionsprodukte überführt. Diese gegebenenfalls neutralisierten Abfälle müssen gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung zugeführt werden.

### Elektrolytlösung

Die Elektrolytlösung wird vorsichtig neutralisiert und als Silbersalzurückstände in Gefäßen gesammelt. Diese sollten gemäß den gesetzlichen Vorschriften der fachgerechten Entsorgung bzw. Wiederverwendung zugeführt werden.

### Adsorptionsmittel

Die zur Adsorption von Essigsäuredämpfen eingesetzte Aktivkohle sollte entsprechend der öffentlichen Vorschriften entsorgt werden.

### Halogenfalle

Die Halogenfalle enthält Kupfer. Nehmen Sie mit der zuständigen Stelle (Behörde oder Abfallunternehmen) Kontakt auf. Dort erhalten Sie Informationen über Verwertung oder Beseitigung.

### Analysator

Der multi EA 4000 mit seinen elektronischen Komponenten ist nach Ablauf der Lebensdauer nach den geltenden gesetzlichen Bestimmungen als Elektronikschrott zu entsorgen.