

Bedienungsanleitung

multi N/C 2100S, multi N/C 2100S duo

multi N/C 2100S pharma

TOC/TN_b-Analysatoren



Hersteller Analytik Jena GmbH
 Konrad-Zuse-Str.1
 07745 Jena · Deutschland
 Telefon + 49 3641 77 70
 Fax + 49 3641 77 9279
 E-Mail info@analytik-jena.com

Service Analytik Jena GmbH
 Konrad-Zuse-Str. 1
 07745 Jena · Deutschland
 Telefon + 49 3641 77 7407
 Fax + 49 3641 77 7449
 E-Mail service@analytik-jena.com

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

Dokumentationsnummer 11-0109-002-23

Ausgabe A (01/2021)

Ausführung der Techni- Analytik Jena GmbH
schen Dokumentation

Inhalt

1	Grundlegende Informationen	7
1.1	Hinweise zur Benutzeranleitung	7
1.2	Verwendungszweck.....	8
1.2.1	Allgemeines.....	8
1.2.2	Einsatzgebiete des Analysators	8
1.3	Bestimmungsgemäße Verwendung	9
1.4	Gewährleistung und Haftung.....	10
2	Sicherheitshinweise.....	11
2.1	Sicherheitskennzeichnung am Analysator	11
2.2	Technischer Zustand	11
2.3	Anforderungen an das Bedienpersonal.....	12
2.4	Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen	13
2.5	Sicherheitshinweise Betrieb.....	13
2.5.1	Allgemeines.....	13
2.5.2	Sicherheitshinweise Explosionsschutz, Brandschutz	14
2.5.3	Sicherheitshinweise Elektrik	14
2.5.4	Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen.....	15
2.5.5	Umgang mit Hilfs- und Betriebsstoffen	15
2.5.6	Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur	16
2.6	Verhalten im Notfall.....	17
3	Funktion und Aufbau.....	18
3.1	Systemaufbau.....	18
3.1.1	Komponenten zur Probenaufgabe	19
3.1.2	Pneumatik/Schlauchsystem.....	20
3.1.3	Verbrennungssystem.....	24
3.1.4	Komponenten für Messgastrocknung und -reinigung.....	24
3.1.5	Detektoren.....	27
3.1.6	Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse	28
3.1.7	Zubehörteile	29
3.1.8	Erweiterungsmöglichkeiten für den Analysator	30
3.2	Funktionsprinzip	31
3.3	Messverfahren	32
3.3.1	TC-Analyse	32
3.3.2	TOC-Analyse.....	32
3.3.3	TIC-Analyse	33
3.3.4	NPOC-Analyse	33
3.3.5	NPOC-Analyse nach der Methode NPOC plus.....	33
3.3.6	TN _b -Analyse	34
3.4	Katalysatoren	34
3.5	Kalibrierung.....	34
3.5.1	Kalibrierstrategien.....	34
3.5.2	Tagesfaktor.....	35
3.5.3	Kalibrierverfahren in multiWin	35
3.5.4	Verfahrenskenndaten	37
3.5.5	Weitere Berechnungen	38
3.6	Blindwerte	39
3.6.1	Wasserblindwerte	39
3.6.2	Schiffchenblindwert	40
4	Erstinbetriebnahme	41
4.1	Standortanforderungen	41
4.1.1	Aufstellbedingungen	41
4.1.2	Platzbedarf	41
4.1.3	Energieversorgung	42
4.1.4	Gasversorgung.....	42

4.2	Analysator auspacken und aufstellen	42
5	Ergänzungsgeräte anschließen	43
5.1	Probengeber AS 60	43
5.2	Chemolumineszenzdetektor (CLD)	45
5.3	Externes Feststoffmodul HT 1300 (nicht für multi N/C 2100S pharma)	47
6	Bedienung	48
6.1	Allgemeine Hinweise zur Analysenarbeit	48
6.2	Analysator einschalten (Standardinbetriebnahme)	48
6.3	Kalibrierung durchführen	50
6.3.1	Kalibrierung vorbereiten und starten	50
6.3.2	Anzeige der Kalibrierergebnisse	53
6.3.3	Bearbeiten einer vorhandenen Kalibrierung	55
6.3.4	Kalibrierparameter in eine Methode übernehmen	56
6.3.5	Kalibrierdaten verwalten	59
6.4	Messung durchführen	60
6.4.1	Messung mit manueller Probenaufgabe	60
6.4.2	Messung mit Probengeber	62
7	Wartung und Pflege	64
7.1	Wartungsintervalle	64
7.2	Justier- und Einstellarbeiten	66
7.2.1	Probengeber justieren	66
7.2.2	NPOC-Ausblasfluss einstellen (nicht für multi N/C 2100S pharma)	69
7.3	Wasserfallen ersetzen	70
7.4	Halogenfalle ersetzen	73
7.5	Katalysator wechseln	74
7.5.1	Standzeit des Katalysators	74
7.5.2	Verbrennungsrohr ausbauen	74
7.5.3	Verbrennungsrohr füllen	76
7.5.4	Verbrennungsrohr einbauen	77
7.6	TIC-Reaktor regenerieren	79
7.7	TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange warten	80
7.7.1	TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange ausbauen und reinigen	80
7.7.2	TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange einbauen	83
7.8	Verbrennungsofen aus- und einbauen	85
7.8.1	Verbrennungsofen ausbauen	85
7.8.2	Verbrennungsofen einbauen	86
7.9	Pumpenschlauch ausbauen und ersetzen	87
7.10	Schlauchverbindungen ersetzen	89
7.11	Systemdichtheit prüfen	91
7.12	Septen wechseln	91
8	Störungsbeseitigung	93
8.1	Allgemeine Hinweise	93
8.2	Fehlermeldungen in multiWin	94
8.3	Statusfehler – Anzeigen im Fenster System-Status	98
8.4	Gerätefehler und analytische Probleme	100
9	Transport und Lagerung	105
9.1	Transport	105
9.1.1	Analysator zum Transport vorbereiten	105
9.1.2	Hinweise zum Transport	106
9.1.3	Analysator im Labor umsetzen	106
9.2	Lagerung	107
9.3	Wiederinbetriebnahme nach Transport oder Lagerung	107
9.3.1	Analysator nach Transport oder Lagerung montieren	107
9.3.2	Analysator anschließen	109
10	Entsorgung	111
10.1	Abwasser	111

10.2	Halogenfalle	111
10.3	Katalysator.....	111
10.4	Analysator	111
11	Spezifikationen.....	112
11.1	Technische Daten.....	112
11.2	Normen und Richtlinien.....	114

Abbildungen

Abb. 1	Frontansicht (Türen geöffnet).....	18
Abb. 2	Seitenansicht links (Seitenwand entfernt).....	19
Abb. 3	Schleusen auf der Geräteoberseite.....	19
Abb. 4	Kippschalter für manuelle Bedienung der septumfreien TC-Schleuse.....	20
Abb. 5	Schlauchplan	21
Abb. 6	Nadelventil zum Einstellen des NPOC-Ausblasflusses (siehe Pfeil).....	22
Abb. 7	Kondensat-Pumpe	22
Abb. 8	Phosphorsäure-Pumpe	23
Abb. 9	Verschiedene Ausführungen der Fast-Verbinder.....	23
Abb. 10	Fingertight-Verschraubung	23
Abb. 11	Verbrennungsofen (siehe Pfeil).....	24
Abb. 12	Kondensationsschlange und TIC-Kondensationsmodul	25
Abb. 13	Wasserfallen.....	26
Abb. 14	Halogenfalle	26
Abb. 15	LED zur Anzeige der Betriebsbereitschaft.....	28
Abb. 16	LED-Leiste (rechte Tür geöffnet)	28
Abb. 17	Anschlüsse auf der Geräterückseite.....	29
Abb. 18	Funktionsprinzip	31
Abb. 19	AS 60 auf dem Analysator multi N/C 2100S montiert.....	43
Abb. 20	CLD – Anzeigeelemente, Netzanschluss und Medienanschlüsse.....	45
Abb. 21	Medienanschlüsse an der Rückwand des Feststoffmoduls	47
Abb. 22	Fenster KALIBRIERUNG- DATEN ZUR NEUEN KALIBRIERUNG	51
Abb. 23	Fenster AKTUELLE PROBENDATEN (bei Betrieb mit Probengeber)	53
Abb. 24	Fenster KALIBRIERUNG – DATEN ZUR DURCHGEFÜHRTEN KALIBRIERUNG.....	54
Abb. 25	Einzelne Messwerte einer Kalibrierung deaktivieren	56
Abb. 26	Fenster VERKNÜPFUNG MIT METHODE.....	57
Abb. 27	Fenster VERKNÜPFUNG MIT METHODE mit drei Bereichen	59
Abb. 28	Fenster AUSWAHL KALIBRIERREPORT.....	60
Abb. 29	Spritzenkolben justieren	68
Abb. 30	Wasserfallen an der Gasbox, linke Seitenwand geöffnet.....	72
Abb. 31	Gewinkelter FAST-Verbinder mit angeschlossenem Schlauch.....	90
Abb. 32	Fingertight-Verbindung ersetzen	90
Abb. 33	TIC-Schleuse mit Septumverschluss.....	91
Abb. 34	Netzanschluss und Gasanschlüsse am multi N/C 2100S.....	109

1 Grundlegende Informationen

1.1 Hinweise zur Benutzeranleitung

Die Benutzeranleitung beschreibt die folgenden TOC/TN_b-Analysatoren der multi N/C-Serie:

- multi N/C 2100S
- multi N/C 2100S duo
- multi N/C 2100S pharma

Im weiteren Text werden diese Modelle zusammenfassend als multi N/C 2100S bezeichnet.

Der Analysator multi N/C 2100S 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 TOC/TN-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.

Das modulare Messsystem multi N/C 2100S duo erlaubt die automatisierte Analyse von flüssigen und festen Proben. Aufbau, Installation und Bedienung dieses Messsystems ist in der Benutzeranleitung des Feststoffmoduls HT 1300 beschrieben. Beachten Sie insbesondere die Hinweise, die dort für das Umschalten zwischen Flüssig- und Feststoffbetrieb gegeben sind.

Der multi N/C 2100S pharma ist ein Spezialmodell des multi N/C 2100S für die pharmazeutische Stickstoffanalyse. Bitte beachten Sie, dass alle Angaben, die sich in dieser Benutzeranleitung auf die Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes beziehen, nicht auf das Modell multi N/C 2100S pharma zutreffen. Weiterhin werden für dieses Modell keine Feststoffmodule und kein ChD Detektor angeboten.

Konventionen

Handlungsanweisungen mit zeitlicher Abfolge sind nummeriert und zu Handlungseinheiten zusammengefasst.

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

Elemente des Steuer- und Auswerteprogramms sind wie folgt gekennzeichnet:

- Programmbegriffe werden mit Kapitälchen ausgezeichnet (z.B. Menü FILE).
- Schaltflächen werden durch eckige Klammern dargestellt (z.B. [OK])
- Menüpunkte sind durch Pfeile getrennt (z.B. FILE ► OPEN)

Symbole und Signalwörter

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

**WARNUNG**

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

**VORSICHT**

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

**BEACHTEN**

Gibt Hinweise zu möglichen Sach- und Umweltschäden.

1.2 Verwendungszweck

1.2.1 Allgemeines

Der Analysator multi N/C 2100S ist ein Gerät zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffgehaltes und/oder Gesamtstickstoffgehaltes in wässrigen Proben durch Aufschluss mit Hilfe thermokatalytischer Hochtemperaturoxidation in Gegenwart von Spezialkatalysatoren entsprechend den nationalen und internationalen Normen.

Bei Verwendung des integrierten Double Furnace Feststoffmoduls bzw. bei Anschluss eines externen Feststoffmoduls ist der Analysator zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehaltes für Feststoffproben geeignet.

Der multi N/C 2100S pharma stellt eine Spezialvariante des multi N/C 2100S für die pharmazeutische Gesamtstickstoffanalyse dar. Das Modell wird daher grundsätzlich mit einem CLD-Detektor ausgeliefert. Es enthält keinen NDIR-Detektor zur Kohlenstoffbestimmung. Ansonsten ist das Gerät baugleich mit dem multi N/C 2100S. Weiterhin werden für dieses Modell keine Feststoffmodule und keinen ChD Detektor angeboten.

1.2.2 Einsatzgebiete des Analysators

Der Analysator multi N/C 2100S ist durch seinen großen Messbereich, seinen hohen Automatisierungsgrad und durch seine Erweiterbarkeit vielseitig einsetzbar.

multi N/C 2100S pharma

- Pharmaindustrie

Durch die Nutzung einer Mikroliterspritze ist der multi N/C 2100S pharma als Direktinjektionssystem sehr gut für die verschleppungsfreie Proteingehaltsbestimmung in wässrigen Lösungen (z. B. Impfstoffe) und kleinen Probenmengen geeignet. Das pharma-Modell eignet sich ebenso für die TN-Bestimmung im Rahmen einer Reinigungsvalidierung. Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin pharma sorgt für vollständige Datenintegrität und ist konform zu den Pharmarichtlinien 21 CFR Part 11 und EudraLex Vol. 4 Anhang 11.

multi N/C2100S

■ Wasseraufbereitung

Der multi N/C 2100S ist in der Abwasseranalytik bei kommunalen und industriellen Aufbereitungsanlagen einsetzbar. Auch komplexe und salzbelastete Wässer können sicher analysiert werden.

■ Umweltüberwachung

Die Analyse von Oberflächenwässern (z. B. Meerwasser), die häufig kleine TOC-Gehalte neben hohen TIC-Konzentrationen und hoher Salzbelastung aufweisen, ist durch die Verwendung spezieller Analysenmodi möglich (siehe Abschnitt "NPOC-Analyse nach der Methode NPOC plus" S. 33).

■ Abfall und Böden

Die Kohlenstoffbestimmung (TC/TOC-Bestimmung) in festen Proben ist durch die Erweiterung des multi N/C 2100S entweder mit dem Double Furnace-Feststoffmodul oder mit dem Feststoffmodul HT 1300 möglich. Außerdem können Eluate analysiert werden, was durch die Möglichkeit der simultanen TOC/TN_b-Bestimmung in flüssigen Proben effizient ist.

■ Forschung und Lehre

Aufgrund der vielen spezifischen Konfigurationsmöglichkeiten eignet sich der multi N/C 2100S für den Einsatz in Lehre und Forschung.

1.3 Bestimmungsgemäße Verwendung

Der Analysator multi N/C 2100S darf nur für die in dieser Benutzeranleitung beschriebenen Verfahren zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoff- und/oder des Gesamtstickstoffgehaltes in wässrigen Proben sowie in Verbindung mit einem externen Feststoffmodul zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehaltes für Feststoffproben 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 folgenden Trägergasen betrieben werden (siehe Abschnitt "Technische Daten" S. 112): Sauerstoff, synthetische Luft oder aufgereinigte Druckluft.

Die Betriebssicherheit des Analysators multi N/C 2100S ist nur bei bestimmungsgemäßem Gebrauch entsprechend den Angaben in dieser Benutzeranleitung gewährleistet. Zum bestimmungsgemäßen Gebrauch gehört auch die Einhaltung der von der Analytik Jena GmbH vorgeschriebenen Installationsvoraussetzungen, die über die angegebene Kundendienstadresse angefordert werden können.

1.4 Gewährleistung und Haftung

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

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 N/C 2100S
- Unsachgemäße Inbetriebnahme, Bedienen und Warten des Analysators
- Änderungen am Gerät ohne vorherige Absprache mit der Analytik Jena GmbH
- 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 Sicherheitshinweise

Lesen Sie dieses Kapitel zu Ihrer eigenen Sicherheit vor Inbetriebnahme und zum störungsfreien und sicheren Betrieb des Analysators multi N/C 2100S sorgsam durch.

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

2.1 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:



Feuer, offenes Licht und Rauchen verboten!



Warnung vor gefährlicher elektrischer Spannung



Warnung vor Gefahrstoffen



Warnung vor heißer Oberfläche



Warnung vor ätzenden Stoffen



Vor Öffnen des Gehäuses Gerät ausschalten und Netzstecker aus Netzanschluss ziehen.



Das Gerät enthält reglementierte Substanzen. Analytik Jena garantiert, dass diese Stoffe bei bestimmungsgemäßer Verwendung in den kommenden 25 Jahren nicht austreten.

2.2 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 Versorgungsleitungen angeschlossen werden.
- Alle Sicherheitseinrichtungen und Verriegelungen müssen gut zugänglich sein und regelmäßig auf einwandfreie Funktion geprüft werden.

2.3 Anforderungen an das Bedienpersonal

Der Analysator multi N/C 2100S 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 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!

2.4 Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen

Das Aufstellen des Analysators erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena GmbH 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 Gerätekomponten 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.

2.5 Sicherheitshinweise Betrieb

2.5.1 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 N/C 2100S und den Erweiterungsmodulen vorhandenen Lüftungseinrichtungen müssen funktionsfähig sein. Verdeckte Lüftungsgitter, Lüftungsschlitze usw. können zu Betriebsstörungen oder Geräteschäden führen.
- Der Ofen arbeitet mit Temperaturen von bis zu 950 °C. Die heißen Teile (Ofen, Kondensationsschlange) dürfen während oder unmittelbar nach dem Betrieb des Analysators nicht berührt werden.
- Brennbare Materialien sind vom Analysator fernzuhalten.

2.5.2 Sicherheitshinweise Explosionsschutz, Brandschutz

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

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

2.5.3 Sicherheitshinweise Elektrik

Arbeiten an elektrischen Komponenten des Analysators sind nur von einer Elektrofachkraft entsprechend den geltenden elektrotechnischen Regeln vorzunehmen. Im rechten Seitenteil 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!
- Alle Arbeiten im rechten Seitenteil des Analysators sind nur dem Kundendienst der Analytik Jena GmbH 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.

2.5.4 Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen

Das Trägergas (synthetische Luft, gereinigte Druckluft und/oder Sauerstoff) wird Druckgasbehältern oder lokalen Druckgasanlagen entnommen. Auf die geforderte Reinheit des Trägergases ist zu achten (→ siehe Kapitel "Technische Daten" S. 112)!

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 Funktionstüchtigkeit zu überprüfen!
- Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig!

2.5.5 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 EU-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 EU-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 und diese 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.
- Die Vorschriften und Hinweise in den Sicherheitsdatenblättern für den Umgang mit ortho-Phosphorsäure (H_3PO_4) bzw. Salzsäure (HCl) sind unbedingt zu beachten!
- Der vom Hersteller gelieferte Katalysator (Platinkatalysator multi N/C bzw. Spezialkatalysator multi N/C) ist mit der bei Chemikalien üblichen Vorsicht zu handhaben.
- 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!
- Staubbildung und Staubeinatmung beim Umgang mit der Quarzglaswolle sind beim Füllen des Verbrennungsrohrs zu vermeiden.
- 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.

2.5.6 Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur

Die Wartung des Analysators erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena GmbH 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 Kapitel „Wartung und Pflege“ 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, Katalysatorwechsel) 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 GmbH 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!

2.6 Verhalten im Notfall

In Gefahrensituationen oder bei Unfällen ist der Analysator sofort durch Betätigen des Hauptschalters an der Gehäuserückwand auszuschalten und der Netzstecker ist 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 die 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.

3 Funktion und Aufbau

3.1 Systemaufbau

Der Analysator multi N/C 2100S ist ein kompaktes Tischgerät, in dem die Hauptkomponenten fest installiert sind. Zum kompletten Messaufbau gehören weiterhin Zubehörteile und Reagenzien, die vor einer Messung an den Analysator anzuschließen bzw. bereitzustellen sind.

Die Steuerung des Analysators und die Auswertung der Messdaten erfolgt über die Steuer- und Auswertesoftware multiWin.

Alle Komponenten des Analysators, die vom Benutzer bedient oder gewartet werden müssen, sind über 2 Türen an der Frontseite, die linke abnehmbare Seitenwand bzw. die obere Abdeckung zugänglich.

Der Analysator multi N/C 2100S besteht aus folgenden Hauptkomponenten:

- Komponenten für Probenaufgabe
- Pneumatik/Schlauchsystem
- Verbrennungssystem
- Komponenten für Messgastrocknung und -reinigung
- Detektoren
- Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse
- Elektronikteil
- Zubehörteile

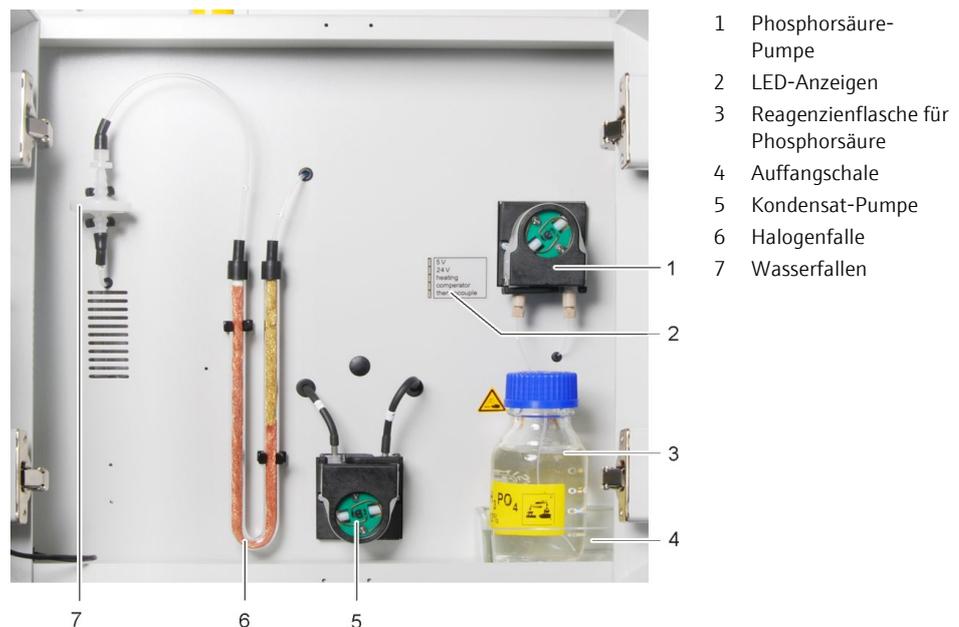


Abb. 1 Frontansicht (Türen geöffnet)

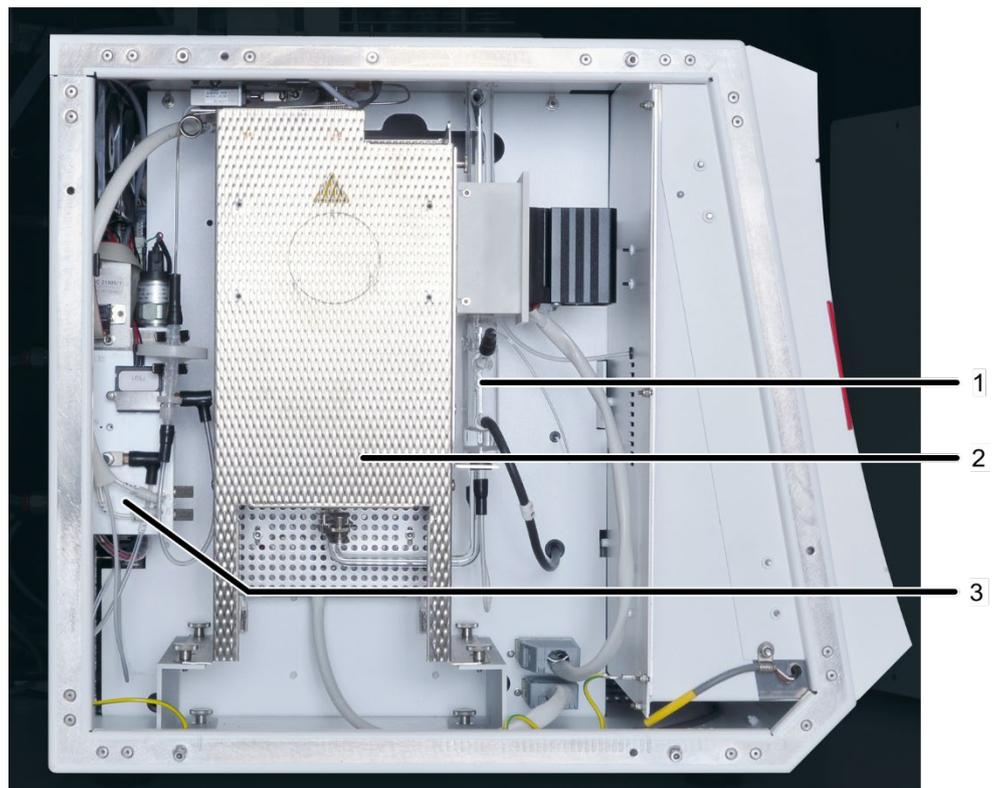


Abb. 2 Seitenansicht links (Seitenwand entfernt)

- | | |
|---|----------------------|
| 1 TIC-Kondensationsmodul
(Kondensationschlange dahinter) | 2 Verbrennungssystem |
| | 3 Gasbox |

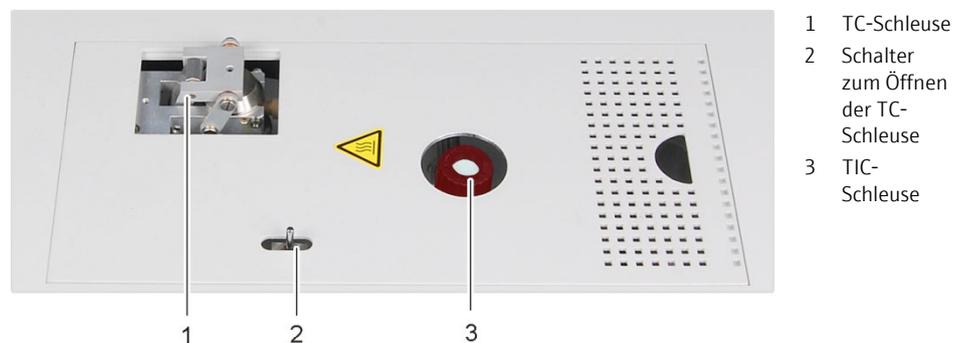


Abb. 3 Schleusen auf der Geräteoberseite

3.1.1 Komponenten zur Probenaufgabe

Septumschleuse

Als TIC-Schleuse wird im multi N/C 2100S eine Septumschleuse verwendet. Die standardmäßig eingesetzten Septen sind temperaturbeständig und haben eine hohe Durchstichtoleranz. Die Septumschleuse ist im Modell multi N/C 2100S pharma vorhanden, wird jedoch nicht genutzt.

Septumfreie Schleuse

Im multi N/C 2100S ist als TC-Schleuse eine septumfreie Schleuse eingebaut. Diese wird für die Probenezufuhr für TC- und TN-Analysen genutzt und sorgt für eine hohe Partikelgängigkeit und geringe Verschleppungen. Ein pneumatisch angetriebener Klappmechanismus gibt den Einlass in den Reaktor (Verbrennung, TC/TN) frei.

Die Dichtheit des Systems zwischen Schleuse und Spritze wird während der Injektion über ein Septum auf der Spritze erreicht.

Im Probengeberbetrieb wird die Schleuse automatisch betätigt. Im Handbetrieb erfolgen das Öffnen und Schließen über den Kippschalter links neben den Schleusen.

Schalterstellungen:

- TC-Schleuse zu - Schalter nach vorn
- TC Schleuse auf - Schalter nach hinten

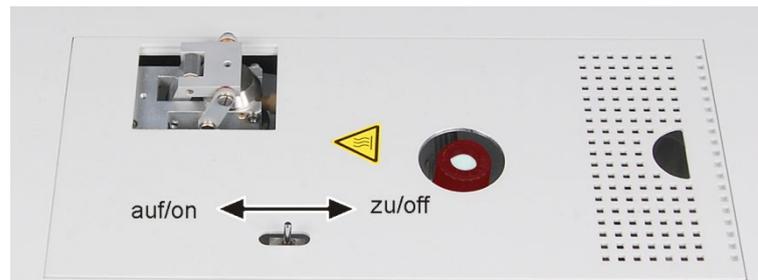


Abb. 4 Kippschalter für manuelle Bedienung der septumfreien TC-Schleuse

Mikroliterspritzen

Die Probenzuführung erfolgt beim multi N/C 2100S direkt mit Mikroliterspritzen. Das Injektionsvolumen beträgt 50 - 500 µl. Optimale Messergebnisse werden erreicht, wenn 50 bis 100 % des Volumens der eingesetzten Mikroliterspritze verwendet werden. Es stehen verschiedene Spritzen zur Verfügung. Die Kanülen sind auswechselbar.

Zur Analyse partikelhaltiger Proben wird die Verwendung von Kanülen mit größerem Innendurchmesser (Kanüle Partikel) empfohlen.

Für die Probengeber werden spezielle Mikroliterspritzen (spezielle Geometrie, mit Gasanschluss für Analysen im NPOC-Modus) verwendet. Sie sind ohne Graduierung und daher für Analysen im Handbetrieb nicht geeignet.

3.1.2 Pneumatik/Schlauchsystem

Schlauchplan

Die Verbindung zwischen den einzelnen Komponenten erfolgt über gekennzeichnete Schläuche. Die im Schlauchplan eingekreisten Zahlen und Buchstaben stimmen mit den Kennzeichnungen an den Schläuchen im Analysator überein.

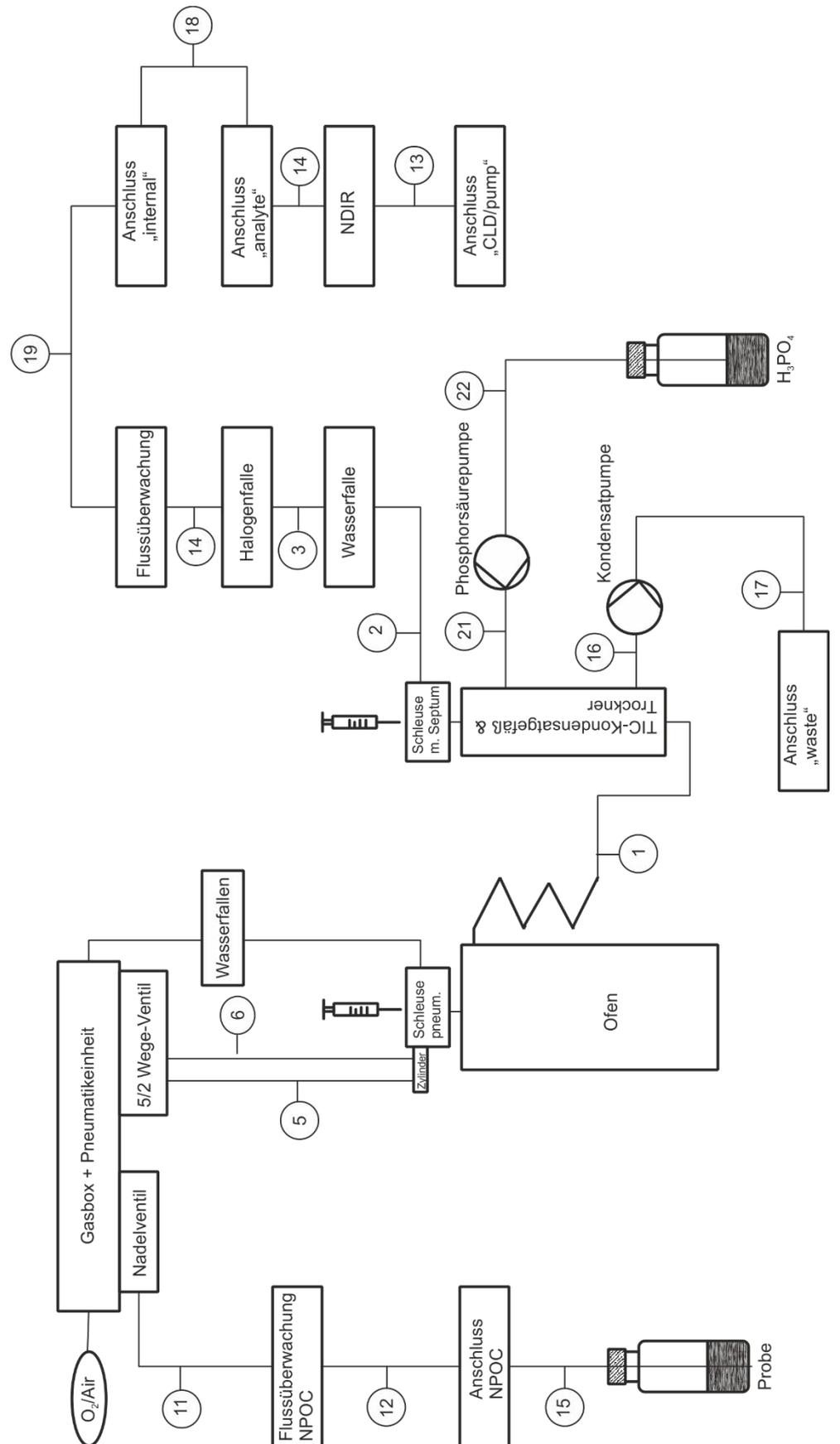


Abb. 5 Schlauchplan

Komponenten zur Fluss-
einstellung

Der Trägergasfluss wird im multi N/C 2100S automatisch eingestellt und der Eingangsfluss über einen MFC (mass flow controller) geregelt. Am Geräteausgang wird der Trägergasfluss mit einem MFM gemessen, d. h. es erfolgt eine automatische Dichtigkeitskontrolle. Das Ergebnis wird im multiWin im Fenster SYSTEM-STATUS angezeigt. Eine Wasserfalle schützt die Gasbox vor dem Rückschlag feuchter Verbrennungsgase.

Die Einstellung des NPOC-Ausblasflusses erfolgt über das Nadelventil an der Gasbox. Der NPOC-Ausblasfluss wird mit einem MFM gemessen und in multiWin im Fenster SYSTEM-STATUS angezeigt. Das Nadelventil zur Einstellung des NPOC-Ausblasflusses ist im Modell multi N/C 2100S pharma vorhanden, wird jedoch nicht genutzt.

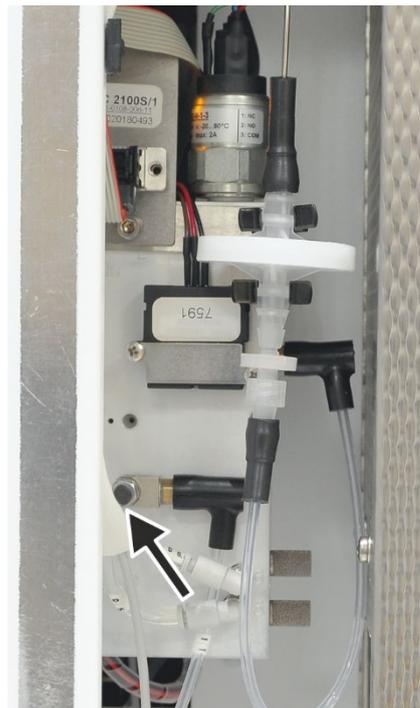


Abb. 6 Nadelventil zum Einstellen des NPOC-Ausblasflusses (siehe Pfeil)

Kondensat-Pumpe

Über die Kondensat-Pumpe werden das Kondensat bzw. die Abfalllösung der TIC-Bestimmung automatisch nach jeder Messung abgepumpt. Die Kondensat-Pumpe befindet sich neben der Halogenfalle.



Abb. 7 Kondensat-Pumpe

Phosphorsäure-Pumpe

Die Phosphorsäure-Pumpe fördert 10%ige Phosphorsäure zum TIC-Kondensatgefäß.

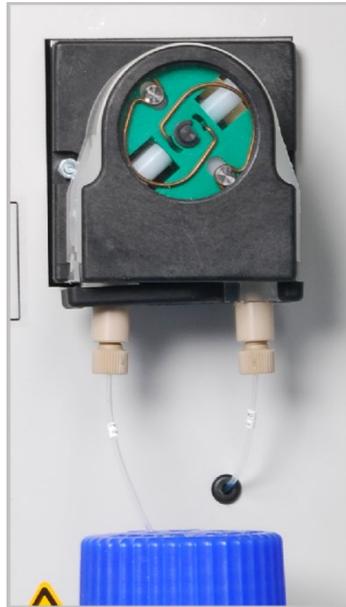


Abb. 8 Phosphorsäure-Pumpe

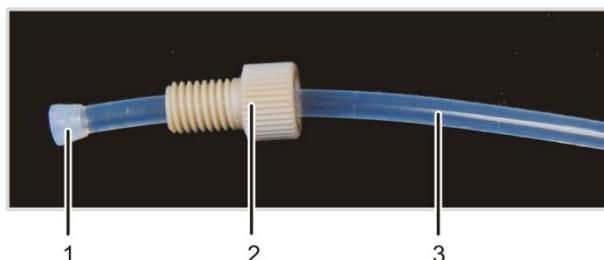
Verbindungstechnik

Innerhalb des Geräts sind die meisten Gasanschlüsse über einen FAST-Verbinder (FAST – Fast, Save, Tight) realisiert. Diese Verbinder stellen den dichten Übergang zwischen Schläuchen und Anschlüssen mit unterschiedlichen Durchmessern her. Die weichen Hül- sen vermindern gegenüber starren Schraubverbindungen die Gefahr von Glasbruch. Die Verbinder gibt es in unterschiedlichen Ausführungen.



Abb. 9 Verschiedene Ausführungen der Fast-Verbinder

Weiterhin kommen im Analysator multi N/C 2100S sogenannte Fingertight-Verschraubungen zum Einsatz. Diese flanschlosen Fittings setzen sich aus einem Dichtkegel und einer Hohl- schraube zusammen. Diese Schlauchverbindungen dichten allein durch hand- festes Anziehen der Kunststoff-Hohl- schraube ab.



- 1 Dichtkegel
- 2 Hohl- schraube
- 3 Schlauch

Abb. 10 Fingertight-Verschraubung

3.1.3 Verbrennungssystem

Das Verbrennungssystem befindet sich hinter der linken Seitenwand des Analysators.

Der Verbrennungsofen ist ein widerstandsbeheizter Senkrechtoven für Aufschlusstemperaturen bis 950 °C. Optional kann ein kombinierter Verbrennungsofen für Senkrecht- und Waagrechtbetrieb eingebaut werden (siehe Benutzeranleitung Integriertes Feststoffmodul, nicht für multi N/C 2100S pharma).

Das Verbrennungsrohr (Reaktor) besteht aus Quarzglas. Es wird mit Katalysator und Hilfsstoffen gefüllt. Lässt der Katalysator in seiner Wirksamkeit nach, muss das Verbrennungsrohr neu gefüllt werden.

Auf die obere Öffnung des Verbrennungsrohrs wird der Ofenkopf montiert. Am unteren Ende wird das Verbrennungsrohr über eine Gabelklemme mit der Kondensationsschleife verbunden.

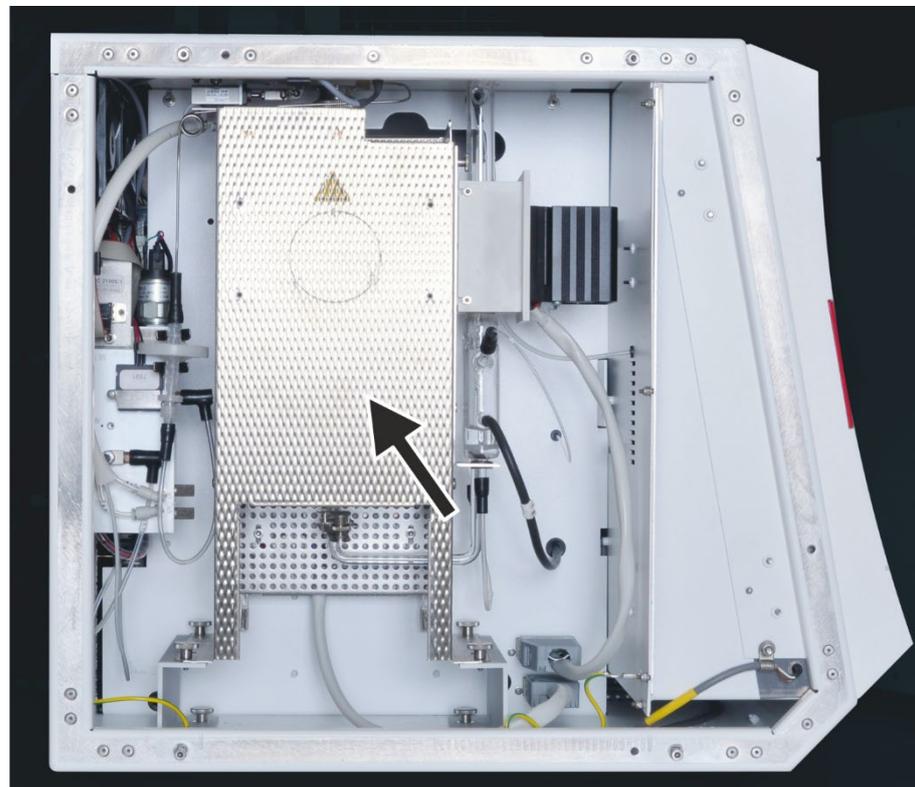


Abb. 11 Verbrennungsofen (siehe Pfeil)

3.1.4 Komponenten für Messgastrocknung und -reinigung

Kondensationsschleife und TIC-Kondensationsmodul

Kondensationsschleife und TIC-Kondensationsmodul sind auf einer Trägerplatte montiert, die rechts am Verbrennungsofen eingehängt wird.

Das Messgas wird in der gläsernen Kondensationsschleife schnell abgekühlt und der Wasserdampf kondensiert. Das Messgas-Wasser-Gemisch wird über eine Schlauchleitung zum TIC-Kondensatgefäß geführt.

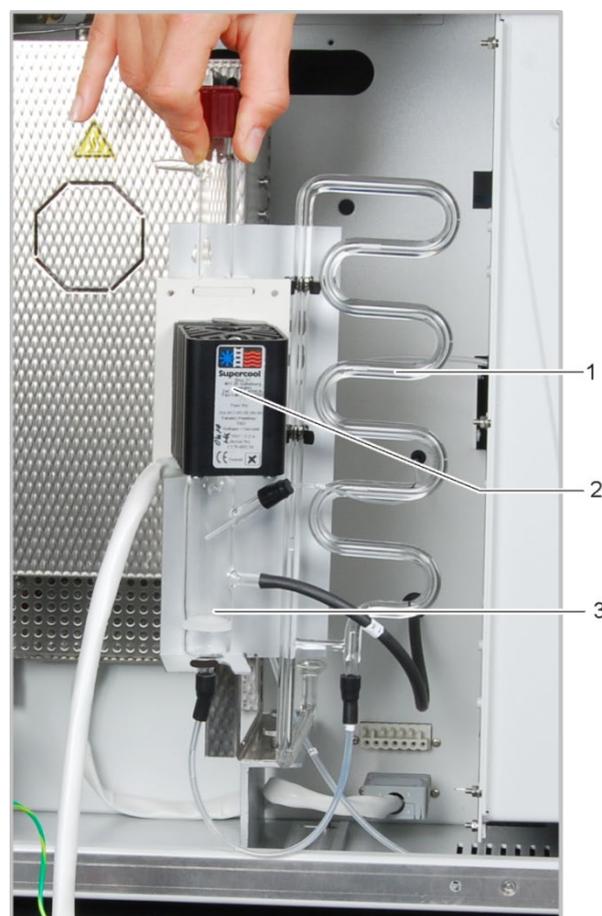
Das TIC-Kondensationsmodul im multi N/C 2100S besteht aus dem TIC-Kondensatgefäß und dem Kühlblock, der das Glasgefäß im oberen Teil umgibt.

Im unteren Teil des Gefäßes ist eine Fritte für effektives Austreiben des gebildeten CO₂ eingearbeitet. Die Dosierung der Probe zur TIC-Bestimmung erfolgt von oben über die TIC-Schleuse. Über den oberen seitlichen Anschluss am Glasgefäß erfolgt die automatische Vorlage von 10 %iger Phosphorsäure für jede Bestimmung.

Die Messgastrocknung erfolgt durch Ausfrieren im Kühlblock. Das trockene Messgas wird über den seitlichen Anschluss der TIC-Schleuse aus dem TIC-Kondensatgefäß geführt. Die Messgastrocknung ist wartungsfrei.

Das Kondensat bzw. die Abfalllösung der TIC-Bestimmung werden automatisch nach jeder Messung über den unteren seitlichen Abgang am Glasgefäß abgepumpt.

Die Kondensationsschlange und das TIC-Kondensationsmodul werden im Modell multi N/C 2100S pharma nur für die Messgastrocknung und -reinigung genutzt.



- 1 Kondensationsschlange
- 2 Kühlblock
- 3 TIC-Kondensatgefäß

Abb. 12 Kondensationsschlange und TIC-Kondensationsmodul

Wasserfallen

Die Wasserfallen verhindern, dass kondensiertes Wasser nach dem Austritt aus dem TIC-Kondensatgefäß in den Messgasweg gelangt. Die größere Wasserfalle (TC-Vorfilter) hält Aerosole im laufenden Betrieb zurück, die kleinere Wasserfalle (Einwegrückhaltefilter) hält aufsteigendes Wasser zurück.

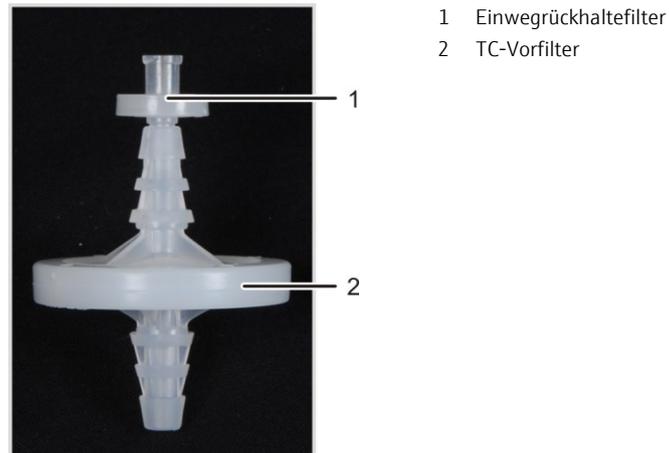


Abb. 13 Wasserfallen

Halogenfalle

Zur weitgehenden Entfernung störender Bestandteile des Messgases sowie zum Schutz der Detektoren und des Flussmessers ist im Analysator multi N/C 2100S nach dem TIC-Kondensatgefäß und den Wasserfallen eine Halogenfalle (U-Rohr) eingebaut. Das U-Rohr ist mit einer speziellen Kupferwolle gefüllt. Die Füllung der Halogenfalle muss spätestens dann erneuert werden, wenn die Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle verfärbt ist.



Abb. 14 Halogenfalle

3.1.5 Detektoren

NDIR-Detektor

Der NDIR-Detektor (**N**icht**D**ispersive **I**nfra**R**otabsorption-**D**etektor) 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 Gasbestandteile entsprechend ihres Konzentrationsanteils im Gasgemisch auf den für sie charakteristischen Wellenlängen einen proportionalen Anteil der Gesamtstrahlung.

Der im NDIR-Detektor eingesetzte Strahlungsempfänger ist selektiv für CO₂.

Messwertverarbeitung mit dem VITA-Verfahren

Die CO₂-Moleküle werden messtechnisch solange erfasst, wie sie in der Küvette des NDIR-Detektors verweilen. Durch auftretende Schwankungen des Messgasflusses während der CO₂-Messung (z.B. durch Verdampfungs- und Kondensationsvorgänge bei der Dosierung der flüssigen Proben) werden CO₂-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 hochgenauer, digitaler Flussmesser strömungstechnisch in unmittelbarer Nähe des NDIR-Detektors angeordnet.

Elektrochemischer NO-Detektor (ChD, optional)

Zur TN_b-Bestimmung kann der elektrochemische NO-Detektor eingesetzt werden. Der NO-Detektor befindet sich hinter der rechten Seitenwand des Analysators. Er analysiert den Gehalt an Stickoxid (NO) im Trägergas.

Das durch thermische Oxidation der Probe gebildete Messgas gelangt in den Detektor, wo darin enthaltene Stickoxide über eine hochselektive Membran in die elektrochemische Messzelle diffundieren. Durch die an der Anode stattfindende Oxidation der Stickoxide ändert sich der Stromfluss zwischen den Elektroden proportional zur Stickoxidkonzentration. Die Änderung des Stromflusses wird als Signal ausgewertet und ermöglicht die Ermittlung des Stickstoffgehaltes der analysierten Probe (TN_b-Bestimmung). Der Elektrolyt der Messzelle dient nur als Katalysator und wird nicht verbraucht.

Zum Betrieb des elektrochemischen NO-Detektors (ChD) ist eine Versorgungsspannung erforderlich. Zur Aufrechterhaltung des internen Gleichgewichts des ChD in den Messpausen (Analysator ist ausgeschaltet) wird eine Stützspannung benötigt. Dies wird über eine Batterie (U9VL) realisiert.

Die Batterie befindet sich im rechten Seitenteil des multi N/C 2100S. Es wird eine Batterie folgenden Typs verwendet: U9VL (ultra life).

Chemolumineszenzdetektor CLD

Der multi N/C 2100S pharma wird stets mit einem Chemolumineszenzdetektor (CLD) zur TN_b-Bestimmung ausgeliefert. Der multi N/C 2100S kann optional mit einem Chemolumineszenzdetektor erweitert werden. Der CLD ist als externes Gerät rechts neben dem multi N/C 2100S anzuordnen.

Das durch thermische Oxidation der Probe gebildete Messgas wird getrocknet und gelangt dann in die Reaktionskammer des Chemolumineszenzdetektors zur TN_b-Bestim-

mung. Dort wird das im Messgas befindliche Stickstoffmonoxid mit Ozon zum angeregten Stickstoffdioxid oxidiert. Durch Emission von Lichtquanten (Lumineszenz) fallen die Moleküle des Stickstoffdioxids wieder in ihren Grundzustand zurück. Die Lumineszenz wird mit Hilfe einer Fozozelle erfasst und ist der Stickstoffmonoxid-Konzentration proportional. Sie gestattet somit die Ermittlung des Gesamtstickstoffgehaltes der analysierten Probe.

Beim Aufschluss für die TN_b-Bestimmung kann nicht mit einer 100%igen NO-Ausbeute gerechnet werden. Während des Abkühlungs- und Kondensationsvorganges der Verbrennungsgase können auch Stickoxide in höheren Oxydationsstufen auftreten.

3.1.6 Anzeige- und Bedienelemente, Anschlüsse

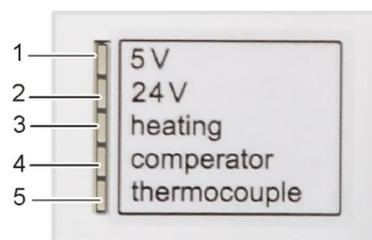
LED-Anzeigen

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



Abb. 15 LED zur Anzeige der Betriebsbereitschaft

Die LED-Leiste hinter der rechten Tür zeigt verschiedene Betriebszustände des Analysators an.



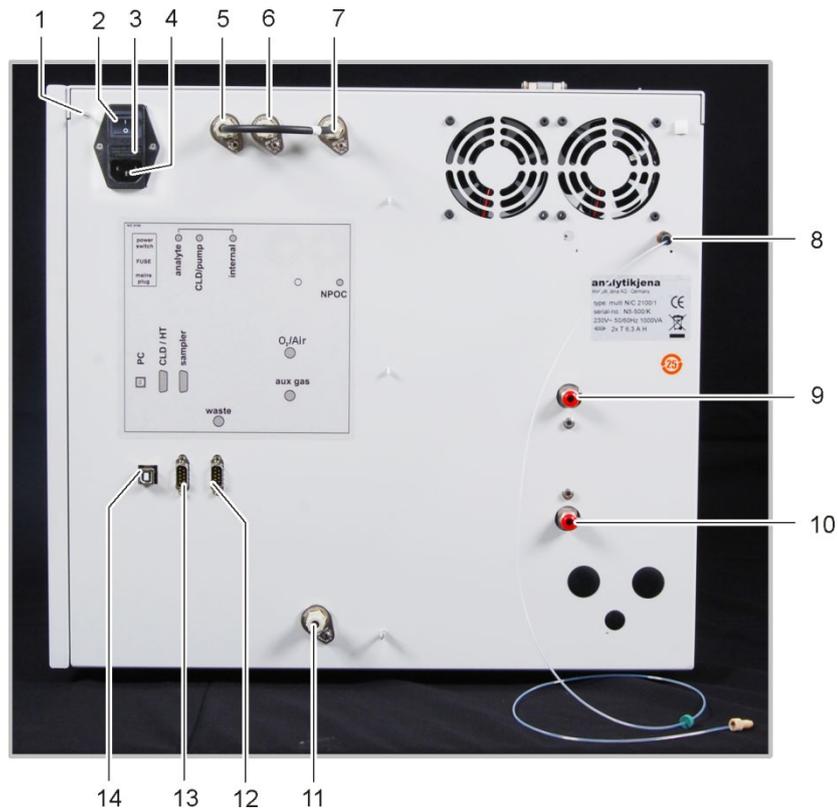
- 1 Interner Firmware-Controller
- 2 Gerätespannung
- 3 Ofenheizung
- 4 Ofen-Comperator (leuchtet bei zu hoher Temperatur)
- 5 Thermoelement (leuchtet bei defektem Thermoelement)

Abb. 16 LED-Leiste (rechte Tür geöffnet)

Hauptschalter, Schnittstellen, Gasanschlüsse auf der Geräterückseite

Hauptschalter, Netzanschluss, Gerätesicherung, Medienanschlüsse (Gase und Abfall) sowie die Schnittstellen für den Anschluss des PCs und der Zubehöre befinden sich auf der Rückseite des multi N/C 2100S.

Ein Schema in der Mitte der Rückseite erklärt die verschiedenen Anschlüsse.



- | | |
|---|---|
| 1 Anschluss des Nullleiters am Probengeber | 9 Anschluss für Trägergas "O ₂ /air" |
| 2 Hauptschalter zum Ein- und Ausschalten des Analysators | 10 Anschluss Hilfgas für pneumatisch angeschlossene Schleusen "aux gas" |
| 3 Lade für Netzsicherung | 11 Abfall "waste" |
| 4 Netzanschluss | 12 RS 232-Schnittstelle für den Probengeber "sampler" |
| 5 Gasanschluss "analyte" (mit Gasanschluss "internal" über eine Schlauchbrücke verbunden) | 13 RS 232-Schnittstelle für CLD und HT-Modul "CLD/HT" |
| 6 Gasanschluss "CLD/pump" | 14 USB-Schnittstelle für PC "PC" |
| 7 Gasanschluss "internal" | |
| 8 Anschluss NPOC-Ausblasgas "NPOC" | |

Abb. 17 Anschlüsse auf der Geräterückseite

Im Auslieferungszustand ist der Anschluss "internal" mit dem Anschluss "analyte" über eine Schlauchbrücke verbunden. Bei Anschluss eines Feststoffmoduls ist die Brücke zu entfernen und das Feststoffmodul anzuschließen.

Der Anschluss des Chemolumineszenzdetektors erfolgt über den Anschluss (CLD/pump).

Der Anschluss für Ausblasgas "NPOC" bleibt beim multi N/C 2100S pharma frei.

3.1.7 Zubehörteile

Für Messungen mit dem Analysator werden folgende Zubehörteile benötigt:

- Anschlussleitungen, Verbindungsschläuche
- geeignetes Abfallgefäß bzw. Abfluss
- Reagenzienflasche mit Auffangschale für Phosphorsäure H₃PO₄, 250 ml

Die Reagenzienflasche ist in der Auffangschale hinter der rechten Tür anzuordnen. Die Reagenzienflasche ist mit Sicherheitszeichen und der Bezeichnung des Inhaltes gekennzeichnet und ist vom Benutzer mit 10%iger Phosphorsäure zu füllen.

Die Phosphorsäure wird auch beim multi N/C 2100S pharma für die Initialisierung des Analysators benötigt und dient der Messgaswäsche nach der Verbrennung.

3.1.8 Erweiterungsmöglichkeiten für den Analysator

Probengeber	<p>Der Probengeber AS 60 wird auf dem Grundgerät mit zwei Innensechskantschrauben befestigt.</p> <p>Er ist sowohl für homogene als auch inhomogene partikelhaltige Proben geeignet. Jede Probe kann einzeln unmittelbar vor der Analyse gerührt werden. Die Rührgeschwindigkeit ist wählbar. Im NPOC-Modus können die Proben automatisch angesäuert und ausgeblasen werden.</p> <p>Das Standard Probenblett enthält 60 Positionen für 8 ml Gläschen. Bei Mangel an verfügbarem Probenmaterial kann ein 112er Tablett mit 1,8 ml HPLC Schnappdeckel-Vials zum Einsatz gebracht werden. Hier ist kein automatisches Ansäuern im NPOC-Betrieb möglich.</p>
Chemolumineszenzdetektor CLD	<p>Zur TN_b-Bestimmung kann an den Analysator multi N/C 2100S ein Chemolumineszenzdetektor (CLD) angeschlossen werden (siehe Abschnitt "Chemolumineszenzdetektor CLD" S. 27).</p>
Feststoffmodul HT 1300	<p>Die Erweiterung des Analysators multi N/C 2100S mit einem externen Feststoffmodul HT 1300 ermöglicht den katalysatorfreien Aufschluss fester Proben bei Temperaturen von bis zu 1300 °C im Keramik-Verbrennungsrohr. Die Keramikschieffchen ermöglichen die Einwaage großer Probenmengen (bis zu 3 g) um Probeninhomogenitäten auszugleichen.</p>
Double Furnace Feststoffmodul	<p>Das Verbrennungssystem des multi N/C 2100S ist durch einen speziellen Reaktor und Schleuse mit manuellem Vorschub zur Analyse geringer Mengen an Feststoffproben erweiterbar. Es werden Aufschlusstemperaturen von bis zu 950 °C erreicht. Der Aufschluss erfolgt katalysatorunterstützt.</p>
TIC-Feststoff-Modul	<p>Der TIC in festen Proben kann durch die Erweiterung des multi N/C 2100S mit dem TIC-Feststoff-Modul erfolgen. Große Probenmengen können in einem Erlenmeyerkolben eingewogen werden. Unter magnetischem Rühren auf einer Heizplatte wird die Probe mit Säure versetzt, um Carbonate und Hydrogencarbonate zu CO_2 zu zersetzen.</p> <p>Für den multi N/C 2100S pharma werden keine Feststoffmodule angeboten.</p>

3.2 Funktionsprinzip

Der Analysator multi N/C 2100S ist ein kompaktes und leistungsstarkes Gerät zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehaltes und/oder des Gesamtstickstoffgehaltes in wässrigen Proben.

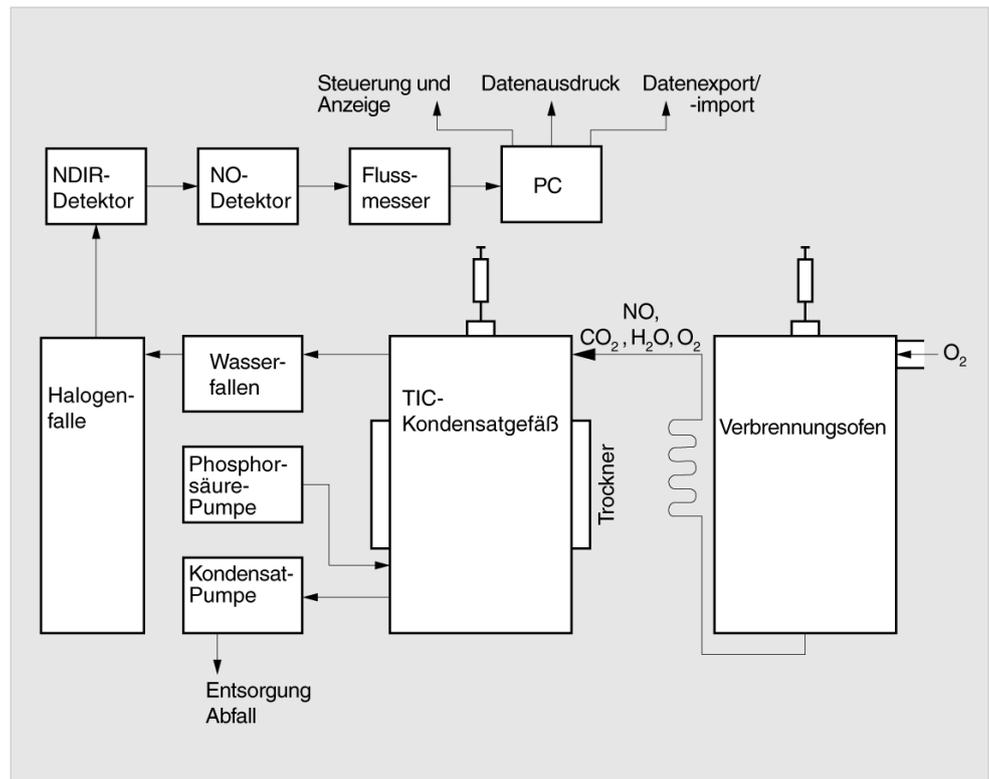
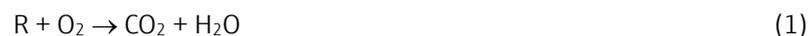


Abb. 18 Funktionsprinzip

Der Aufschluss erfolgt im multi N/C 2100S durch thermokatalytische Hochtemperaturoxidation in Gegenwart von Spezialkatalysatoren. Dadurch wird auch für sehr stabile, komplexe Kohlenstoff- und Stickstoffverbindungen ein quantitativer Aufschluss ermöglicht.

Das Probenaliquot wird direkt in die heiße Zone des gefüllten Reaktors (Verbrennungsrohr) dosiert. Dort erfolgt katalysatorunterstützt die Pyrolyse und Oxidation der Probe im Trägergasstrom (z. B. Gleichungen (1) - (3)). Das Trägergas dient gleichzeitig als Oxidationsmittel.



R ... kohlenstoffhaltige Substanz

Das Pyrolysegas wird in einer Kondensationsschlange gekühlt und kondensiertes Wasser im folgenden TIC-Kondensatgefäß vom Messgas getrennt. Nach weiterer Trocknung und Entfernung korrosiv wirkender Gase wird das Messgas CO_2 dem NDIR-Detektor bzw. NO dem NO-Detektor (CLD und ChD) zugeführt.

Anorganischer Kohlenstoff wird durch Injektion eines Probenaliquots in den sauren TIC-Reaktor und Austreiben des gebildeten CO₂ über den NDIR-Detektor bestimmt.

Die CO₂- bzw. NO-Konzentration wird mehrfach in der Sekunde erfasst. Aus dieser Signalabfolge wird ein Integral über die Zeit gebildet. Das Integral ist proportional zur Konzentration des Kohlenstoffs bzw. Stickstoffs in der Messlösung. Über eine zuvor ermittelte Kalibrierfunktion erfolgt dann die Berechnung des Kohlenstoff- bzw. Stickstoffgehalts in der Probe.

3.3 Messverfahren

Der Analysator multi N/C 2100S pharma ist ein Spezialmodell für die Bestimmung des Parameters TN_b.

Mit dem Analysator multi N/C 2100S können folgende Parameter als Summenparameter bestimmt werden.

- TC - gesamter Kohlenstoff (**T**otal **C**arbon)
- TOC - gesamter organischer Kohlenstoff (**T**otal **O**rganic **C**arbon)
- TIC - gesamter anorganischer Kohlenstoff (**T**otal **I**norganic **C**arbon)
- NPOC - nicht ausblasbarer (nicht flüchtiger) organischer Kohlenstoff (**N**on **P**urgeable **O**rganic **C**arbon)
- NPOC+ - nicht ausblasbarer organischer Kohlenstoff, bestimmt in einer Differenzmessung
- DOC - gelöster organischer Kohlenstoff (entspricht TOC nach Probenfiltration durch 0,45 µm Filter) (**D**issolved **O**rganic **C**arbon)
- TN_b - gesamter gebundener Stickstoff (**T**otal **N**itrogen)

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

3.3.1 TC-Analyse

Bei der TC-Analyse wird der gesamte in der Probe enthaltene Kohlenstoff, d. h. organisch und anorganisch gebundener Kohlenstoff sowie elementarer Kohlenstoff, erfasst.

Die Probe wird mit Hilfe einer Mikroliterspritze direkt in das Verbrennungsrohr dosiert, aufgeschlossen und das entstandene Kohlendioxid wird detektiert.

Parallel zur TC-Bestimmung ist die TN_b-Bestimmung möglich.

3.3.2 TOC-Analyse

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

Die TOC-Bestimmung erfolgt im Analysator nach der Differenzmethode, die sich durch folgende Gleichung (4) beschreiben lässt.

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

TOC ...	gesamter organischer Kohlenstoff
TC ...	gesamter Kohlenstoff
TIC ...	gesamter anorganischer Kohlenstoff

Aus derselben Probe werden nacheinander 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.

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

Parallel zur TOC-Bestimmung ist die TN_b -Bestimmung möglich.

3.3.3 TIC-Analyse

Bei der TIC-Analyse wird der gesamte anorganische Kohlenstoff aus Carbonaten und Hydrogencarbonaten sowie gelöstes CO_2 erfasst.

Cyanide, Cyanate, Isocyanate und Kohlenstoffpartikel werden nicht erfasst.

Zur Bestimmung des anorganischen Kohlenstoffs (TIC) wird ein Aliquot der Probe in den TIC-Reaktor dosiert und aufgeschlossen. Das CO_2 wird ausgetrieben und detektiert.

3.3.4 NPOC-Analyse

Bei der NPOC-Analyse wird der in der Probe enthaltene gesamte nicht ausblasbare organische Kohlenstoff erfasst.

Die Probe wird außerhalb des Analysators mit 2 N HCl angesäuert (pH 2) und das gebildete CO_2 ausgeblasen. Anschließend wird aus der so vorbereiteten Probe der verbleibende Kohlenstoff über die Verbrennung bestimmt.

Parallel zur NPOC-Bestimmung ist die TN_b -Bestimmung möglich.

Mit dem CO_2 werden auch leicht flüchtige organische Verbindungen ausgetrieben. Die NPOC-Analyse sollte nicht verwendet werden, wenn die Probe leicht ausblasbare organische Substanzen enthält.

3.3.5 NPOC-Analyse nach der Methode NPOC plus

Diese Methode ist speziell für die Bestimmung niedriger TOC-Gehalte in Proben mit hohen TIC-Gehalten oder einem hohen Anteil an gelöstem CO_2 geeignet. Allgemein wird für die Analyse solcher Proben die NPOC-Analyse empfohlen. Bei hohen und vor allem unbekanntem TIC-Gehalten sind jedoch mitunter sehr lange Zeiten ($t > 10$ min) zum vollständigen Ausblasen des CO_2 erforderlich.

Die Methode NPOC plus ist, vom Ablauf gesehen, eine Kombination von NPOC- und Differenzmethode.

Die Probe wird wie bei einer NPOC-Analyse außerhalb des Analysators mit 2 N HCl angesäuert (pH 2). Unmittelbar vor der Analyse der Probe wird der größte Teil des gebildeten Kohlendioxids extern ausgeblasen. Anschließend wird aus der so vorbereiteten Probe der organische Kohlenstoff (TOC) nach der Differenzmethode ermittelt.

Der mit dieser Methode ermittelte TIC-Wert ist nur eine Rechengröße und hat keine analytische Relevanz.

Parallel zur NPOC plus-Bestimmung ist die TN_b-Bestimmung möglich.

Leichtflüchtige organische Substanzen werden im ersten Schritt ebenfalls ausgetrieben und nicht mitbestimmt.

3.3.6 TN_b-Analyse

Parallel zu allen Analysen über die Hochtemperaturverbrennung ist die Bestimmung des gesamten gebundenen Stickstoffs in der TN_b-Analyse möglich. Durch die thermokatalytische Oxidation entstehen Stickoxide, die alternativ mit einem externen Chemolumineszenzdetektor (CLD) oder einem elektrochemischen Detektor (ChD) bestimmt werden können.

3.4 Katalysatoren

Als Katalysator oder Sauerstoffüberträger können im multi N/C 2100S verschiedene geeignete Feststoffe eingesetzt werden, die in einem Temperaturbereich von 700 °C bis 950 °C die Verbrennung der Inhaltsstoffe des Probenmaterials unterstützen.

Für den multi N/C 2100S wird die Verwendung des Platinkatalysators bei einer Reaktionstemperatur von 800 °C empfohlen. Um Verschleiß zu minimieren, wird bei hoher Salzmatrix (z. B. Meerwasser) eine Reduktion der Ofentemperatur auf unterhalb des Schmelzpunktes der Salze empfohlen. Dieser Katalysator wurde speziell entwickelt und ist universell über den gesamten Arbeitsbereich des multi N/C 2100S sowohl zur Kohlenstoff- als auch Stickstoffbestimmung einsetzbar. Durch seinen sehr niedrigen Eigenblindwert ermöglicht er einerseits eine sichere und präzise Analyse bei niedrigen Kohlenstoff- bzw. Stickstoffgehalten. Andererseits arbeitet er auch stabil bei der Analyse hoch belasteter Wässer.

Alternativ kann der Katalysator „Spezialkatalysator für multi N/C“ (CeO₂) bei einer Reaktionstemperatur von 850 °C eingesetzt werden.

3.5 Kalibrierung

3.5.1 Kalibrierstrategien

Mehrpunktkalibrierung mit konstantem Probenvolumen

Für die meisten Anwendungsfälle wird eine Mehrpunktkalibrierung mit **konstantem Probenvolumen** und variablen Konzentrationen durchgeführt.

Es werden die Konzentrationsreihen für die zu kalibrierenden Bereiche hergestellt und entsprechend den Einstellungen in der gewählten Methode vermessen. Der Kalibrierbereich sollte nach den zu erwartenden Probenkonzentrationen festgelegt werden.

Es kann über einen großen Konzentrationsbereich kalibriert werden.

Mehrpunktkalibrierung mit konstanter Konzentration

Es kann außerdem eine Mehrpunktkalibrierung mit variablen Dosiervolumina und konstanter Konzentration verwendet werden.

Es wird eine Standardlösung für den zu kalibrierenden Bereich hergestellt und diese entsprechend den Einstellungen in der gewählten Methode bei verschiedenen Volumina vermessen.

Die Kalibrierung sollte durch einen zweiten, unabhängig angesetzten Standard überprüft werden, um eine fehlerhafte Herstellung des Kalibrierstandards auszuschließen.

Für Messungen im Bereich niedriger Konzentrationen (< 10 mg/l) sollte der Blindwert des Ansatzwassers berücksichtigt werden.

Einpunktkalibrierung

Für niedrige TOC-Konzentrationen ist für den multi N/C 2100S eine Einpunktkalibrierung zulässig – der Geräteblindwert ist niedrig und der NDIR-Detektor linear.

Um die Fehlerquellen bei einer Einpunktkalibrierung durch eine fehlerbehaftete Standardherstellung zu minimieren, wird folgende Vorgehensweise empfohlen:

- Ansetzen von 3 Standards mit gleicher Konzentration
- Vermessen dieser Standards
- Ermitteln der Kalibrierkurve aus dem Mittelwert dieser Standards

Bei der Verwendung einer Einpunktkalibrierung sollte der Blindwert des Ansatzwassers berücksichtigt werden.

3.5.2 Tagesfaktor

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

Der Tagesfaktor wird nach der Gleichung (5) berechnet:

$$F = \frac{c_{soll}}{c_{ist}} \quad (5)$$

3.5.3 Kalibrierverfahren in multiWin

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 Kohlenstoffparameter können in einer Methode bis zu drei Kalibrierfunktionen hinterlegt werden. Die Zuordnung erfolgt automatisch.

Die Ermittlung der Kalibrierfunktion erfolgt bezogen auf die Masse *m* pro injizierte Probe. Es werden lineare bzw. quadratische Kalibrierfunktionen entsprechend der Gleichungen (6) und (7) durch Regressionsrechnung bestimmt.

$$c = (k_1 \times I_{Netto} + k_0)/V \quad (6)$$

$$c = (k_2 \times I_{Netto}^2 + k_1 \times I_{Netto} + k_0)/V \quad (7)$$

c ...	Sollkonzentration des Standards
V ...	Probenvolumen
I_{Netto} ...	Nettointegral
k_0, k_1, k_2 ...	Kalibrierkoeffizienten

Das Nettointegral ist das um das Ansatzwasser korrigierte Rohintegral.

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.

Es können bis zu 20 Kalibrierpunkte verwendet werden. Pro Kalibrierpunkt kann eine Zehnfachbestimmung durchgeführt werden. Die Ermittlung der Kalibrierfunktion kann aus den Mittelwerten der Wiederholmessungen oder aus allen Einzelbestimmungen erfolgen.

Die Wahl des geeigneten Kalibrierverfahrens trifft der Anwender.

TC/NPOC

Es wird der TC-Kanal kalibriert, für den Parameter TC direkt, für den Parameter NPOC nach Ausblasen.

Es werden Kalibrierfunktionen entsprechend den Gleichungen (6) bzw. (7) bestimmt, wobei gilt:

$$c_{TC} = f(I_{TC}) \quad (8)$$

Die ermittelten Parameter erscheinen in der Methode im Analysenkanal **TC**. Die Berechnung der Analysenergebnisse erfolgt nach der ermittelten Kalibrierfunktion.

TIC

Es wird der TIC-Kanal kalibriert. Es werden Kalibrierfunktionen entsprechend den Gleichungen (6) bzw. (7) bestimmt, wobei gilt:

$$c_{TIC} = f(I_{TIC}) \quad (9)$$

Die ermittelten Parameter erscheinen in der Methode im Analysenkanal TIC. Die Berechnung der Analysenergebnisse erfolgt nach der ermittelten Kalibrierfunktion.

TOC (Diff)

Allgemein werden bei Konzentrationen > 0,5 mg/l für die Kanäle TC und TIC separate Kalibrierfunktionen entsprechend den Gleichungen (6) bzw. (7) ermittelt. Es gelten die Gleichungen (8) und (9).

Die Berechnung von Analysenergebnissen erfolgt nach den ermittelten Kalibrierfunktionen für TC und TIC. Der TOC-Gehalt ergibt sich dann entsprechend der Gleichung (10).

$$c_{TOC} = c_{TC} - c_{TIC} \quad (10)$$

Die ermittelten Parameter erscheinen in der Methode in den Analysekanälen **TIC** und **TC**.

Die Kalibrierung erfolgt standardmäßig parallel meist mit Mischstandards (z.B. Carbonat/Hydrogencarbonat und Kaliumhydrogenphthalat oder Saccharose).

Die Kalibrierung des TIC- und TC-Kanals kann auch nacheinander mit getrennten Standards ausgeführt werden. Dies ist oft sinnvoll, wenn unterschiedliche Bereiche für den TC und TIC kalibriert werden sollen.

NPOC plus

Die Methode NPOC wird wie die Methode TOC (Diff) kalibriert. Dabei muss der TIC soweit ausgeblasen werden, dass die Anwendung der Differenzmethode sinnvoll wird.

- getrennte Kalibrierung von TIC- und TC-Kanal
- Messung von Proben und Berechnung der Analysenergebnisse
- Ausblasen der angesäuerten Probe (3 bis 5 min)
- Bestimmung des Rest-TIC-Gehaltes – Konzentration wird entsprechend Kalibrierkurve ermittelt
- Bestimmung des TC-Gehaltes – Konzentration wird entsprechend Kalibrierkurve ermittelt
- Berechnung des TOC-Gehaltes entsprechend der Gleichung (10) aus der ermittelten Konzentrationsdifferenz



BEACHTEN

Es bietet sich an, eine matrixabhängige Kalibrierung durchzuführen. Dazu wird ein Carbonatstandard im Bereich der zu erwartenden Probenkonzentration zugesetzt. Dies kommt dem Prinzip NPOC plus am nächsten.

Kalibrierung TN_b

Es wird der TN-Kanal kalibriert. Die ermittelten Kalibrierfunktionen entsprechen den Gleichungen (6) bzw. (7), wobei gilt:

$$c_{TN} = f(I_{TN}) \quad (11)$$

Die ermittelten Parameter erscheinen in der Methode im Analysenkanal **TN**.

3.5.4 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 Regressionskurve, 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.
Nachweisgrenze	Die Nachweisgrenze der Kalibrierung gibt die geringste Konzentration an, die mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit vom Nullpunkt unterschieden werden kann. Die Nachweisgrenze sollte in jedem Fall kleiner als der niedrigste Kalibriermesspunkt sein.
Erfassungsgrenze	Die Erfassungsgrenze der Kalibrierung gibt die geringste Konzentration an, für die mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit ein Nachweis möglich ist.
Bestimmungsgrenze	Die Bestimmungsgrenze der Kalibrierung gibt die geringste Konzentration an, die mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit quantitativ vom Nullpunkt unterschieden werden kann.

3.5.5 Weitere Berechnungen

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

Ausreißerselektierung	<p>Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin bietet die Möglichkeit einer automatischen Ausreißerselektierung. Bei der Methode kann eine maximale Grenze für einen Variationskoeffizienten oder auch für eine Standardabweichung eingegeben werden.</p> <p>Die in der Methode vereinbarte minimale Anzahl von Messungen wird durchgeführt. Liegt dann die Streuung der Messwerte über der vereinbarten Größe (SD oder VK), erfolgen weitere Injektionen aus derselben Probe, bis die vorgegebene maximale Anzahl von Messungen erreicht ist.</p> <p>Nach jeder Messung werden für alle Kombinationen der Messungen die Variationskoeffizienten bzw. die Standardabweichung ermittelt. Wenn der Variationskoeffizient bzw. die Standardabweichung mindestens einer Kombination kleiner als der vorgegebene maximale Variationskoeffizient bzw. die Standardabweichung ist, erfolgt keine weitere Messung mehr. Die Kombination von Messungen mit dem kleinsten Variationskoeffizienten bzw. der kleinsten Standardabweichung wird für die Ermittlung der Analyseergebnisse herangezogen. Die nicht verwendeten Messungen werden als Ausreißer angesehen und gestrichen.</p> <p>Werden Kohlenstoff und Stickstoff parallel bestimmt, erfolgt die Ausreißerselektierung für jeden Parameter getrennt.</p>
Mittelwert	Der Mittelwert des Endergebnisses wird aus den für die Einzelbestimmungen ermittelten Konzentrationen nach Eliminierung der Ausreißer berechnet.

3.6 Blindwerte

3.6.1 Wasserblindwerte

Wasser zum Ansatz von Standardlösungen
Ansatzwasserblindwert

Besonders für Messungen bei niedrigen TOC-Konzentrationen ($\mu\text{g/l}$ -Bereich) ist der TOC-Gehalt des Wassers zum Ansetzen der Standards oft nicht zu vernachlässigen. Die eingewogene Standardkonzentration und der TOC-Blindwert des Ansatzwassers liegen häufig in der gleichen Größenordnung. Dieser Blindwert kann in der Kalibrierung berücksichtigt werden.

Der TOC-Gehalt des Ansatzwassers wird separat vor der Kalibrierung gemessen. Das für das Ansatzwasser bestimmte mittlere Integral wird dann bei der Kalibrierung für jeden Messpunkt vom dafür ermittelten Integral (Bruttointegral) abgezogen.

$$I_{Netto} = I_{Brutto} - I_{Ansatzwasser} \quad (12)$$

Die Ermittlung der Kalibrierfunktion erfolgt aus den Nettointegralen. Mathematisch entspricht dies einer Parallelverschiebung der Kalibriergeraden.

Der Ansatzwasserblindwert wird bei der Bestimmung des Tagesfaktors berücksichtigt.

Wasser zum Verdünnen von Proben
Verdünnungsblindwert

Muss die Probe verdünnt werden, ist unter Umständen der Blindwert des Verdünnungswassers von Interesse. Dieser Wert kann separat bestimmt werden oder von Hand in multiWin eingegeben werden. Der Verdünnungsblindwert wird dann automatisch bei der Berechnung der Konzentration von verdünnten Proben berücksichtigt.

Dieser Wert kann sich mit der Zeit ändern und muss vor Beginn einer Messreihe neu bestimmt werden. Andernfalls wird der zuletzt eingetragene Wert verwendet.

Der Verdünnungsblindwert wird im multiWin immer auf 1 ml normiert angegeben.

Verwendung des Verdünnungsblindwertes

Für jede Messung wird aus dem Verdünnungsblindwert das tatsächliche Verdünnungswasserintegral (I_{VdBW}) entsprechend dem verwendeten Probenvolumen und dem Verdünnungsverhältnis berechnet (Gleichung (13)) und von dem experimentell bestimmten Rohintegral abgezogen (Gleichung (14)). Das für jede Messung ermittelte Rohintegral I_{Roh} wird um den Blindwert des verwendeten Verdünnungswassers korrigiert.

$$I_{VdBW} = V_{dBW} \times \left(V_{Probe} - \frac{N_P}{N_V} \times V_{Probe} \right) \quad (13)$$

$$I_{eff} = I_{Roh} - I_{VdBW} \quad (14)$$

V_{dBW}	Verdünnungsblindwert	I_{VdBW}	Verdünnungswasserintegral
V_{Probe}	Probenvolumen	N_P	Anzahl Einheiten der Primärprobe
I_{eff}	Effektivintegral	N_V	Anzahl Einheiten Verdünnung
I_{Roh}	Rohintegral		

Angabe der Verdünnung

Anteile der Primärprobe: in Gesamtanteilen (z. B. 10 Teile in 100 Teilen), d. h. z. B. 10 ml Primärprobe werden zu 100 ml Gesamtvolumen mit Verdünnungswasser aufgefüllt.

Für ein Verdünnungsverhältnis 1:1 ergibt sich $I_{VdBW} = 0$

Berechnung der Probenkonzentration

Zur Berechnung der Probenkonzentration c gehen das verwendete Probenvolumen und das Verdünnungsverhältnis ein (Gleichung (15)).

$$c = \frac{m}{V_{Probe}} \times \frac{N_V}{N_P} \quad (15)$$

Für die lineare Kalibrierfunktion (Gleichung (6)) ergibt sich dann die Gleichung (16).

$$c = \frac{k_1 \times I_{eff} + k_0}{V_{Probe}} \times \frac{N_V}{N_P} \quad (16)$$

Die für eine Probe bestimmten Integralwerte können einfach eingesetzt werden. Wurde die Primärprobe verdünnt und im multiWin das Verdünnungsverhältnis eingegeben, so wird im Analysenreport die Konzentration der Primärprobe angegeben.

Eluatblindwert

Der Eluatblindwert ist ein spezieller Blindwert für Proben aus der Reinigungsvalidierung oder Eluatherstellung. Er entspricht einem TOC-Gehalt des verwendeten Reinstwassers, welches z.B. zum Extrahieren/Eluieren von Swabs verwendet wurde.

Der Eluatblindwert wird in der Methode aktiviert und gilt somit als fester Methodenparameter. Er 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 Messserie neu bestimmt werden. Anderenfalls wird der zuletzt eingetragene Wert verwendet. Der Eluatblindwert wird im multiWin immer auf 1ml normiert angegeben.

Für die Durchführung einer Kalibrierung wird dieser Blindwert nicht berücksichtigt. Die Kalibrierung erfolgt mit herkömmlichen Standards bei denen lediglich der Ansatzwasserblindwert berücksichtigt wird.

Wird mit einer sogenannten Eluatmethode eine Probenmessung durchgeführt so wird das Integral des Blindwertes vom Integral der Probenmessung (abhängig vom Injektionsvolumen) abgezogen. (Gleichung (17))

$$I_{eff} = I_{Roh} - I_{EB} \quad (17)$$

I_{eff}	Effektivintegral
I_{Roh}	Rohintegral
I_{EB}	Eluatblindwert

3.6.2 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.

4 Erstinbetriebnahme

4.1 Standortanforderungen

4.1.1 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-, stickoxid- und staubarm sowie frei von Zugluft, ätzenden 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 linke Seitenwand 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!

4.1.2 Platzbedarf



BEACHTEN

Das externe Feststoffmodul und der Chemolumineszenzdetektor (CLD) sind rechts neben dem Analysator anzuordnen. Der Probengeber wird auf dem Analysator montiert.

Die Anordnung der anderen Komponenten kann den örtlichen Bedingungen angepasst werden.

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

4.1.3 Energieversorgung



VORSICHT

Der Analysator multi N/C 2100S darf nur an eine ordnungsgemäß geerdete Steckdose entsprechend der Spannungsangabe am Typenschild angeschlossen werden!

Der multi N/C 2100S 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.

4.1.4 Gasversorgung

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

Der Anschlussschlauch mit Außendurchmesser 6 mm und Innendurchmesser 4 mm wird mitgeliefert.

4.2 Analysator auspacken und aufstellen



BEACHTEN

Der Analysator multi N/C 2100S darf nur durch den Kundendienst der Analytik Jena GmbH oder durch von der Analytik Jena GmbH 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.

**BEACHTEN**

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 N/C 2100S erfolgt durch den Kundendienst der Analytik Jena GmbH oder durch 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.

5 Ergänzungsgeräte anschließen



VORSICHT

Schalten Sie vor dem Anschluss der Ergänzungsgeräte den Analysator aus. Schließen Sie Ergänzungsgeräte stets im ausgeschalteten Zustand an den multi N/C 2100S an!

5.1 Probengeber AS 60



VORSICHT

Achten Sie darauf, dass der Abfallschlauch nicht gequetscht wird.



BEACHTEN

Beachten Sie bei den Installationsarbeiten die Benutzeranleitung des AS 60!



Abb. 19 AS 60 auf dem Analysator multi N/C 2100S montiert

Schließen Sie den Probengeber wie folgt an den Analysator an:

1. Stellen Sie den Probengeber auf den Analysator.

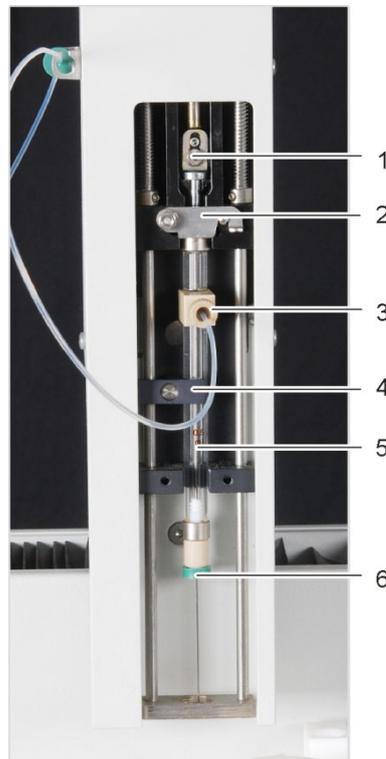


2. Befestigen Sie den Probengeber mit den beiliegenden Innensechskantschrauben oben auf dem Gehäuse des multi N/C 2100S an den dafür vorgesehenen Stellen abwechselnd mit einem Sechskantschraubendreher.

3. Schließen Sie den Probengeber entsprechend der Benutzeranleitung an die Stromversorgung an.
4. Schließen Sie das mitgelieferte serielle Datenkabel an die Schnittstelle "sampler" an der Geräterückseite des Analysators an (12 in Abb. 17 S. 29).
5. Schließen Sie das andere Ende des Datenkabels an die RS 232-Schnittstelle des Probengebers an (siehe Benutzeranleitung Probengeber).
6. Schließen Sie den mitgelieferten Abfallschlauch an das Spülgefäß des Probengebers und an den Abfallkanister des Analysators an.
7. Setzen Sie das Probentablett und das Spülgefäß auf die vorgesehene Stellfläche.

Spritze einbauen

Bauen Sie die Spritze wie folgt ein:



1. Nehmen Sie die zugehörige Spritze (ohne Skalierung, mit Anschluss für NPOC-Gas) aus der Verpackung.
 2. Schließen Sie die Spritze an den NPOC-Schlauch (3) an (nicht für multi N/C 2100S pharma)
 3. Schieben Sie das Septum (6) auf die Spritzenkanüle bis zur Überwurfmutter auf.
- Hinweis:** Über das Septum wird die Systemdichtigkeit für die septumfreie Schleuse während der Injektion gewährleistet.
4. Setzen Sie die Spritze in die Spritzenaufnahme und schließen Sie den Bügel (2).
 5. Fixieren Sie den Spritzenkolben mit der Fixierschraube (1).
 6. Schließen Sie den Fixierknebel (4) über dem Spritzenzylinder (5) und drücken Sie dabei leicht von unten gegen die Spritzenaufnahme.

7. Das Spritzenvolumen ist auf der Spritze angegeben und Sie müssen es später im multiWin mit dem Menübefehl KONFIGURATION ► OPTIONEN BEARBEITEN im Fenster OPTIONEN ► REGISTERKARTE GERÄTEKOMPONENTEN in der Gruppe SPRITZE im Listenfeld SPRITZENGROÖRE auswählen.

Konfiguration überprüfen

Prüfen Sie die Konfiguration über den Menübefehl APPARATUR ► SYSTEM-INFORMATION im Fenster SET-UP INFO. Ändern Sie ggf. die Konfiguration:

1. Beenden Sie das Programm multiWin.
2. Starten Sie auf der Windows Oberflächen unter START ► PROGRAMME ► MULTIWIN ► MULTIWIN SET-UP TOOL das SET-UP TOOL.
3. Wählen Sie in der Liste SAMPLER den Probengebertyp aus.
4. Verlassen Sie das SET-UP TOOL mit [CREATE].
5. Ändern Sie die Konfiguration im Fenster MULTIWIN SET-UP TOOL.

Vor dem ersten Start muss der Probengeber justiert werden (siehe Abschnitt "Probengeber justieren" S. 66). Sollte nach dem Initialisieren des Probengebers der Kolben nicht vollständig nach unten fahren, müssen Sie auch den Kolben justieren (siehe Abschnitt "Position Kolben justieren" S. 68).

5.2 Chemolumineszenzdetektor (CLD)

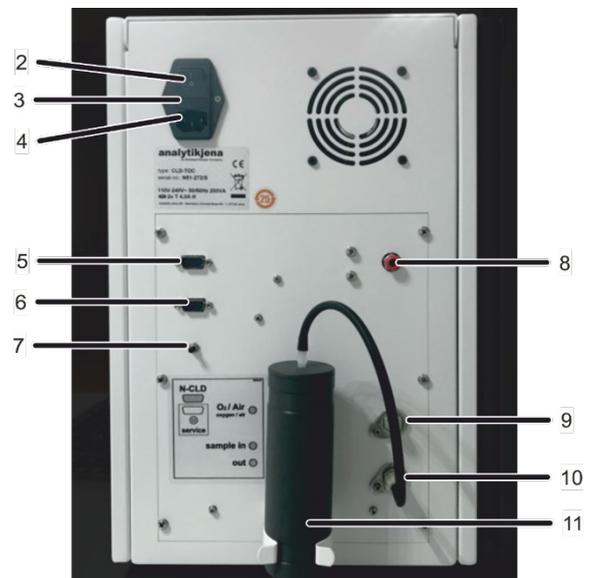


VORSICHT

Schalten Sie vor Anschluss der Ergänzungsgeräte den Analysator aus. Schließen Sie Ergänzungsgeräte elektrisch stets im ausgeschalteten Zustand an den multi N/C 2100S an!



- 1 LED an der Frontseite
- 2 Netzschalter
- 3 Sicherungslade
- 4 Netzanschluss
- 5 Serieller Anschluss zum Analysator
- 6 Service-Anschluss



- 7 Programmierschalter (nur für Service)
- 8 Anschluss Trägergas (O₂, synthetische/gereinigte Luft)
- 9 Gasanschluss Analysator "sample in"
- 10 Probenausgang (Gas) "out"
- 11 Adsorberpatrone (Entfernung von NO_x aus Abluft)

Abb. 20 CLD – Anzeigeelemente, Netzanschluss und Medienanschlüsse

Technische Daten

Detektionsprinzip	Chemolumineszenz Detektor
Parameter	TN _b (Gesamter gebundener Stickstoff)
Messbereich	0 – 200 mg/l TN _b
Detektionsgrenze	0,05 mg/l TN _b
Analysenzeit	3 - 5 min
Gas für Ozonerzeugung	Gasversorgung wie Grundgerät 60 ml/min, 4 – 6 bar
Abmessungen B x H x T	ca. 300 mm x 460 mm x 550 mm

Gewicht	ca. 12 kg
Anschluss	110 – 240 V AC 50/60 Hz
Absicherung	2 x T4,0 A H
mittlere typische Leistungsaufnahme	200 VA
Schnittstelle zum PC	RS 232
Funkentstörung (Elektromagnetische Verträglichkeit)	Übereinstimmung mit den Bestimmungen nach EN 55011 Gruppe 1, Klasse B funkentstört (nach EN 61326-1 zum Gebrauch in grundlegender elektromagnetischer Umgebung geeignet)



VORSICHT

Das aus trockenem Trägergas im Ozongenerator produzierte Gas Ozon (O₃) wird bei bestimmungsgemäßer Verwendung des Analysators in dem nachgeschalteten Ozonzerstörer vernichtet. Die mögliche auftretende Konzentration ist zudem unbedenklich: Verschiedene Sicherheitsmaßnahmen führen zur automatischen Abschaltung des Ozongenerators.

Tritt im CLD Ozongeruch auf, schalten Sie das Gerät sofort ab und benachrichtigen Sie den Service der Analytik Jena GmbH.

Montage am Analysator

Schließen Sie den Chemolumineszenzdetektor wie folgt an den Analysator an:

1. Stellen Sie den Chemolumineszenzdetektor rechts neben dem Analysator auf.
2. Schließen Sie an dem Anschluss mit Schnellkopplung (8 in Abb. 20 S. 45) das Trägergas an.
3. Stellen Sie den Gasanschluss zwischen CLD und multi N/C 2100S her:
 - CLD –Anschluss 9 in Abb. 20, Analysator-Anschluss 6 in Abb. 17 S. 29
4. Verbinden Sie die entsprechende serielle Schnittstelle "CLD/HT" an der Geräterückseite des Analysators (13 in Abb. 17) über das mitgelieferte serielle Datenkabel mit der RS 232-Schnittstelle des Chemolumineszenzdetektors (5 in Abb. 20).
5. Schalten Sie den CLD ein.
 - ✓ Die Lampe an der Frontseite des CLD zeigt Betriebsbereitschaft an.
6. Prüfen Sie die Konfiguration über den Menübefehl APPARATUR ► SYSTEM-INFORMATION im Fenster SET-UP INFO. Ändern Sie ggf. die Konfiguration:
 - Beenden Sie das Programm multiWin.
 - Starten Sie auf der Windows Oberflächen unter START ► PROGRAMME ► MULTIWIN ► MULTIWIN SET-UP TOOL das SET-UP TOOL.
 - Wählen Sie in der Liste DETEKTOR die Option CLD aus.
 - Verlassen Sie das SET-UP TOOL mit [CREATE].
 - Ändern Sie die Konfiguration im Fenster MULTIWIN SET-UP TOOL.

5.3 Externes Feststoffmodul HT 1300 (nicht für multi N/C 2100S pharma)



VORSICHT

Schalten Sie vor Anschluss der Ergänzungsgeräte den Analysator aus. Schließen Sie Ergänzungsgeräte elektrisch stets im ausgeschalteten Zustand an den multi N/C 2100S an!



BEACHTEN

Beachten Sie bei sämtlichen Installationsarbeiten die Benutzeranleitung des Feststoffmoduls!

Schließen Sie das externe Feststoffmodul wie folgt an den Analysator an:

1. Stellen Sie das externe Feststoffmodul rechts neben dem Analysator auf.
2. Entfernen Sie an der Rückwand des Analysators die Schlauchbrücke zwischen den Anschlüssen "analyte" und "internal" (5 u. 7 in Abb. 17 S.29).
3. Koppeln Sie das Feststoffmodul und den Analysator an die Gasanschlüsse an:
 - Verbinden Sie den Anschluss "analyte" am Feststoffmodul mit dem Anschluss "analyte" an der Rückwand des Analysators (5 in Abb. 17).
 - Verbinden Sie den Anschluss "pump" am Feststoffmodul mit dem Anschluss "pump" an der Rückwand des Analysators (6 in Abb. 17).
4. Schließen Sie das mitgelieferte serielle Datenkabel an die serielle Schnittstelle "CLD/HT" (13 in Abb. 17) an der Rückwand des Analysators an.
5. Schließen Sie das andere Ende des Datenkabels an die RS 232-Schnittstelle des Feststoffmoduls an.
6. Aktivieren Sie in der Software das Feststoffmodul:
 - Rufen Sie mit dem Menübefehl KONFIGURATION ► OPTIONEN BEARBEITEN das Fenster OPTIONEN ► Karte GERÄTEKOMponenten auf.
 - Aktivieren Sie in der Gruppe OFEN die Option EXTERNER OFEN.

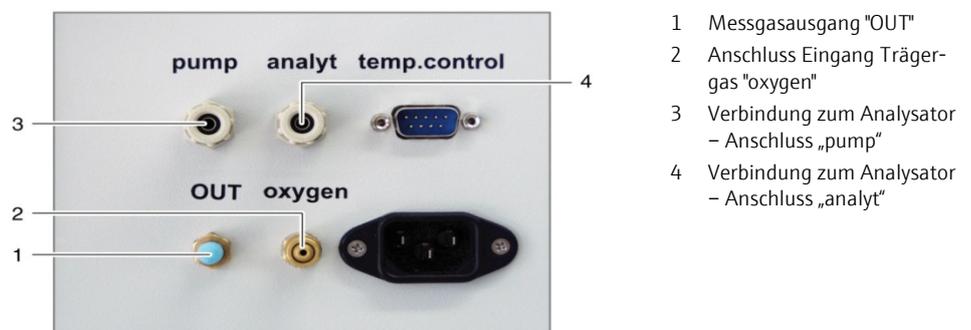


Abb. 21 Medienanschlüsse an der Rückwand des Feststoffmoduls

6 Bedienung

6.1 Allgemeine Hinweise zur Analysenarbeit

Beachten Sie bei der Analysenarbeit Folgendes:

- Bei der Analyse stark saurer, salzhaltiger Proben kann es im TIC-Kondensatgefäß zu Aerosolbildung kommen. Die Kapazität der Halogenfalle ist dann relativ schnell erschöpft. Außerdem setzt sich die Aerosolfalle schnell zu. Beide Komponenten müssen dann häufig erneuert werden. Wenn möglich sollten solche Proben vor der Messung verdünnt werden (z. B. 1:10).
- Bei sehr starker Aerosolbildung wird der Analysator sofort durch die eingebaute Aerosolfalle (Wasserfalle) geschützt und die Trägergaszufuhr unterbrochen. Zusätzlich ist zum Schutz des Analysators die große Wasserfalle aus dem Anschluss zum TIC-Kondensatgefäß zu ziehen.
- Zum Ansäuern von Proben ist ausschließlich Salzsäure (HCl) p. A. c = 2 mol/l, hergestellt aus HCl p. A. (konz.) und TOC-Wasser zu verwenden.
- Zur TIC-Bestimmung ist ausschließlich ortho-Phosphorsäure (H₃PO₄) zu verwenden, hergestellt aus ortho-Phosphorsäure (konzentriert) p. A. und TOC-Wasser:
10 %ige Phosphorsäure für automatische Dosierung
- Es darf pro Injektion nur das maximal angegebene Probenvolumen von 500 µl aufgegeben werden. Die Probenaufgabe darf erst nach Aufforderung multiWin und nur in den vorgegebenen Abständen erfolgen.
- Zum Ansetzen und Aufbewahren der Lösungen sind nur saubere, partikelfreie Glasgefäße (Messkolben, Probengefäße) zu verwenden.
- Beim Ansetzen und der Lagerung von Lösungen im Bereich von < 1 mg/l ist besonders darauf zu achten, dass die Lösungskonzentrationen durch Bestandteile der Laborluft (CO₂, organische Dämpfe) leicht verändert werden können. Dagegen treffen Sie folgende Vorsorgemaßnahmen:
 - Halten Sie den Kopfraum über den Flüssigkeiten möglichst klein.
 - Decken Sie im Probengeberbetrieb die Probengefäße auf dem Probentablett mit Folie ab (Differenzmodus).
 - Beseitigen Sie die Quelle für organische Dämpfe.

6.2 Analysator einschalten (Standardinbetriebnahme)



VORSICHT

Für den Messvorgang wird konzentrierte Phosphorsäure benötigt! Phosphorsäure kann bei Kontakt schwere Haut- und Augenverletzungen verursachen!

Tragen Sie beim Umgang mit konzentrierter Phosphorsäure Schutzhandschuhe und Schutzbrille!



BEACHTEN

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

Ersetzen Sie die gesamte Füllung der Halogenfalle, wenn die Hälfte der Kupferwolle schwarz verfärbt oder die Messingwolle verfärbt ist!

Kontrollieren Sie vor dem Einschalten des Analysators stets Folgendes:

- Der Abfallschlauch ist an den Abfallkanister angeschlossen, freier Ablauf ist gewährleistet und die Kapazität des Abfallgefäßes ist ausreichend.
- Die Gasversorgung ist vorschriftsmäßig angeschlossen und der Vordruck beträgt 4 bis 6 bar.
- In der Reagenzienflasche ist genügend Phosphorsäure vorhanden (0,5 ml pro TIC-Bestimmung).
- Die Halogenfalle ist angeschlossen, mit Kupfer- und Messingwolle gefüllt und noch gebrauchsfähig (siehe Sicherheitshinweis oben).
- Die Schläuche im Analysator sind ordnungsgemäß angeschlossen und in Ordnung.

Kontrollieren Sie ggf., ob weitere optionale Komponenten vorschriftsmäßig angeschlossen sind:

- Probengeber
- Chemolumineszenzdetektor (CLD)
- Externes Feststoffmodul HT 1300

Stellen Sie eine Probe bereit und schalten Sie den Analysator wie folgt ein:

1. Öffnen Sie das Ventil am Druckminderer der Gasversorgung.
2. Schalten Sie den PC ein.
3. Schalten Sie ggf. weitere Komponenten ein (siehe Benutzeranleitung der jeweiligen Komponente):
 - Probengeber
 - Chemolumineszenzdetektor (CLD)
 - externes Feststoffmodul HT 1300
4. Schalten Sie den Analysator am Hauptschalter ein.
 - ✓ Die LED an der linken Fronttür leuchtet grün.
5. Starten Sie nach 30 s die Steuer- und Auswertesoftware multiWin am PC und melden Sie sich mit Benutzername und Passwort an.
6. Bestätigen Sie ggf. die Abfrage ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN mit [JA].
 - ✓ Nach erfolgreicher Anmeldung erfolgen die Initialisierung und Abfrage der Komponenten.



BEACHTEN

Im Fenster SYSTEM-STATUS werden während der Zeit der Initialisierung die Anzeigen der noch nicht betriebsbereiten Komponenten rot dargestellt. Während der Einlaufphase des Analysators ist die Kommunikation von außen mit dem Programm gesperrt.

Die einzelnen Komponenten benötigen unterschiedliche Einlaufzeiten:

- NDIR-Detektor ca. 10 Minuten Einlaufzeit
- Ofen ca. 10 Minuten Aufheizdauer
- CLD ca. 20 Minuten Warmlaufzeit

Der Messgasfluss erreicht den Sollwert (160 ± 10 ml/min) nach ca. 1 bis 2 Minuten.

7. Ist der Analysator nach 30 Minuten nicht messbereit (eine oder mehrere Komponenten sind im Fenster SYSTEM-STATUS noch rot dargestellt), überprüfen Sie die Schlauchverbindungen und führen Sie entsprechend den Hinweisen im Abschnitt "Störungsbeseitigung" S. 93 eine Fehlersuche durch.

Ggf. sind entsprechend der Messaufgabe bzw. nach Wartungsarbeiten oder nach Austausch von Komponenten weitere Tätigkeiten zur Inbetriebnahme erforderlich:

8. Justieren Sie nach jedem Spritzenwechsel und nach jeder Manipulation an den Schleusen (z. B. Katalysatorwechsel, Wartungsarbeiten) den Probengeber neu bzw. überprüfen Sie die Justierung (siehe Abschnitt "Probengeber justieren" S. 66).
9. Geben Sie nach jedem Spritzenwechsel die Spritzengröße ein:
 - Öffnen Sie mit dem Menübefehl KONFIGURATION ► OPTIONEN BEARBEITEN das Fenster OPTIONEN ► Karte GERÄTEKOMPONENTEN.
 - Wählen Sie im Listenfeld SPRITZENGRÖÖE das Spritzenvolumen aus.
10. Stellen Sie ggf. den NPOC-Ausblasfluss ein (siehe Abschnitt "NPOC-Ausblasfluss einstellen" S. 69).

Hinweis:

Der NPOC-Ausblasfluss ist auf ca. 100 ml/min voreingestellt. Dieser Fluss ist sowohl für Messungen mit dem Probengeber als auch für Messungen mit manueller Probenaufnahme geeignet. Der NPOC-Ausblasfluss kann je nach Messaufgabe vergrößert oder verringert werden.

6.3 Kalibrierung durchführen

6.3.1 Kalibrierung vorbereiten und starten

Die Steuer- und Auswertesoftware multiWin bietet die Möglichkeit, die Analytik über die Auswahl der Methoden individuell an die Messaufgabe anzupassen. Eine optimale Messung mit der zugehörigen Methode benötigt ihre eigene Kalibrierung für jeden Analysenparameter und jeden Messkanal. Es müssen nicht zwingend alle Parameter kalibriert werden.

Für jeden Parameter können pro Methode drei Kalibrierfunktionen hinterlegt werden.

Führen Sie die Kalibrierung wie folgt durch:

1. Wählen Sie im Fenster SYSTEM-STATUS die Arte der Probenzufuhr.
 - ✓ Die Initialisierung des Analysators erfolgt.
2. Rufen Sie den Menübefehl MESSUNG ► KALIBRIERUNG auf.
3. Entscheiden Sie in der folgenden Abfrage, ob Sie die zu kalibrierende Methode auswählen oder eine bereits bestehende Kalibriertabelle laden wollen. Folgen Sie den weiteren Anweisungen auf dem Bildschirm.
 - ✓ Nach dem Laden der zu kalibrierenden Methode bzw. nach dem Öffnen einer bestehenden Kalibriertabelle wird das Fenster KALIBRIERUNG – DATEN ZUR NEUEN KALIBRIERUNG geöffnet.

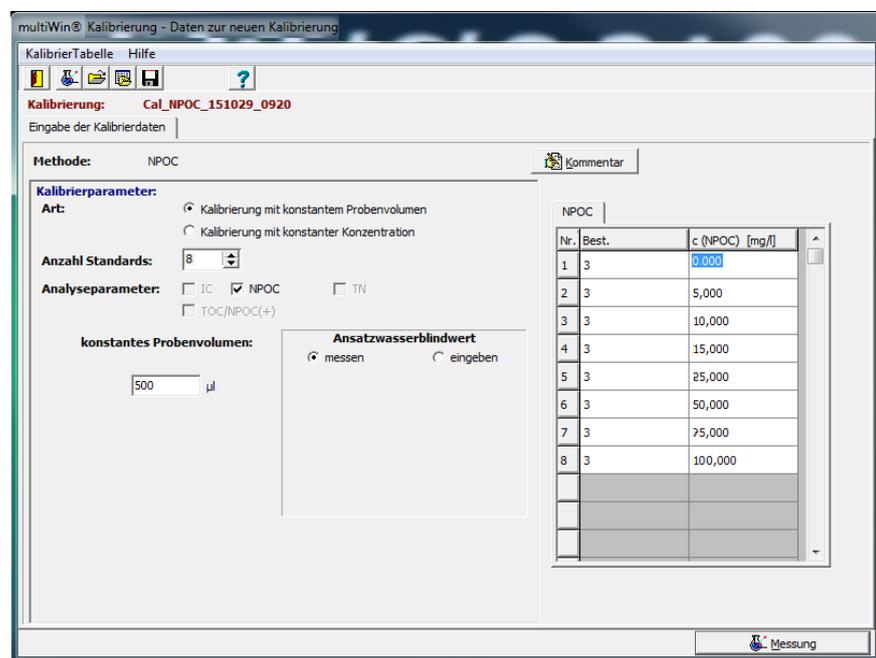


Abb. 22 Fenster KALIBRIERUNG- DATEN ZUR NEUEN KALIBRIERUNG

4. Wählen Sie in der Gruppe KALIBRIERPARAMETER die Kalibrierart aus.

Hinweis:

Es sollten vorzugsweise Mehrpunktkalibrierungen mit konstantem Probenvolumen und variablen Konzentrationen durchgeführt werden. In das Eingabefeld konstantes Probenvolumen wird automatisch das in der Methode eingestellte Volumen eingetragen. Eine Änderung ist nur erforderlich, wenn das zu kalibrierende Volumen von dem in der Methode eingestellten Volumen abweicht.

Für Kalibrierung mit konstanter Konzentration ist die entsprechende Konzentration des bereitgestellten Standards in das Eingabefeld einzugeben.

5. Geben Sie im Eingabefeld ANZAHL STANDARDS die Anzahl der Kalibrierpunkte ein.
6. Wählen Sie die zu kalibrierenden ANALYSEPARAMETER der geladenen Methode aus.

Hinweis:

Es müssen nicht zwingend alle Parameter kalibriert werden. Für die Kalibrierung des Parameters NPOC plus und Konzentrationen > 0,5 mg/l sind die Parameter IC und TC einzeln zu aktivieren.

Die Kalibrierung für den Parameter TOC/NPOC plus ist dann anzuwenden, wenn im Konzentrationsbereich < 0,5 mg/l gearbeitet werden soll. Hier ist im Allgemeinen eine Einpunktkalibrierung ausreichend.

7. Unter PROBENGEBUNG wird die Art der Probenzufuhr angezeigt. Die Anzeige dient nur der Information und ist hier nicht zu ändern.

8. Wählen Sie in der Gruppe ANSATZWASSER aus, wie die Berücksichtigung des Ansatzwasserblindwerts der Standards erfolgen soll.

■ Auswahlfeld MESSEN:

Der Gehalt des Ansatzwassers wird separat unmittelbar vor der Kalibrierung gemessen. Dazu ist auf dem Probengeber auf der ersten Position ein Gefäß mit Ansatzwasser bereitzustellen. Bei manueller Probenaufgabe wird zuerst zur Bereitstellung des Ansatzwassers aufgefordert.

■ Auswahlfeld EINGEBEN:

Der Gehalt des Ansatzwassers kann als Wert eingegeben werden.

Hinweis:

Der Ansatzwasserblindwert muss auf 1 ml normiert angegeben werden. Wird der Ansatzwasserblindwert nicht berücksichtigt, geben Sie im Eingabefeld eine 0 ein.

9. Füllen Sie die Kalibriertabelle für jeden zu kalibrierenden Parameter entsprechend der bereitgestellten Standardlösungen aus.

Hinweis:

In der Spalte BESTIMMUNGEN wird automatisch die in der Methode eingestellte Anzahl von Wiederholmessungen eingetragen. Ist in der Methode die Ausreißerselektierung aktiviert, wird die maximale Anzahl eingetragen. Die Anzahl der Wiederholmessungen kann individuell für jeden Standard manuell geändert werden.

10. Speichern Sie ggf. die Kalibriertabelle mit den Menübefehlen KALIBRIERTABELLE ► KALIBRIERTABELLE SPEICHERN bzw. KALIBRIERTABELLE ► KALIBRIERTABELLE SPEICHERN UNTER.

Hinweis:

Kalibriertabellen erhalten automatisch die Erweiterung *.kaltab und werden unter ...\\Calibration\\Tables abgelegt.

11. Klicken Sie auf die Schaltfläche [MESSUNG] und folgen Sie den weiteren Anweisungen auf dem Bildschirm.

Hinweis:

Je nach gewählter Methode und Art der Probenaufgabe erscheinen weitere Abfragen bzw. das Fenster AKTUELLE PROBENDATEN (nur bei Probenaufgabe mit Probengeber) wird geöffnet.

Pos.	Freischaltung	Status Probe	Proben-ID	Methode	Dimension	Probentyp	Probenvolumen	Bl
Q (49)								
1	⊘	Probe bereit	Cal_NPOC_120605_1503_Konz01	NPOC	c: mg/l	Kalibrierung	5000µl	5
2	⊘	Probe bereit	Cal_NPOC_120605_1503_Konz02	NPOC	c: mg/l	Kalibrierung	5000µl	5
3	⊘	Probe bereit	Cal_NPOC_120605_1503_Konz03	NPOC	c: mg/l	Kalibrierung	5000µl	5
4	⊘	Probe bereit	Cal_NPOC_120605_1503_Konz04	NPOC	c: mg/l	Kalibrierung	5000µl	5
5	⊘	Probe bereit	Cal_NPOC_120605_1503_Konz05	NPOC	c: mg/l	Kalibrierung	5000µl	5
6	⊘	Probe bereit	Cal_NPOC_120605_1503_Konz06	NPOC	c: mg/l	Kalibrierung	5000µl	5
7	⊘	Probe bereit	Cal_NPOC_120605_1503_Konz07	NPOC	c: mg/l	Kalibrierung	5000µl	5
8	⊘	Probe bereit	Cal_NPOC_120605_1503_Konz08	NPOC	c: mg/l	Kalibrierung	5000µl	5
9								
10								
11								
12								
13								
14								
15								
16								
17								

Abb. 23 Fenster AKTUELLE PROBENDATEN (bei Betrieb mit Probengeber)

12. Schalten Sie die Kalibrierstandards im Fenster AKTUELLE PROBENDATEN frei und verlassen Sie das Fenster mit der Schaltfläche [✓].

13. Klicken Sie nach dem Öffnen des Fensters MESSUNG auf die Schaltfläche [START F2].

- ✓ Der Kalibriervorgang beginnt.

6.3.2 Anzeige der Kalibrierergebnisse

Nach Abarbeitung aller Kalibriermessungen wird der Kalibrierreport im Fenster KALIBRIERUNG – DATEN ZUR DURCHGEFÜHRTEN KALIBRIERUNG automatisch geöffnet und kann bearbeitet werden. Der Kalibrierreport kann auch später über mit dem Menübefehl DATENAUSWERTUNG ▶ KALIBRIERREPORT ▶ AUSWAHL KALIBRIERREPORT geöffnet werden.

Das Fenster KALIBRIERUNG – DATEN ZUR DURCHGEFÜHRTEN KALIBRIERUNG verfügt über die Karte KALIBRIERDATEN und die Karte KALIBRIERERGEBNISSE.

Die Karte KALIBRIERDATEN zeigt die Einstellungen zur Kalibrierung an. Über die Schaltfläche [KOMMENTAR] können Sie eine Notiz eingeben. Mit [SIGNIEREN] signieren Sie die Kalibrierung. In multiWin pharma können nur Kalibrierungen mit dem Signierstatus "freigegeben" mit einer Methode verknüpft werden. Die Karte KALIBRIERERGEBNISSE stellt die Ergebnisse für jeden kalibrierten Parameter zusammen.

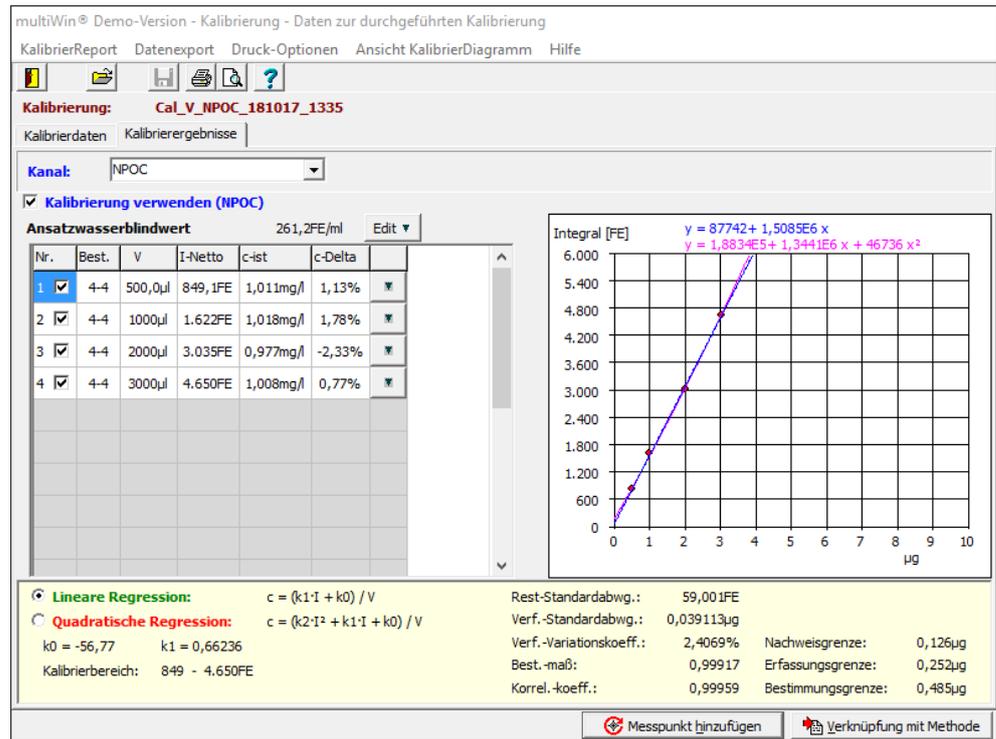


Abb. 24 Fenster KALIBRIERUNG – DATEN ZUR DURCHGEFÜHRTEN KALIBRIERUNG

Registerkarte Kalibrierer-
gebnisse

Element	Beschreibung
Ergebnistabelle	angezeigt werden: <ul style="list-style-type: none"> Anzahl der Bestimmungen eingesetzte Sollkonzentration bei konstantem Probenvolumen verwendetes Probenvolumen bei konstanter Konzentration Mittelwerte der Flächenintegrale Mittelwerte der berechneten Konzentrationen prozentuale Abweichung der berechneten Konzentration und der Sollkonzentration
Lineare Regression/ Quadratische Regression	In Abhängigkeit von der ausgewählten Methodik erfolgen die Regressionsrechnung und die Ermittlung der Verfahrenskennndaten aus Einzelwerten bzw. Mittelwerten der Nettointegrale. Für den ausgewählten Regressionstyp werden die jeweiligen Kalibrierkoeffizienten angezeigt.
Kalibrierdiagramm	Der Regressionsgraph kann für die programminterne Ermittlung der Kalibrierkoeffizienten (x-Achse - Integral; y-Achse - Masse) bzw. für die Ermittlung der Verfahrenskennndaten (x-Achse - Masse; y-Achse - Integral) angezeigt werden. Die Ansicht kann im Menü ANSICHT ► KALIBRIERDIAGRAMM umgeschaltet werden.

Verfahrenskenndaten

Nachweis-/Erfassungs- und Bestimmungsgrenze:

Im multiWin werden die Berechnungsvorschriften der DIN 32645 (Kalibrierfunktion) mit einem Signifikanzniveau von $P = 95\%$ verwendet.

Für die Berechnung der Bestimmungsgrenze wird eine relative Ergebnisunsicherheit von $33,3\%$ angenommen (Faktor $k = 3$).

Weitere Verfahrenskenndaten siehe auch Abschnitt "Verfahrenskenndaten" S. 37.

6.3.3 Bearbeiten einer vorhandenen Kalibrierung

**BEACHTEN**

Kalibrierkoeffizienten, Verfahrenskenndaten und Regressionsgraph werden nach jeder Änderung neu berechnet und dargestellt.

Folgende Punkte können bei einer Kalibrierung bearbeitet werden:

- Auswahl des Regressionstyps
Es kann zwischen linearer und quadratischer Regression gewählt werden. Für den ausgewählten Regressionstyp werden die jeweiligen Kalibrierkoeffizienten und Verfahrenskenndaten angezeigt.
- Deaktivieren einzelner Messpunkte
Alle durch (✓) in der Spalte NR. aktivierten Messpunkte in der Ergebnistabelle gehen in die Regressionsrechnung ein. Ein Messpunkt kann durch Entfernen des (✓) deaktiviert werden (in Spalte NR. klicken).
- Deaktivieren einzelner Messwerte
Durch Anklicken der Schaltfläche am Ende jeder Zeile der Ergebnistabelle können die Einzelmesswerte eingesehen werden (siehe Abb. 25). Einzelne Messwerte können durch Entfernen des (✓) in der Spalte VERWENDEN deaktiviert werden.

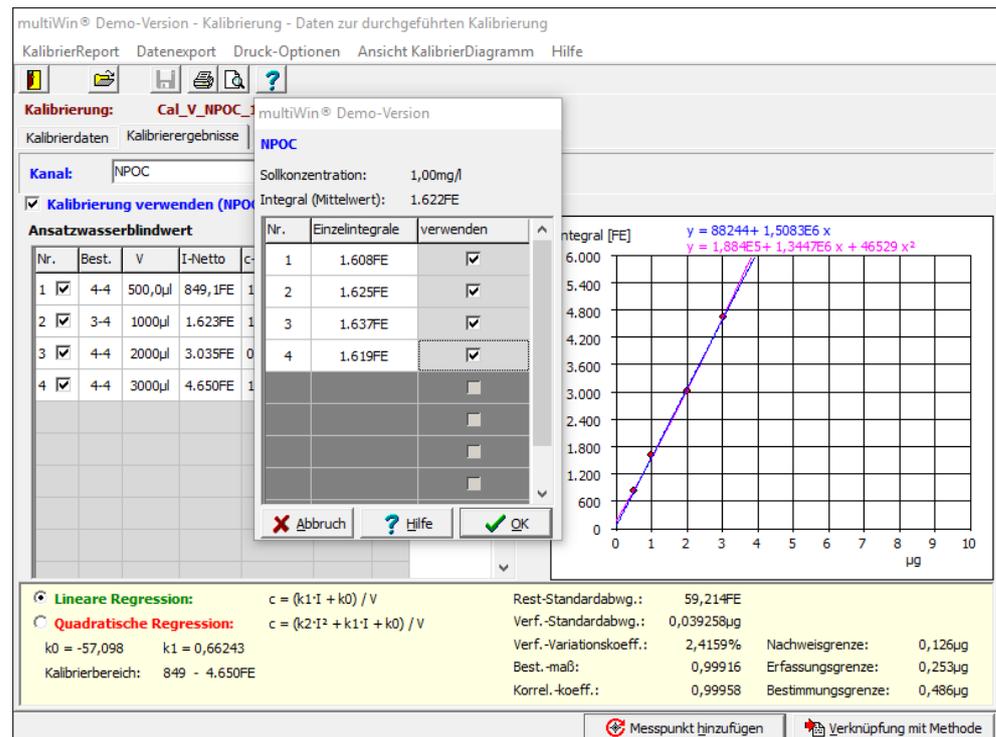


Abb. 25 Einzelne Messwerte einer Kalibrierung deaktivieren

- Messwerte für Ansatzwasser aktivieren/deaktivieren
Die einzelnen Messwerte, die für das Ansatzwasser bestimmt wurden, können durch Klicken auf die Schaltfläche [EDIT] betrachtet und für die Auswertung der Kalibrierung aktiviert/deaktiviert werden.
- Messpunkte hinzufügen
Eine vorhandene Kalibrierung kann um zusätzliche Messpunkte erweitert werden. Führen Sie eine Messung mit derselben Methode durch (als Probenotyp Kalibrierung auswählen und die Sollkonzentration eingeben) und wählen Sie über die Schaltfläche [MESSPUNKT HINZUFÜGEN] den entsprechenden Analysenreport aus.

Hinweis:

Messpunkte können nur einzeln hinzugefügt werden.

6.3.4 Kalibrierparameter in eine Methode übernehmen

Übernehmen Sie die Kalibrierparameter für eine Methode wie folgt:

1. Wählen Sie einen entsprechenden Kalibrierbereich für die jeweiligen Parameter (z.B. NPOC/TN) aus.

Hinweis:

Es können bis zu drei lineare Kalibrierbereiche pro Parameter in einer Methode hinterlegt werden. Dabei ist darauf zu achten, dass die Bereiche ineinander übergehen sollten und keine Lücke aufweisen! Bei der Auswertung mit quadratischer Kalibrierfunktion kann nur ein Kalibrierbereich mit der Methode verknüpft werden.

2. Aktivieren Sie für jeden ausgewählten Kalibrierbereich sowie Analysenparameter, welcher übernommen werden soll, das Feld KALIBRIERUNG VERWENDEN durch (✓).

Hinweis:

Es müssen nicht alle kalibrierten Parameter in die Methode übernommen werden.

3. Klicken Sie auf die Schaltfläche [VERKNÜPFUNG MIT METHODE].
4. Beantworten Sie die nachfolgende Abfrage „Mit der kalibrierten Methode verknüpfen?“:
 - [JA] die Verknüpfung erfolgt mit der kalibrierten Methode (Regelfall)
 - [NEIN] die Kalibrierparameter werden mit der ausgewählten Methode verknüpft

Hinweis:

Eine Überprüfung hinsichtlich der Methodenparameter der Kalibrierung und der ausgewählten Methode erfolgt nicht! Der Benutzer muss in jedem Fall entscheiden, ob eine solche Vorgehensweise auf die konkret vorliegende analytische Fragestellung anwendbar ist.

5. Im sich öffnenden Fenster VERKNÜPFUNG MIT METHODE: XXX werden die bisher aktuellen Kalibrierkoeffizienten (rechte Spalte) und die neu ermittelten Kalibrierkoeffizienten (linke Spalte) dargestellt und können verglichen werden.

Hinweis:

Die Anzeige der entsprechenden Parameter (z.B. NPOC/TN) kann gewechselt werden

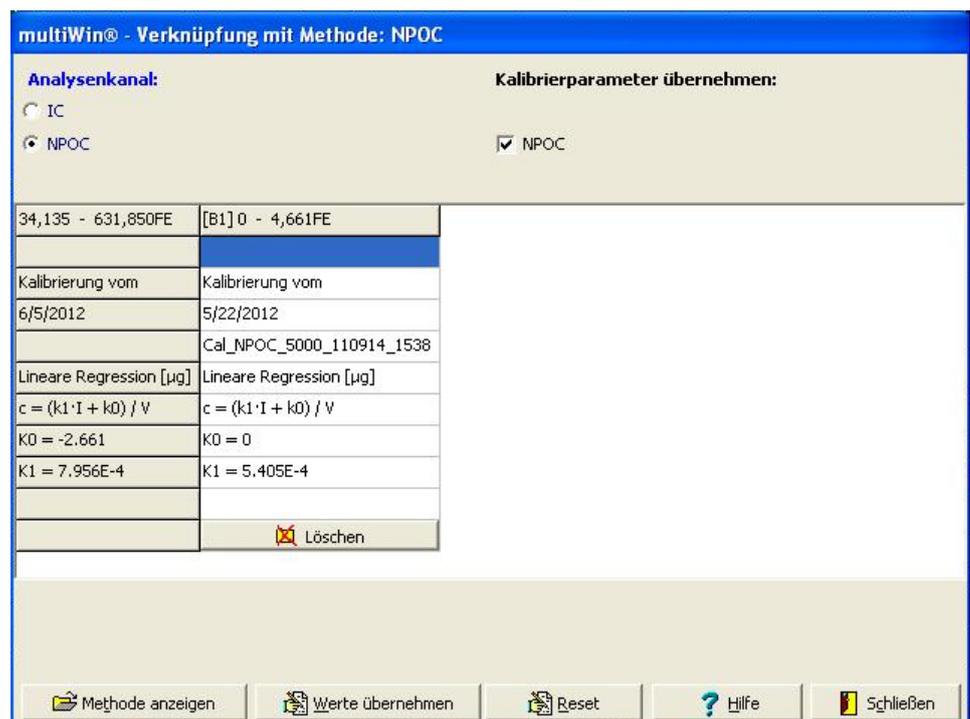


Abb. 26 Fenster VERKNÜPFUNG MIT METHODE

6. Die Festlegung der Kalibrierbereiche ist abhängig von den bereits in der Methode hinterlegten sowie dem neuen Kalibrierbereich:

Option	Beschreibung
Kein Kalibrierbereich vorhanden	<ul style="list-style-type: none"> Übernehmen Sie mit der Schaltfläche [WERTE ÜBERNEHMEN] die aktuell ermittelten Kalibrierdaten. In der linken sowie in der rechten Spalte erscheinen die gleichen Kalibrierkoeffizienten.
Ein oder zwei Kalibrierbereiche vorhanden	<p>Vorhandenen Kalibrierbereich erweitern:</p> <ul style="list-style-type: none"> Ergänzen Sie mit Schaltflächen [WERTE ÜBERNEHMEN] die neuen Kalibrierkoeffizienten. Die Software ordnet abhängig von den Flächen den neuen Bereich in die bereits vorhandenen ein. Prüfen Sie anhand der Kalibrierbereiche, dass eine lückenlose Verknüpfung mehrerer Bereiche erfolgt ist. <p>Vorhandenen Kalibrierbereich ersetzen:</p> <ul style="list-style-type: none"> Löschen Sie den Kalibrierbereich. Gehen Sie weiter wie in "Vorhandenen Kalibrierbereich erweitern vor".
Drei Kalibrierbereiche vorhanden	<p>Es können maximal drei Kalibrierbereiche pro Parameter in einer Methode hinterlegt werden. In diesem Fall können die Bereiche nur ersetzt werden.</p> <ul style="list-style-type: none"> Löschen Sie den zu ersetzenden Bereich aus den rechten Spalten mit der Schaltfläche [LÖSCHEN]. Übernehmen Sie mit der Schaltfläche [WERTE ÜBERNEHMEN] die aktuell ermittelten Kalibrierdaten Prüfen Sie anhand der Kalibrierbereiche, dass eine lückenlose Verknüpfung mehrerer Bereiche erfolgt ist.

Generell gilt:

- Durch das Betätigen der Schaltfläche [WERTE ÜBERNEHMEN] erfolgt eine automatische Zuordnung der Kalibrierbereiche über die Software.
- Durch die Schaltfläche [LÖSCHEN] treffen Sie zunächst eine Vorauswahl, welcher Bereich möglicherweise ersetzt werden soll.
- Eine lückenlose Verknüpfung bedeutet, dass das obere Flächenende des einen Kalibrierbereiches dem unteren Flächenende des nächsten Kalibrierbereiches entspricht (siehe Abb. 27 Tabelle, erste Zeile)
- Zur Berechnung aller nachfolgenden Analysen mit dieser Methode werden die übernommenen Kalibrierparameter verwendet.

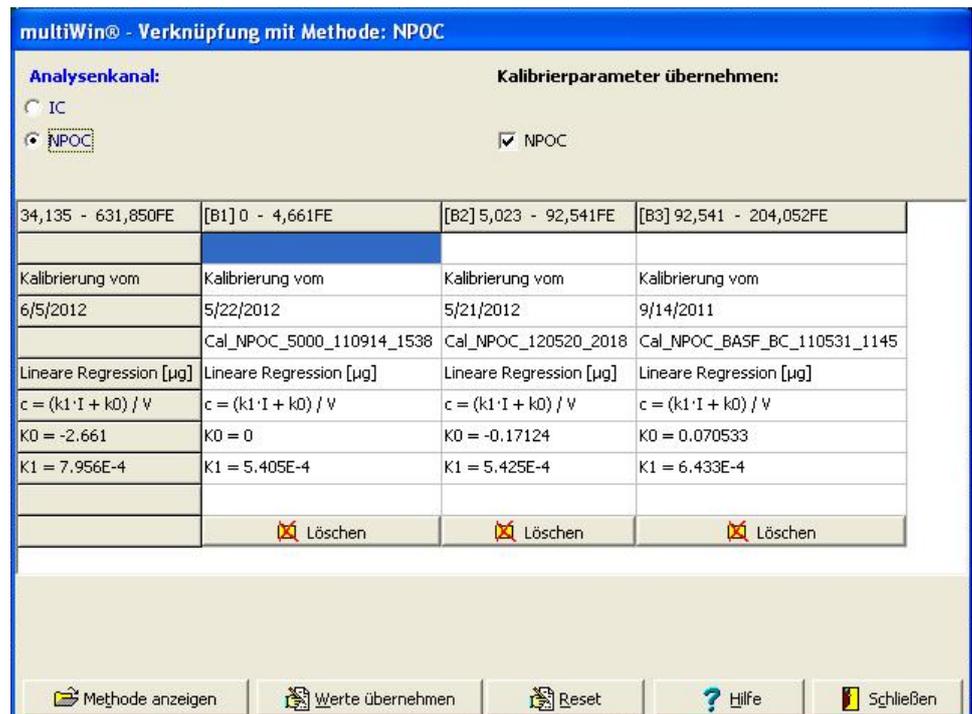


Abb. 27 Fenster VERKNÜPFUNG MIT METHODE mit drei Bereichen

6.3.5 Kalibrierdaten verwalten

Kalibrierdaten drucken

Drucken Sie den Kalibrierreport wie folgt:

1. Aktivieren Sie im Fenster KALIBRIERUNG – DATEN ZUR DURCHGEFÜHRTEN KALIBRIERUNG die Option KALIBRIERUNG VERWENDEN.
2. Legen Sie den Druckumfang unter Menü DRUCK-OPTIONEN fest:
 - KalibrierDiagramm drucken und/oder
 - Einzelintegrale für jeden kalibrierten Kanal drucken
3. Starten Sie den Druck mit dem Menübefehl KALIBRIERREPORT ► DRUCKEN.

Kalibrierdaten exportieren

Der Export von Kalibrierdaten erfolgt über das Menü DATENEXPORT im Fenster KALIBRIERUNG – DATEN ZUR DURCHGEFÜHRTEN KALIBRIERUNG. Sie haben folgende Möglichkeiten, Kalibrierdaten zu exportieren:

- KalibrierReport in eine Exportdatei
Der KalibrierReport (mit der Erweiterung *.ajc) wird im Export-Verzeichnis ...\\Calibration abgespeichert.
- Export in eine CSV-Datei (*.csv)
Die CSV-Datei wird im voreingestellten Verzeichnis abgelegt (voreingestellt ...\\multi-Win\\CSV).
Die Auswahl des Verzeichnisses erfolgt im Fenster OPTIONEN / Karte DATEIEN UND VERZEICHNISSE (Hauptfenster Menübefehl KONFIGURATION ► OPTIONEN BEARBEITEN).
- Export in die Zwischenablage

Kalibrierreport erneut öffnen

1. Rufen Sie im Hauptfenster den Menübefehl DATENAUSWERTUNG ► KALIBRIERREPORT auf.
2. Wählen Sie im Fenster KALIBRIERREPORT LADEN den Kalibrier-Report aus.

Hinweis:

Im Fenster KALIBRIERREPORT LADEN können ggf. entsprechende Filter gesetzt und die Datensätze durch Klick in die jeweilige Kopfzeile sortiert werden.

Zeit	Update	Name	Methode	Modus	Zustand
18.10.2018 09:21:30	18.10.2018 11:18:25	Cal_V_NPOC_181018_0921	V_NPOC	1	1
17.10.2018 13:35:27	06.11.2018 12:54:36	Cal_V_NPOC_181017_1335	V_NPOC	2	1
▶ 17.10.2018 13:22:32	17.10.2018 13:35:02	Cal_V_NPOC_181017_1322	V_NPOC	2	1
16.10.2018 13:51:59	17.10.2018 12:26:43	Cal_V_NPOC_181016_1351	V_NPOC	1	1
20.09.2018 13:51:54	20.09.2018 14:36:14	Cal_V_NPOC_EPK_neu_180920_1351	V_NPOC_EPK_neu	1	1
20.09.2018 13:44:27	20.09.2018 13:47:01	Cal_V_NPOC_3_180920_1344	V_NPOC_3	1	1
19.09.2018 16:01:03	20.09.2018 11:57:12	Cal_V_NPOC_3_180919_1601	V_NPOC_3	1	1
19.09.2018 16:00:27	19.09.2018 16:00:31	Cal_V_NPOC_2_180919_1600	V_NPOC_2	1	1
19.09.2018 11:18:15	20.09.2018 09:09:28	Cal_V_NPOC_2_180919_1118	V_NPOC_2	2	1
18.09.2018 15:03:00	21.09.2018 12:22:42	Cal_V_NPOC_180918_1503	V_NPOC	1	1

Abb. 28 Fenster AUSWAHL KALIBRIERREPORT

3. Markieren Sie den entsprechenden Kalibrierreport und klicken Sie auf die Schaltfläche [OK].
 - ✓ Der Kalibrierreport wird angezeigt.

6.4 Messung durchführen

Hinweis für Software multiWin pharma: Es können nur Methoden mit dem Signierstatus "freigegeben" für die Messung verwendet werden.

6.4.1 Messung mit manueller Probenaufgabe



BEACHTEN

Pro Injektion dürfen maximal 500 µl Messlösung injiziert werden. Injizieren Sie die Probe erst nach Aufforderung durch die Steuer- und Auswertesoftware und nur in den vorgegebenen Abständen!

Beachten Sie stets, dass Sie das in der Methode eingestellte Volumen injizieren!

Führen Sie eine Messung mit manueller Probenaufgabe wie folgt durch:

1. Kontrollieren Sie im Fenster SYSTEM-STATUS folgende Einträge:

- Optische Bank – OK (nicht für multi N/C 2100S pharma)
- ggf. CLD bzw. ggf. ChD - OK
- Gasfluss - OK
- Temperatur - OK

Hinweis:

Ist einer der Einträge fehlerhaft (rot dargestellt), führen Sie entsprechend den Hinweisen im Abschnitt "Störungsbeseitigung" S. 93 eine Fehlersuche durch.

2. Wählen Sie im Fenster SYSTEM-STATUS die manuelle Probenaufgabe durch Anklicken der Schaltfläche [VON HAND].
3. Bereiten Sie den Analysator für die Messung mit manueller Probenaufgabe wie folgt vor: Schieben Sie das beiliegende Septum auf die Spritzenkanüle bis zur Überwurfmutter auf.

Hinweis: Über das Septum wird die Systemdichtheit für die septumfreie Schleuse während der Injektion gewährleistet.

4. Legen Sie mit dem Menübefehl METHODE ► NEU eine neue Methode an oder laden Sie eine vorhandene Methode.
Öffnen Sie dazu mit dem Menübefehl METHODE ► LADEN das Datenbankfenster METHODE LADEN, markieren Sie die gewünschte Methode und bestätigen Sie die Auswahl durch Anklicken der Schaltfläche [OK].

✓ Die Initialisierung des Analysators erfolgt.

5. Starten Sie die Messung:
 - Klicken Sie auf [MESSUNG STARTEN] oder rufen Sie den Menübefehl MESSUNG ► MESSUNG STARTEN auf.
Es öffnet sich das Fenster MESSUNG STARTEN.
 - Tragen Sie die Proben-ID und ggf. einen Namen für die Analysentabelle ein. Zusätzlich können Sie Verdünnung, Probentyp und Einheit eingeben.
 - Öffnen Sie mit [START ►] das Fenster MESSUNG.
 - Starten Sie die Messung durch Anklicken der Schaltfläche [START F2] und folgen Sie den Aufforderungen der Steuer- und Auswertesoftware.
6. Spülen Sie die Spritze mehrfach mit der Messflüssigkeit aus.
7. Ziehen Sie die Probe luftblasenfrei auf.
8. Injizieren Sie die Probe nach der entsprechenden Aufforderung der Steuer- und Auswertesoftware.

Bei Septumschleuse (TIC-Schleuse):

- Führen Sie die Kanüle der Spritze vollständig in die entsprechende Septumschleuse ein und injizieren Sie die Probe.
- Nach der Injektion können Sie die Spritze sofort entfernen.

Bei septumfreier Schleuse (Schleuse für TC/TN-Bestimmung):

- Legen Sie den Schleusenschalter nach hinten um.
- Setzen Sie die Spritze mit Septum so auf die Schleuse auf, dass Dichtheit gegeben ist.
- Injizieren Sie die Probe.

- Halten Sie die Spritze noch mindestens 10 s auf der Schleuse fest, um Messgasverluste zu vermeiden.
- Halten Sie bei jeder Injektion die Spritze gleich lange in der Schleuse, um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten.
- Schließen Sie die Schleuse sofort nach dem Entfernen der Spritze, indem Sie den Schalter nach vorn umlegen.
 - ✓ Nach Ende der Messung erscheinen die Ergebnisse im Analysenreport oder in der gewählten Analysentabelle.

6.4.2 Messung mit Probengeber



BEACHTEN

Nach einem Transport oder einer längeren Lagerung des Analysators ist der Probengeber bei Wiederinbetriebnahme neu zu justieren.

1. Legen Sie mit dem Menübefehl **METHODE ▶ NEU** eine neue Methode an oder laden Sie eine vorhandene Methode.
Öffnen Sie dazu mit dem Menübefehl **METHODE ▶ LADEN** das Datenbankfenster **METHODE LADEN**, markieren Sie die gewünschte Methode und bestätigen Sie die Auswahl durch Anklicken der Schaltfläche [OK].
 2. Kontrollieren Sie im Fenster **SYSTEM-STATUS** folgende Einträge:
 - Optische Bank – OK (nicht für multi N/C 2100S pharma)
 - ggf. CLD bzw. ggf. ChD - OK
 - Gasfluss - OK
 - Temperatur - OK
- Hinweis:**
Ist einer der Einträge fehlerhaft (rot dargestellt), führen Sie entsprechend den Hinweisen im Abschnitt "Störungsbeseitigung" S. 93 eine Fehlersuche durch.
3. Wählen Sie im Fenster **SYSTEM-STATUS** die Probenaufgabe mit Probengeber durch Anklicken der Schaltfläche [SAMPLER].
 4. Füllen Sie die Probengläser mit der Messflüssigkeit und stellen Sie diese auf das Probentablett.
 5. Nur für NPOC-Messungen:
Füllen Sie das Säuregefäß mit HCl ($c = 2 \text{ mol/l}$) und stellen Sie das Gefäß in die Säureposition des Probentabletts.
 6. Starten Sie die Messung:
 - Klicken Sie auf [MESSUNG STARTEN] oder rufen Sie den Menübefehl **MESSUNG ▶ MESSUNG STARTEN** auf.
Es öffnet sich das Fenster **MESSUNG STARTEN**.
 - Tragen Sie im Fenster **MESSUNG STARTEN** einen Namen für eine neue Analysentabelle ein und oder wählen Sie mit [ÄNDERN] eine vorhandene Analysentabelle aus.
 - Öffne Sie mit [START ▶] das Fenster **AKTUELLE PROBENDATEN**.

- Öffnen Sie eine vorhandene Rack-Tabelle oder tragen Sie in der Spalte Proben-ID den Probenamen entsprechend der Belegung des Probenracks ein. Zusätzlich können Sie Verdünnung, Probentyp und Einheit eingeben.
- Schalten Sie mit [▶] die Proben frei.
- Bestätigen Sie die Einträge mit [✓].
 - ✓ Rack-Tabelle wird geschlossen.
- Es folgt eine Abfrage, ob die Racktabelle gespeichert werden soll. Wollen Sie Eingaben später noch einmal verwenden, öffnen Sie mit [JA] das Standardfenster zum Speichern von Dateien.
- Danach öffnet sich das Fenster MESSEN. Starten Sie die Messung mit [START F2] und folgen Sie den Aufforderungen der Steuer- und Auswertesoftware.
 - ✓ Nach Ende der Messung erscheinen die Ergebnisse in der gewählten Analysentabelle.

7 Wartung und Pflege

7.1 Wartungsintervalle

Analysator	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Gerät reinigen und pflegen	Wöchentlich
Auffangschale und Reagenzienflasche reinigen	Wöchentlich und nach dem Auffüllen
Alle Schlauchverbindungen auf festen Sitz überprüfen	Monatlich
Befestigungsschrauben auf festen Sitz überprüfen	Monatlich
Wasserfallen	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Gasfluss kontrollieren	Täglich
Wasserfallen auswechseln	Nach Bedarf, spätestens nach 6 Monaten
Halogenfalle	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Kupferwolle auf Verfärbung kontrollieren	Täglich
verbrauchte Kupfer-/Messingwolle ersetzen	Wenn Hälfte der Kupferwolle oder die Messingwolle schwarz verfärbt ist
Verbrennungsrohr	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Auf Risse und Beschädigung kontrollieren	Bei Katalysatorwechsel
Katalysator kontrollieren und ggf. ersetzen	Nach Bedarf, spätestens nach entsprechender Meldung im multiWin
Verbrennungsrohr reinigen	Bei Katalysatorwechsel
Verbrennungsrohr erneuern (wechseln)	Nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten
Empfehlung: Verbrennungsrohr und Katalysator wechseln	
TIC-Kondensatgefäß	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Auf Risse und Beschädigung kontrollieren	3 Monate
TIC-Kondensatgefäß reinigen	Nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten
Kondensationsschlange	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Auf Risse und Beschädigung kontrollieren	3 Monate
Kondensationsschlange reinigen	Nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten

Kondensat-Pumpe	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Auf Dichtheit prüfen	3 Monate
Porösen Pumpenschlauch ersetzen	Nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten
Phosphorsäure-Pumpe	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Auf Dichtheit prüfen	3 Monate
Porösen Pumpenschlauch ersetzen	Nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten
Spritze	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Auf Dichtheit kontrollieren	3 Monate
Spritze reinigen	Nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten
Schleusen	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Auf Dichtheit kontrollieren	3 Monate
Septen wechseln	Nach Bedarf, spätestens nach 12 Monaten
ChD (optional)	
Wartungsmaßnahme	Wartungsintervall
Stützbatterie ersetzen	12 Monate

**BEACHTEN**

Sorgen Sie zur Durchführung regelmäßiger Kontrollen und Wartungsarbeiten stets für freie Zugänglichkeit der Türen und der linken Seitenwand des Analysators.

**BEACHTEN**

Achten Sie darauf, dass alle Verbindungen nach Wartungsarbeiten wieder gasdicht sind:

- Setzen Sie die Fingertight-Verschraubungen nicht verkantet ein!
- Ziehen Sie alle Verschraubungen handfest an!

Kontrollieren Sie die Systemdichtheit (siehe Abschnitt "Systemdichtheit prüfen" S. 91).

**BEACHTEN**

Ziehen Sie die Innensechskantschrauben unter Verwendung der beiliegenden zugehörigen Sechskantwinkelschraubendreher fest. Alle anderen Verschraubungen ziehen Sie ohne Werkzeug nur handfest an.

7.2 Justier- und Einstellarbeiten

7.2.1 Probengeber justieren

Eine Justage des Probengebers ist erforderlich:

- Vor dem ersten Start
- Nach jedem Spritzenwechsel
- Nach jeder Manipulation an den Schleusen (z.B. Katalysatorwechsel und Wartungsarbeiten)
- Bei Wiederinbetriebnahme nach Transport oder Lagerung

Bei der Justage ist die Kanüle zur Position 1 auf dem Probenblett, zum Verbrennungsofen und zum TIC-Reaktor zu justieren.

Position 1/Position TIC-Reaktor/Position Ofen justieren

Führen Sie die Justage des Probengebers in folgender Reihenfolge durch:

1. An der Position 1 des Probenbletts
2. Am Verbrennungsofen
3. Am TIC-Reaktor (nicht für multi N/C 2100S pharma)

Kontrollieren und justieren Sie immer alle drei Positionen!

Empfehlungen für die einzustellenden Koordinaten

x- und y-Richtung

Justieren Sie die Positionen in x- und y-Richtung so genau wie möglich! In das Probengefäß auf Position 1 sollte die Kanüle mittig eintauchen.

Folgende Werte dienen zur Orientierung:

	Position 1	Ofen	TIC
x-Richtung	5	90	1010
y-Richtung	1435	475	80

z-Richtung (Eintauchtiefe)

- Wählen Sie die Eintauchtiefe der Kanüle (z-Richtung) in den TC-Reaktor (septumfreie Schleuse) so, dass die Systemdichtheit gerade gegeben ist. Die Systemdichtheit können Sie im Fenster SYSTEM-STATUS überprüfen (MFC1 und MFM1 zeigen bei Systemdichtheit den gleichen Wert an, Soll: 160 ml/min).
- Wählen Sie für die Septumschleuse die Eintauchtiefe der Kanüle (z-Richtung) in den TIC-Reaktor so, dass noch ca. 3 mm der Kanüle oberhalb der Schleuse sichtbar sind.
- Beachten Sie bei der Justage der Kanüle in z-Richtung in die Probengefäße (Position 1) die Verwendung/Nichtverwendung von Rührstäbchen.

Führen Sie die Justage wie folgt durch:

1. Geben Sie die Spritzengröße ein:
 - Rufen Sie mit dem Menübefehl KONFIGURATION ► OPTIONEN BEARBEITEN das Fenster OPTIONEN / Karte GERÄTEKOMponenten auf.

- Wählen Sie in der Gruppe SPRITZE in der Liste SPRITZENGRÖÙE das angegebene Spritzenvolumen aus.
- Bestätigen Sie die Auswahl mit Klick auf [OK].

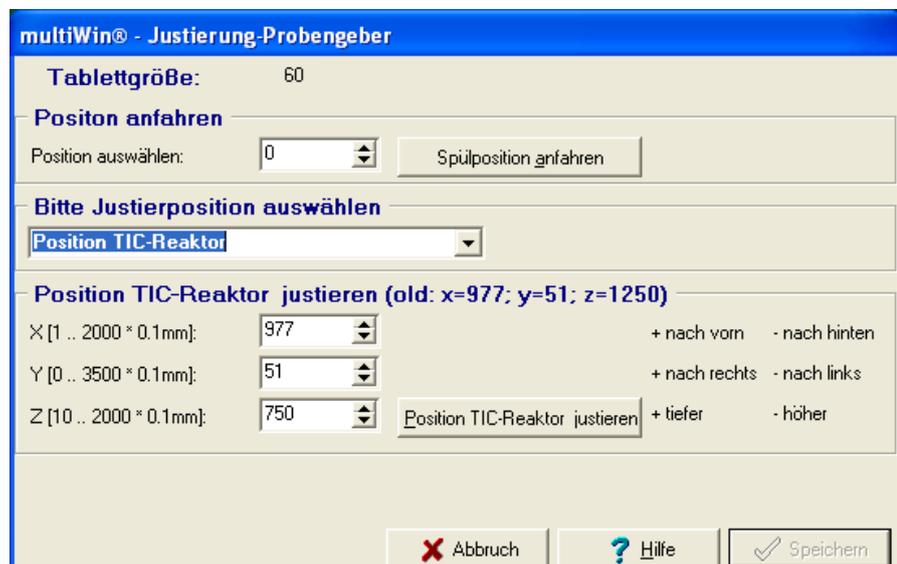
Hinweis:

Das Spritzenvolumen ist auf der Spritze angegeben.

2. Rufen Sie dem Menübefehl APPARATUR ▶ JUSTIERUNG PROBENGEBER das gleichnamige Fenster auf.
3. Wählen Sie in der Gruppe Bitte Justierposition auswählen in der Liste die gewünschte Position (POSITION 1 ▶ POSITION TIC-REAKTOR ▶ POSITION OFEN) aus.



4. Erhöhen bzw. verringern Sie zum Ausrichten die x-, y- und z-Werte in 0,1 mm-Schritten:
 - x-Richtung: Bewegung nach vorn bzw. hinten
 - y-Richtung: Bewegung nach rechts bzw. links
 - z-Richtung: Bewegung nach oben bzw. unten



5. Lösen Sie den Justagestart für die jeweilige Position durch Klick auf die entsprechende Schaltfläche aus (z. B. [POSITION TIC-REAKTORJUSTIEREN]).
 - Übernehmen Sie die Justageeinstellung für alle Positionen durch Klick auf die Schaltfläche [Speichern].
 - ✓ Die Werte zum Justieren der Positionen werden übernommen.

Position Kolben justieren

Die Justage des Spritzenkolbens ist nur notwendig, wenn nach dem Initialisieren des Probengebers der Kolben nicht vollständig nach unten fährt, z. B. nach dem Wechseln einer Spritze.

Stellen Sie vor der Justage sicher, dass die Spritze ordnungsgemäß eingebaut wurde und die Fixierschraube angezogen ist.

Führen Sie die Justierung des Spritzenkolbens wie folgt durch:

1. Rufen Sie dem Menübefehl APPARATUR ► JUSTIERUNG PROBENGEBER das gleichnamige Fenster auf.
2. Wählen Sie in der Gruppe BITTE JUSTIERPOSITION AUSWÄHLEN in der Liste die Position KOLBEN aus.
3. Erhöhen bzw. verringern Sie zum Ausrichten der Kolbenposition die Koordinate z in 0,1 mm-Schritten.

Hinweis:

Spritzenkolben schrittweise so weit nach unten fahren, dass der Spalt gerade nicht mehr sichtbar ist.

4. Lösen Sie den Justagestart für die Position des Spritzenkolbens durch Klick auf die Schaltfläche [POSITION KOLBENJUSTIEREN] aus.
5. Übernehmen Sie die Justageeinstellung mit [SPEICHERN].

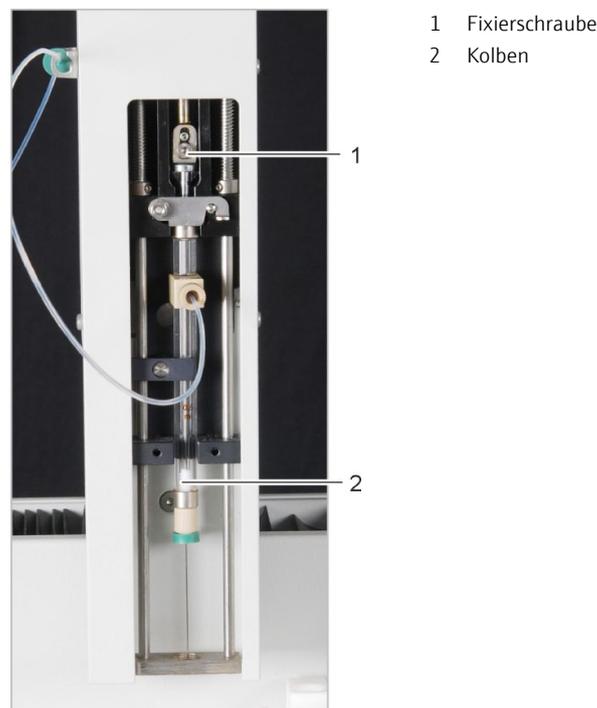


Abb. 29 Spritzenkolben justieren

7.2.2 NPOC-Ausblasfluss einstellen (nicht für multi N/C 2100S pharma)



VORSICHT

Am Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Gehen Sie beim Einstellen des NPOC-Ausblasflusses über das Nadelventil NPOC mit größter Vorsicht vor!

Der NPOC-Ausblasfluss ist auf ca. 100 ml/min voreingestellt. Je nach Messaufgabe können Sie den NPOC-Ausblasfluss über das Nadelventil NPOC vergrößern oder verringern. Das Nadelventil NPOC befindet sich hinter der linken Seitenwand links neben dem Verbrennungsofen.

Stellen Sie den NPOC-Ausblasfluss wie folgt ein:

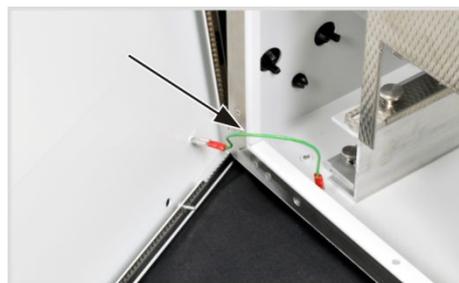
1. Rufen Sie in multiWin mit dem Menübefehl APPARATUR ► EINZELANSTEUERUNG das Fenster EINZELANSTEUERUNG auf.



2. Wählen Sie aus dem Listenfeld die Option AUSBLASEN aus.
3. Für Probenaufgabe mit Probengeber:
 - Wählen Sie die Ausblaszeit im Feld ZEIT zwischen 1 und 600 Sekunden aus.
 - Wählen Sie die Position, auf der der Ausblasfluss beobachtet werden soll, im Feld RACKPOSITION zwischen 1 und 60 aus.
 - Stellen Sie auf diese Position ein Probenglas mit Reinstwasser.

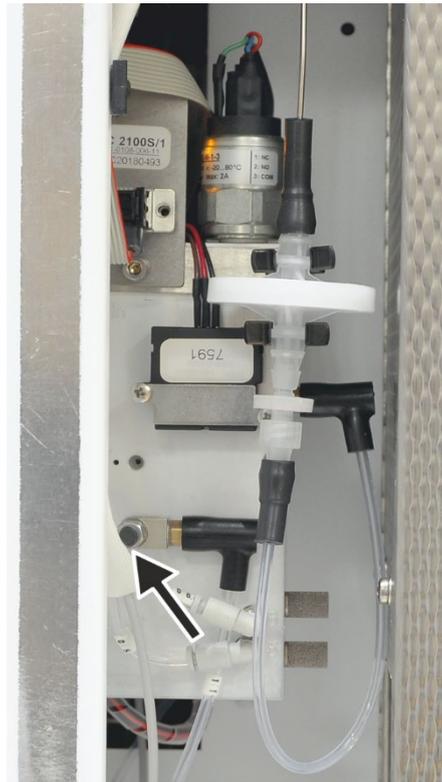
Für manuelle Probenaufgabe:

- Wählen Sie die Ausblaszeit im Feld ZEIT zwischen 1 und 600 Sekunden.
- Führen Sie den Ausblassechlauch in das mit Reinstwasser gefüllte Gefäß, für das der Ausblasfluss eingestellt werden soll, ein.



4. Öffnen 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.

5. Klicken Sie auf [START F2].



6. Lösen Sie die Stellschraube am Nadelventil NPOC.
7. Regulieren Sie den gewünschten NPOC-Ausblasfluss:
 - NPOC-Ausblasfluss erhöhen – Nadelventil nach links drehen
 - NPOC-Ausblasfluss verringern – Nadelventil nach rechts drehen

Hinweis:

Der aktuelle NPOC-Ausblasfluss wird im multi N/C 2100S im Fenster SYSTEM-STATUS hinter MFM2 angezeigt.

8. Arretieren Sie die Stellschraube am Nadelventil wieder.
9. Schließen Sie die Seitenwand. Stecken Sie den Schutzleiteranschluss an der linken Seitenwand an. Schrauben Sie zunächst die Schrauben an der unteren und anschließend an der oberen Seite an. Ziehen Sie die Schrauben reihum fest.

7.3 Wasserfallen ersetzen

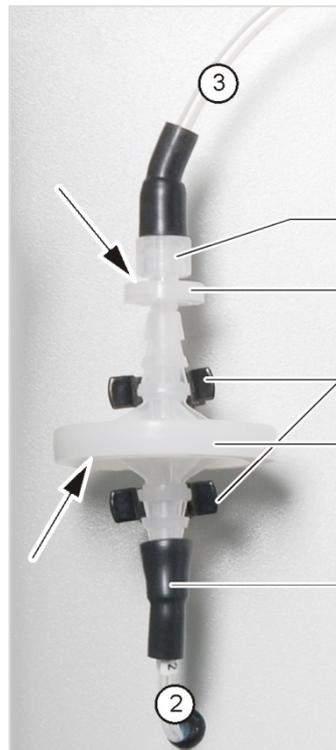
**BEACHTEN**

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!

Wasserfallen auf der Frontseite

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



- 1 Schraubverbindung
- 2 Einwegrückhaltefilter
- 3 Klemme
- 4 Aerosolfalle
- 5 FAST-Verbinder

1. Öffnen Sie die Türen des Analysators.
2. Lösen Sie die Verbindung (1) zur Halogenfalle mit einer Drehung.
3. Ziehen Sie die Wasserfalle aus dem FAST-Verbinder (5) des Schlauchs Nr.2.
4. 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).

5. Verbinden Sie die große Wasserfalle mit dem FAST-Verbinder mit Schlauch Nr. 2.
6. Drücken Sie die Wasserfallen in die Klemmen (4) an der Gerätewand.
7. Schrauben Sie den Schlauch Nr. 3 zur Halogenfalle am Stutzen der kleinen Wasserfalle handfest an.
8. Prüfen Sie die Systemdichtheit (siehe Abschnitt "Systemdichtheit prüfen" S.91).
9. Schließen Sie die Fronttüren.

Wasserfallen an Gasbox

Zwischen Gasbox und Verbrennungsofen sind zwei Wasserfallen (Vorfilter und Einwegrückhaltefilter) eingebaut. Sie schützen die Gasbox bei Gasdruckfehlern vor Aerosolen bzw. aufsteigendem Wasser. Zum Wechsel der Wasserfallen muss die linke Seitenwand des Analysators geöffnet werden.



WARNUNG

Im Geräteinneren tritt lebensgefährliche elektrische Spannung auf! Vor Öffnen der linken Seitenwand den Analysator am Hauptschalter ausschalten und den Netzstecker aus der Steckdose ziehen!



VORSICHT

Es besteht Verbrennungsgefahr! Unmittelbar nach dem Ausschalten des Analysators ist der Verbrennungsofen noch heiß! Lassen Sie den Analysator vor der Wartung 30 min lang abkühlen.

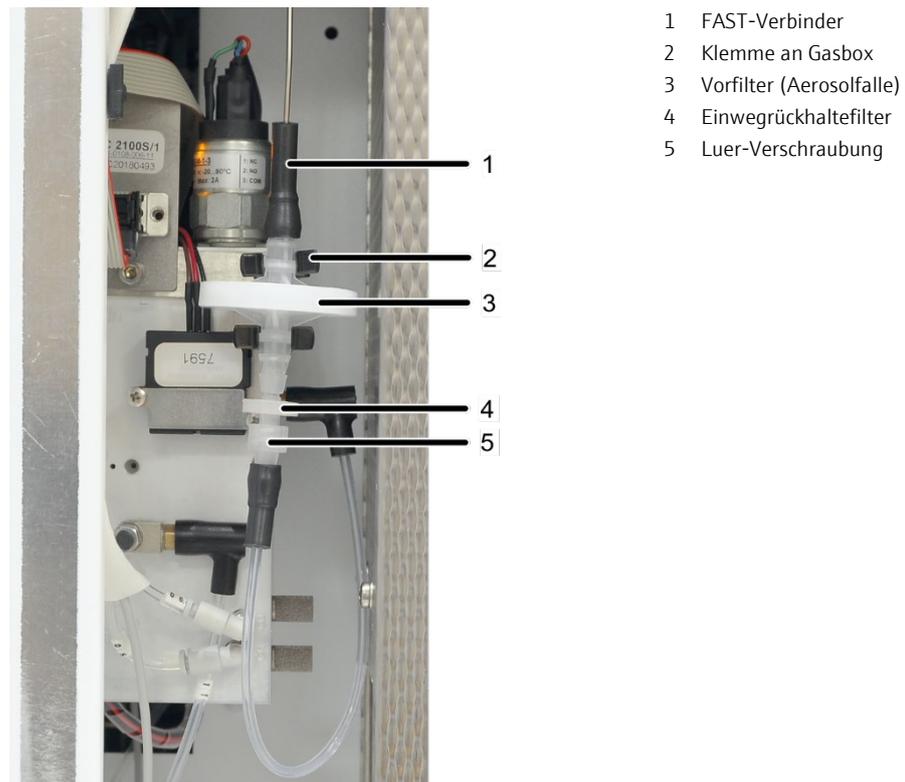


Abb. 30 Wasserfallen an der Gasbox, linke Seitenwand geöffnet

1. Beenden Sie die Steuer- und Auswertesoftware multiWin.
2. Schalten Sie den Analysator am Netzschalter aus und ziehen Sie den Netzstecker aus der Steckdose.
3. Entfernen Sie die linke Seitenwand am Analysator.
Lösen Sie die vier Befestigungsschrauben. Schieben Sie die Seitenwand leicht nach oben, um sie abzunehmen. Ziehen Sie den Schutzleiteranschluss ab und legen Sie die Seitenwand sicher ab.
4. Ziehen Sie die Wasserfallen aus den beiden Klemmen an der Gasbox (2).
5. Ziehen Sie den oberen FAST-Verbinder (1) von den Wasserfallen ab.
6. Schrauben Sie die Wasserfallen unten aus der Luer-Verschraubung.
7. Setzen Sie die neuen Wasserfallen zusammen.
Die Aufschrift „INLET“ auf der großen Wasserfalle (Aerosolfalle) muss nach oben und die Beschriftung der kleinen Wasserfalle (Einwegrückhaltefilter) nach unten zeigen.
8. Verbinden Sie die große Wasserfalle mit dem oberen FAST-Verbinder.
9. Verbinden Sie die kleine Wasserfalle mit der Luer-Verschraubung.
10. Drücken Sie die Wasserfallen in die Klemmen an der Gasbox.
11. Schrauben Sie die linke Seitenwand wieder an. Achten Sie darauf, den Schutzleiteranschluss wieder anzustecken.
12. Stecken Sie den Netzstecker in die Steckdose und schalten Sie den Analysator am Hauptschalter ein.
13. Prüfen Sie die Systemdichtheit (siehe Abschnitt "Systemdichtheit prüfen" S. 91).

7.4 Halogenfalle ersetzen



VORSICHT

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

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

Zum Ersetzen der verbrauchten Kupfer- und Messingwolle kann der Analysator eingeschaltet bleiben. Ersetzen Sie die Halogenfalle wie folgt:



- 1 FAST-verbinder – Schlauch Nr.3 zur Wasserfalle
- 2 FAST-verbinder – Schlauch Nr. 4 zum Detektor
- 3 Kupferwolle
- 4,6 Klemme
- 5 Messingwolle

1. Öffnen Sie die Türen des Analysators.
2. Ziehen Sie die FAST-Verbinder (1 u. 2) von der Halogenfalle und ziehen Sie das U-Rohr aus den Klemmen (4 und 6) heraus.
3. Ziehen Sie die verbrauchte Kupfer- und Messingwolle mit einer Pinzette oder einem kleinen Haken aus dem U-Rohr heraus.
4. Kontrollieren Sie das U-Rohr auf Risse.

Hinweis:

Verwenden Sie nur ein völlig intaktes U-Rohr wieder!

5. Falls erforderlich spülen Sie das U-Rohr mit Reinstwasser aus und lassen Sie es gut trocknen.
6. Füllen Sie das U-Rohr mit der neuen Kupfer- und Messingwolle mit Hilfe einer Pinzette oder einem kleinen Haken.

Hinweis:

Ersetzen Sie den gesamten Inhalt des U-Rohrs. Achten Sie beim Füllen der Halogenfalle darauf, dass die Kupfer- und Messingwolle nicht zu fest gestopft wird und keine größeren Hohlräume im U-Rohr entstehen.

7. Decken Sie die Kupfer- und Messingwolle mit Watte ab.
8. Drücken Sie das gefüllte U-Rohr vorsichtig in die Klemmen.
9. Schließen Sie den Schlauch Nr. 3 an den Gaseingangsschenkel mit Kupferwolle und den Schlauch Nr. 4 an den Gasausgangsschenkel mit Messingwolle an.
10. Prüfen Sie die Systemdichtheit (siehe Abschnitt "Systemdichtheit prüfen" S.91).
11. Schließen Sie die Türen des Analysators.

7.5 Katalysator wechseln

7.5.1 Standzeit des Katalysators

Wenn der Katalysator in seiner Wirksamkeit nachlässt, sollte das Verbrennungsrohr neu gefüllt werden. Eine Kontrolle muss nach Ablauf des Wartungsintervalls (maximal 1500 Injektionen) erfolgen. Der Ablauf des Wartungsintervalls wird durch eine Meldung im multiWin angezeigt.

Die Standzeit des Katalysators hängt stark vom Probenmaterial ab, durchschnittlich kann man von ca. 1500 Injektionen ausgehen. Bei besonders hoch belasteten Proben, vor allem hohe Salzgehalte, kann die Standzeit geringer sein. Für niedrig belastete Proben liegt die Standzeit oft deutlich höher.

7.5.2 Verbrennungsrohr ausbauen



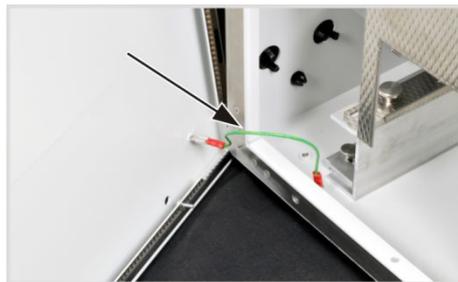
VORSICHT

Am Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen!

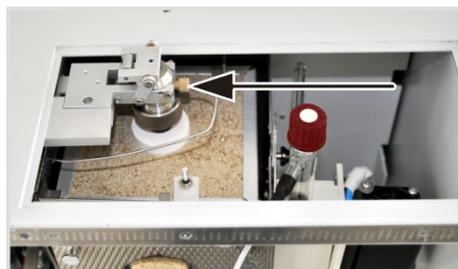
Stellen Sie vor dem Ausschalten die Ofentemperatur in multiWin auf 20 °C ein und beenden Sie multiWin. Bei der Prüfung der Systemdichtheit nach dem Einbau besteht ansonsten Verbrennungsgefahr!

Bauen Sie das Verbrennungsrohr wie folgt aus:

1. Schalten Sie den Analysator am Hauptschalter aus, ziehen Sie den Netzstecker aus der Steckdose und stellen Sie die Gasversorgung ab.



2. Nehmen Sie die obere Abdeckung ab. Öffnen 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



3. Schrauben Sie die Fingertight-Verbindung des Trägergas-Anschlusses am Ofenkopf ab.

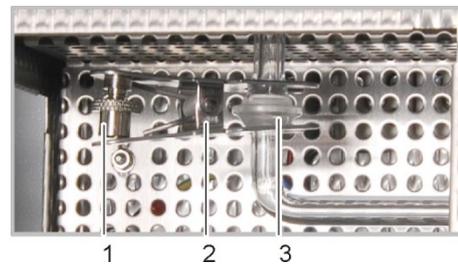


4. Lockern Sie die Innensechskantschraube an der Schleusenhalterung.



5. Schrauben Sie die Überwurfmutter vom Ofenkopf an der Schleuse vollständig ab.

6. Drehen Sie die Innensechskantschraube an der Schleusenhalterung vollständig heraus und legen Sie die Schleuse auf dem Analysatorgehäuse ab.



7. Trennen Sie die Kugelschliffverbindung(3) die das untere Ende des Verbrennungsrohrs und den Eingang der Kondensationsschlange zusammenhält. Lösen Sie dazu die die Rändelschraube (1) und entfernen Sie die Gabelklemme (2).

8. Ziehen Sie das Verbrennungsrohr vorsichtig nach oben aus dem Verbrennungsofen heraus.

9. Entfernen Sie die drei Dichtringe, den Andruckring und die Überwurfmutter vom Verbrennungsrohr.

10. Entfernen Sie die verbrauchte Katalysatorfüllung (Hinweise zur Entsorgung siehe Abschnitt „Entsorgung“ S. 111).

11. Kontrollieren Sie das Verbrennungsrohr auf übermäßige Kristallisation, Risse und ausgeplatzte Stellen.

Hinweis:

Verwenden Sie nur intakte Verbrennungsrohre erneut.

12. Spülen Sie das leere Verbrennungsrohr gründlich mit Reinstwasser aus und lassen Sie es gut trocknen.

7.5.3 Verbrennungsrohr füllen



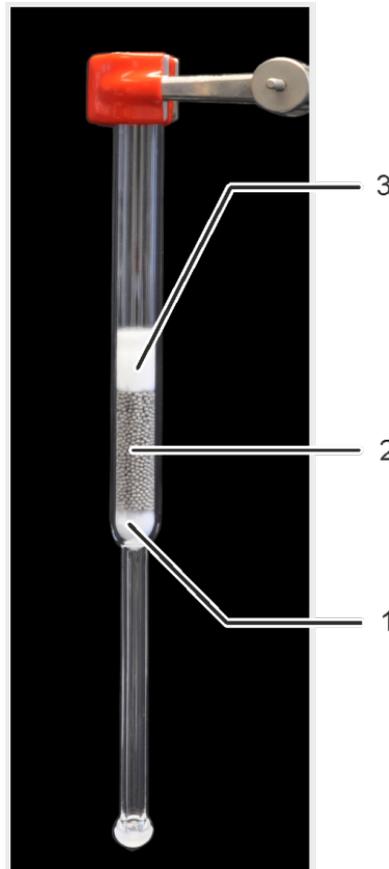
VORSICHT

Durch Alkalisalze (im Handschweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungsofens Kristallisationen im Quarzglas auf. Dadurch wird die Lebensdauer des Verbrennungsrohres verkürzt.

Berühren Sie das gereinigte Verbrennungsrohr zum Befüllen möglichst nicht mit bloßen Händen. Tragen Sie zum Befüllen des Verbrennungsrohres Schutzhandschuhe. Wischen Sie Fingerspuren auf dem Verbrennungsrohr mit einem mit reinem Alkohol benetzten Tuch ab.

Befüllen Sie nur vollständig trockene Verbrennungsrohre. Trocknen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Befüllen.

Verbrennungsrohr füllen
für herkömmliche Proben



- 1 Quarzwolle, ca. 1 cm
- 2 Platinkatalysator, ca. 4 cm
- 3 HT-Matte, ca. 2 cm hoch,
zusammengerollt

Zum Füllen können Sie das Verbrennungsrohr in einem Stativ befestigen. Füllen Sie das Verbrennungsrohr nach folgender Vorschrift von unten nach oben:

1. Füllen Sie Quarzwolle ca. 1 cm dick in das Verbrennungsrohr, schieben Sie diese mit einem Glasstab vorsichtig nach unten und drücken Sie diese fest.

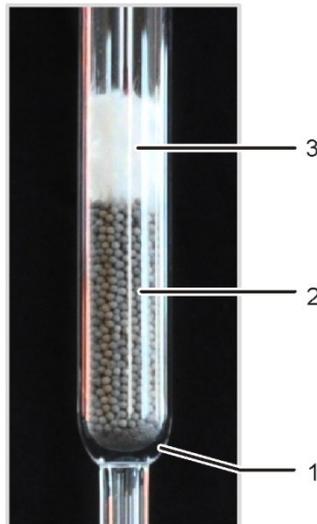
Hinweis: Nicht zu fest stopfen! Die Quarzwolle dient dem Zurückhalten des Katalysators. Achten Sie darauf, dass kein Katalysator in den nachfolgenden Gasweg gelangen kann.

2. Geben Sie den Platinkatalysator für multi N/C vorsichtig auf die Quarzwolle (ca. 4 cm hoch).
3. Rollen Sie die HT-Matte von der schmalen Seite her auf. Das Röllchen muss einen Durchmesser von ca. 13 mm und eine Höhe von 2 cm haben, sodass es sich leicht in das Verbrennungsrohr schieben lässt.

Stecken Sie die gerollte HT-Matte in das Verbrennungsrohr und schieben Sie die HT-Matte mit einem Glasstab soweit hinunter, bis der Katalysator abgedeckt ist. Drücken Sie die Matte nur leicht auf den Katalysator.

Die empfohlene Arbeitstemperatur für diese Füllung beträgt 800 °C.

Verbrennungsrohr füllen
für Proben mit hohen
Salzlasten



- 1 Platinnetz
- 2 Platinkatalysator, ca. 4 cm
- 3 HT-Matte, ca. 2 cm hoch,
zusammengerollt

Bei Proben mit hohen Salzlasten wird der Katalysator auf ein Platinnetz gefüllt.

Zum Füllen können Sie das Verbrennungsrohr in einem Stativ befestigen. Füllen Sie das Verbrennungsrohr nach folgender Vorschrift von unten nach oben:

1. Legen Sie das Platinnetz in das Verbrennungsrohr und schieben Sie es mit einem Glasstab vorsichtig nach unten.

Hinweis: Das Platinnetz soll den Katalysator zurückhalten. Achten Sie darauf, dass kein Katalysator in den nachfolgenden Gasweg gelangen kann.

2. Geben Sie den Platinkatalysator für multi N/C vorsichtig auf das Platinnetz.
3. Rollen Sie die HT-Matte von der schmalen Seite her auf. Das Röllchen muss einen Durchmesser von ca. 13 mm und einer Höhe von 2 cm haben, sodass es sich leicht in das Verbrennungsrohr schieben lässt. Stecken Sie die gerollte HT-Matte in das Verbrennungsrohr und schieben Sie die HT-Matte mit einem Glasstab soweit hinunter, bis der Katalysator abgedeckt ist. Drücken Sie die Matte nur leicht auf den Katalysator.

Die empfohlene Arbeitstemperatur für diese Füllung beträgt 750 °C.

7.5.4 Verbrennungsrohr einbauen



VORSICHT

Durch Alkalisalze (Handsweiß) treten beim Aufheizen des Verbrennungsrofens 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.

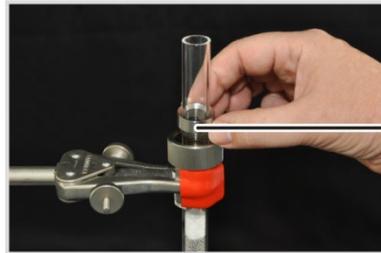
Reinigen Sie ggf. das Verbrennungsrohr vor dem Einsetzen in den Verbrennungssofen von außen (z. B. durch Abwischen mit einem feuchten Zellstoff).

Bauen Sie das Verbrennungsrohr wie folgt ein:



Montieren Sie den Ofenkopf auf das Verbrennungsrohr:

1. Schieben Sie die Überwurfmutter (1) auf das Verbrennungsrohr.



2. Legen Sie den Andruckring (2) in die Überwurfmutter.

Hinweis:

Die konische Seite des Andruckrings muss dabei nach oben weisen.



3. Schieben Sie die drei ummantelten Dichtringe (3) auf das Verbrennungsrohr.

Hinweis:

Achten Sie darauf, dass die Dichtringe am Rand des Verbrennungsrohres bündig abschließen.



4. Stecken Sie den Keramikhalter in die obere Öffnung des Verbrennungsofens.
5. Setzen Sie das Verbrennungsrohr mit Ofenkopf in den Verbrennungsofen ein.



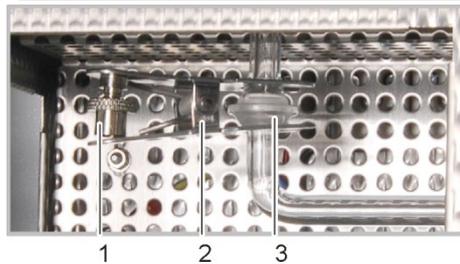
6. Schrauben Sie die Schleuse mit der Innensechskantschraube locker am Halter an.
7. Halten Sie das Verbrennungsrohr von unten fest, setzen Sie die TC-Schleuse vorsichtig bis zum Anschlag auf das Verbrennungsrohr auf, drücken Sie die Schleuse leicht dagegen und ziehen Sie die Überwurfmutter **handfest an**.



8. Schrauben Sie die Schleuse mit der Innensechskantschraube am Halter fest.

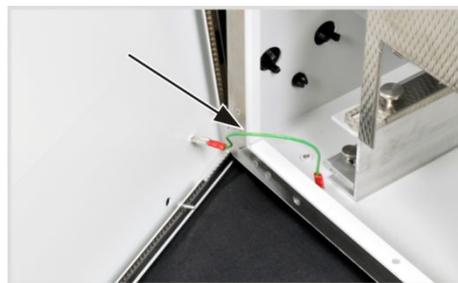


9. Schrauben Sie die Fingertight-Verbindung des Trägergas-Anschlusses an der TC-Schleuse an.



10. Fügen Sie das untere Ende des Verbrennungsrohrs und den Eingang der Kondensationsschleife zusammen (Kugelschliffverbindung(3)).

11. Sichern Sie die Kugelschliffverbindung mit der Gabelklemme (2) und ziehen Sie die Rändelschraube (1) handfest an.



12. Legen Sie die obere Abdeckung auf.

13. Schließen Sie die Seitenwand. Stecken Sie den Schutzleiteranschluss an der linken Seitenwand an. Schrauben Sie zunächst die Schrauben an der unteren und anschließend an der oberen Seite an. Ziehen Sie die Schrauben reihum fest.

14. Stellen Sie die Gasversorgung an, stecken Sie den Netzstecker in die Steckdose und schalten Sie den Analysator am Hauptschalter ein.

15. Prüfen Sie die Systemdichtheit (siehe Abschnitt "Systemdichtheit prüfen" S.91).



BEACHTEN

Der Katalysator kann beim ersten Aufheizen ausgasen (Nebelbildung im TIC-Kondensatgefäß). Er muss daher beim ersten Aufheizen ca. 30 min (bis keine Nebelbildung mehr auftritt) bei Betriebstemperatur ausgeglüht werden.

Ziehen Sie in dieser Zeit die Wasserfallen aus den Schlauchverbindungen, um den Gasweg zum Detektor zu unterbrechen.

7.6 TIC-Reaktor regenerieren



VORSICHT

Der TIC-Reaktor wird mit 10 %iger Phosphorsäure aus der Reagenzienflasche regeneriert! Phosphorsäure reizt Augen, Haut und Schleimhäute!

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

**BEACHTEN**

Bei TIC-Messverfahren wird der TIC-Reaktor automatisch regeneriert. Eine Regeneration ist auch nach längeren Standzeiten notwendig.

Bei Verwendung des NPOC-Modus ist eine Regeneration des TIC-Reaktors nicht erforderlich.

Die Regenerierung des TIC-Reaktors läuft folgendermaßen ab:

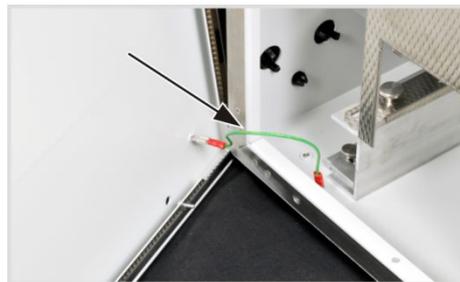
1. Rufen Sie den Menübefehl APPARATUR ► EINZELANSTEUERUNG auf.
2. Wählen Sie im Fenster EINZELANSTEUERUNG aus dem Listenfeld REGENERATION TIC-REAKTOR aus.
3. Klicken Sie die Schaltfläche [START F2] an.
 - ✓ Phosphorsäure wird in den TIC-Reaktor gepumpt, der TIC-Reaktor wird abgepumpt und ausgeblasen.

7.7 TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange warten

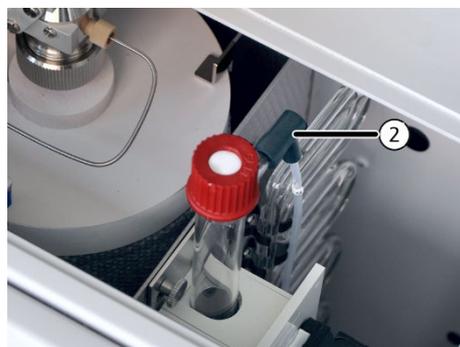
7.7.1 TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange ausbauen und reinigen

Das TIC-Kondensatgefäß und die Kondensationsschlange sind auf der rechten Seite des Ofens auf einer Trägerplatte befestigt. Bauen Sie die beiden Gefäße wie folgt aus:

1. Schalten Sie den Analysator am Hauptschalter aus, ziehen Sie den Netzstecker aus der Steckdose und stellen Sie die Gasversorgung ab.



2. Entfernen Sie die obere Abdeckung.
3. Öffnen 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.



4. Ziehen Sie den Schlauch Nr. 2 (zu den Wasserfallen) am oberen Ausgang des TIC-Kondensatgefäßes ab.



1 2 3

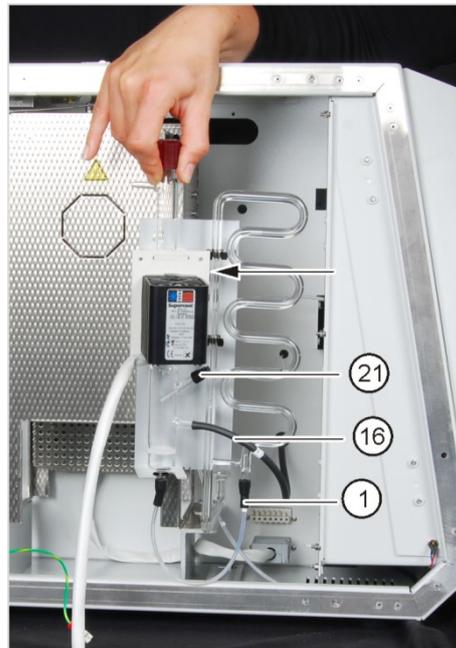
5. Trennen Sie die Kugelschliffverbindung (3) zwischen dem unteren Ende des Verbrennungsrohrs und dem Eingang der Kondensationsschlange, indem Sie die Rändelschraube (1) lockern und die Gabelklemme (2) entfernen.



6. Entfernen Sie die Rändelschraube zur Befestigung der Trägerplatte.



7. Ziehen Sie den Stecker des Peltierkühlblocks aus dem Anschluss an der hinteren Wand an (siehe Pfeil).
8. Nehmen Sie die Trägerplatte des TIC-Kondensatgefäßes und der Kondensationsschlange aus der Aufhängung auf der rechten Ofenseite.



9. Ziehen Sie Schläuche (inklusive FAST-Verbinder) Nr. 1, 16 und 21 von den Anschlüssen des TIC-Kondensatgefäßes und der Kondensationsschlange ab.

10. Drücken Sie die Kondensationsschlange aus den Klemmen auf der Trägerplatte (Pfeil) und legen Sie diese vorsichtig ab.



11. Schrauben Sie den Peltierkühlblock seitlich mit 4 Schrauben von der Einlegeschale für das TIC-Gefäß ab.

12. Nehmen Sie das TIC-Kondensatgefäß aus der Schale und gießen Sie den Inhalt in ein Becherglas.

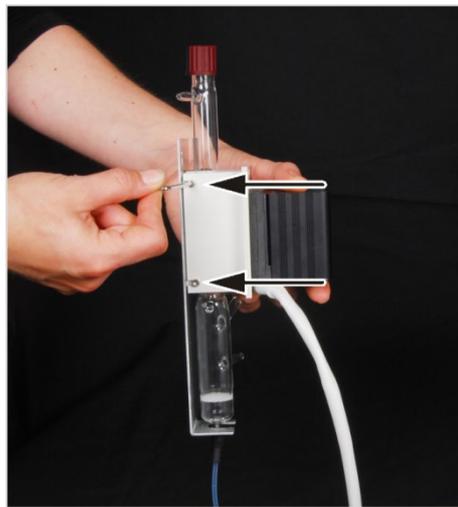
13. Kontrollieren Sie das TIC-Kondensatgefäß und die Kondensationsschlange auf Ablagerungen und Risse.

14. Spülen Sie beide Gefäße mit Reinstwasser aus und lassen Sie sie gut trocknen.

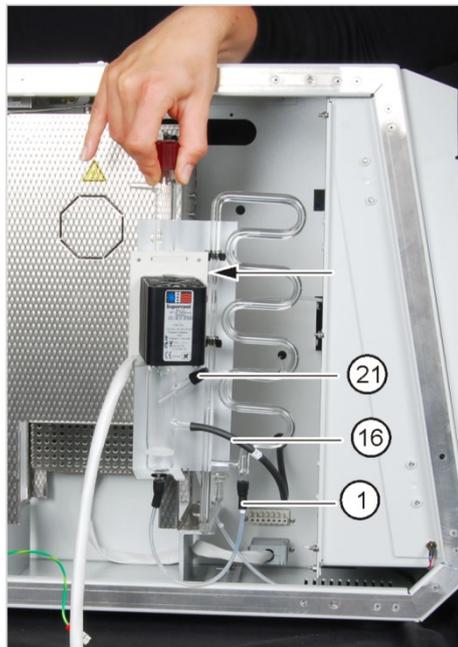
7.7.2 TIC-Kondensatgefäß und Kondensationssschlange einbauen



1. Schieben Sie den Gummiring auf den unteren Stützen des Kondensatgefäßes. Er schützt das Glasgefäß bei der Auflage auf den Metallhalter der Trägerplatte.



2. Legen Sie das Kondensatgefäß in Schale der Trägerplatte.
3. Schrauben Sie den Peltierkühlblock seitlich mit 4 Schrauben an der Schale an.



4. Drücken Sie die Kondensationssschlange in die Klemmen auf der Trägerplatte (Pfeil).
5. Schließen Sie folgende Schläuche an:
 - Schlauch Nr. 1 verbindet TIC-Kondensatgefäß mit der Kühlschlange
 - Schlauch Nr. 16 zur Kondensatpumpe
 - Schlauch Nr. 21 zur Phosphorsäurepumpe (dieser Schlauch muss in das TIC-Kondensatgefäß hineinragen)

Hinweis:

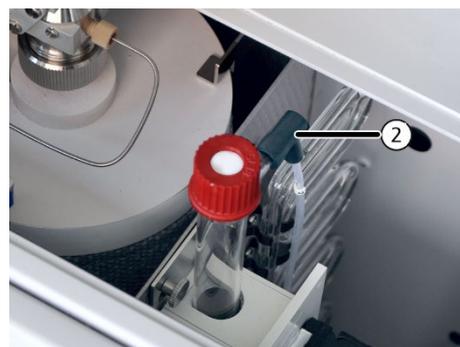
FAST-Verbinder und Schlauch Nr. 6 müssen mindestens 1 cm auf die Glasstützen des TIC-Kondensatgefäßes geschoben werden.



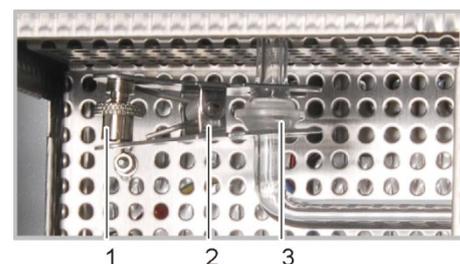
6. Hängen Sie die Trägerplatte in die Aufhängung auf der rechten Ofenseite. Der Kugelschliffanschluss der Kondensatschlange ragt dabei in den Durchbruch des Verbrennungsofens.
7. Schließen Sie den Peltierkühlblock an der hinteren Wand an (siehe Pfeil).



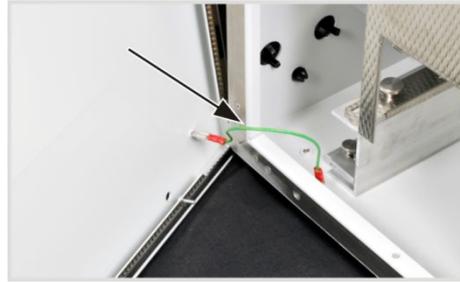
8. Befestigen Sie die Trägerplatte mit der Rändelschraube am Verbrennungsofen.



9. Schließen Sie den Schlauch Nr. 2 (zu den Wasserfällen) am oberen Ausgang des TIC-Kondensatgefäßes an.



10. Fügen Sie das untere Ende des Verbrennungsrohrs und den Eingang der Kondensationsschlange zusammen (Kugelschliffverbindung(3)).
11. Sichern Sie die Kugelschliffverbindung mit der Gabelklemme (2) und ziehen Sie die Rändelschraube (1) handfest an.



12. Schließen Sie die Seitenwand. Stecken Sie den Schutzleiteranschluss an der linken Seitenwand an. Schrauben Sie zunächst die Schrauben an der unteren und anschließend an der oberen Seite an. Ziehen Sie die Schrauben reihum fest.

13. Legen Sie die obere Abdeckung auf das Gerätegehäuse.

14. Stellen Sie die Gasversorgung an, stecken Sie den Netzstecker in die Steckdose und schalten Sie den Analysator am Hauptschalter ein.

15. Prüfen Sie die Systemdichtheit (siehe Abschnitt "Systemdichtheit prüfen" S. 91).

7.8 Verbrennungsofen aus- und einbauen

7.8.1 Verbrennungsofen ausbauen



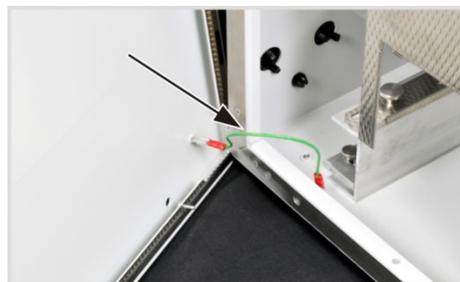
VORSICHT

Am Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau des Verbrennungsrohres nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen!

Stellen Sie vor dem Ausschalten die Ofentemperatur in multiWin auf 20 °C ein und beenden Sie multiWin. Bei der Prüfung der Systemdichtheit nach dem Einbau besteht ansonsten Verbrennungsgefahr!

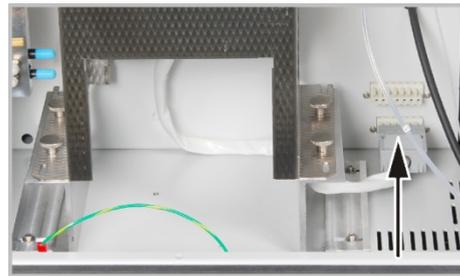
Bauen Sie den Verbrennungsofen wie folgt aus:

1. Schalten Sie den Analysator am Hauptschalter aus, ziehen Sie den Netzstecker aus der Steckdose und stellen Sie die Gasversorgung ab.
2. Nehmen Sie die obere Abdeckung ab.

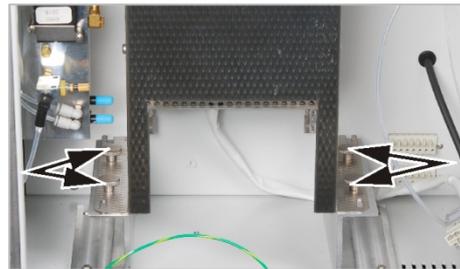


3. Öffnen Sie die linke Seitenwand des Analysators. Schrauben Sie die vier Befestigungsschrauben ab, die Schrauben sind unverlierbar und bleiben in der Wand. Ziehen Sie den Schutzleiteranschluss ab und legen Sie die Seitenwand sicher ab.

4. Bauen Sie das Verbrennungsrohr (siehe Abschnitt "Verbrennungsrohr ausbauen" S. 74) aus.
5. Bauen Sie das TIC-Kondensatgefäß und die Kondensationsschlange aus (siehe Abschnitt „TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange ausbauen und reinigen“ S. 80).



6. Ziehen Sie den Steckverbinder für den Verbrennungsofen aus dem Steckplatz.



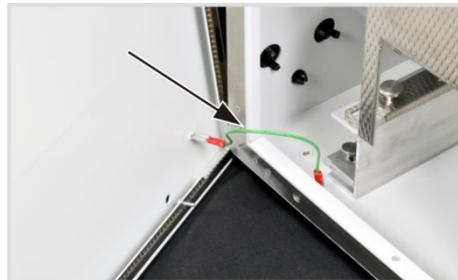
7. Entfernen Sie die vier Schrauben zur Befestigung des Verbrennungsofens auf dem Stativ.

8. Heben Sie den Verbrennungsofen aus dem Analysator.

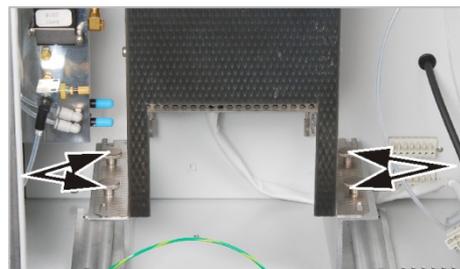
7.8.2 Verbrennungsofen einbauen

Bauen Sie den Verbrennungsofen wie folgt ein:

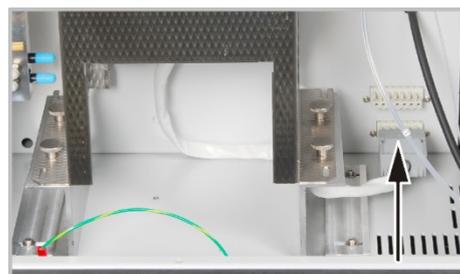
1. Nehmen Sie die obere Abdeckung ab.



2. Öffnen 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.



3. Setzen Sie den Ofen auf das Stativ und befestigen Sie ihn mit den vier Rändelschrauben. Schrauben Sie die Rändelschrauben handfest an.



4. Stecken Sie den Steckverbinder für den Verbrennungsofen an den Steckplatz.

5. Bauen Sie das Verbrennungsrohr ein (siehe Abschnitt "Verbrennungsrohr einbauen" S. 77).

6. Bauen Sie das TIC-Kondensatgefäß und die Kondensationsschlange ein (siehe Abschnitt "TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange einbauen" S. 83).



7. Schieben Sie Probenansaugschlauch und Ausblasschlauch durch die obere Öffnung. Legen Sie die Abdeckung auf.
8. Schließen Sie die Seitenwand. Stecken Sie den Schutzleiteranschluss an der linken Seitenwand an. Schrauben Sie zunächst die Schrauben an der unteren und anschließend an der oberen Seite an. Ziehen Sie die Schrauben reihum fest.

7.9 Pumpenschlauch ausbauen und ersetzen



VORSICHT

Im Pumpenschlauch befindet sich Phosphorsäure! Phosphorsäure reizt Augen, Haut und Schleimhäute!

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

Prüfen Sie die Pumpschläuche der Kondensat-Pumpe und der Phosphorsäure-Pumpe alle 3 Monate bzw. nach jedem Katalysatorwechsel auf Dichtheit.

Kondensat-Pumpe

Bauen Sie den Pumpenschlauch der Kondensat-Pumpe wie folgt aus und prüfen Sie diesen auf Dichtheit:

1. Öffnen Sie die Türen des Analysators.



2. Drücken Sie den Bügel an der Kondensat-Pumpe nach links.
3. Ziehen Sie Schläuche Nr. 16 und 17 von den Anschlüssen ab.

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

Hinweis:

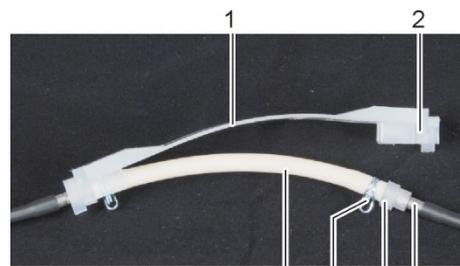
Tritt Feuchtigkeit aus dem Pumpenschlauch oder den Anschlüssen aus, ist der Pumpenschlauch zu ersetzen.

6. Wischen Sie den Pumpenkörper und den Rollenträger mit Reinstwasser ab.

7. 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 Metallstützen | 6 Pumpschlauch |

8. Drücken Sie den intakten bzw. neuen Pumpenschlauch in das Laufband ein.

Hinweis:

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



9. Legen Sie das Laufband um den Pumpenkörper.

10. Drücken Sie das Laufband mit einer Hand nach oben, mit der anderen Hand drehen Sie den Bügel nach rechts, bis dieser einrastet.

11. Schieben Sie die Schläuche Nr. 16 und 17 wieder auf die entsprechenden Stützen.

12. Prüfen Sie die Systemdichtheit (siehe Seite 186).

Phosphorsäure-Pumpe



Bauen Sie den Pumpenschlauch analog dem Ausbau für die Kondensat-Pumpe aus und prüfen Sie ihn auf Dichtheit.

Die Schläuche Nr. 22 und 21 sind mit Hilfe von Fingertight-Verbindungen an der Pumpe angeschlossen. Schrauben Sie die Anschlüsse der Schläuche beim Ausbau von den Verbindern ab und nach dem Einbau des Pumpenschlauches wieder fest.

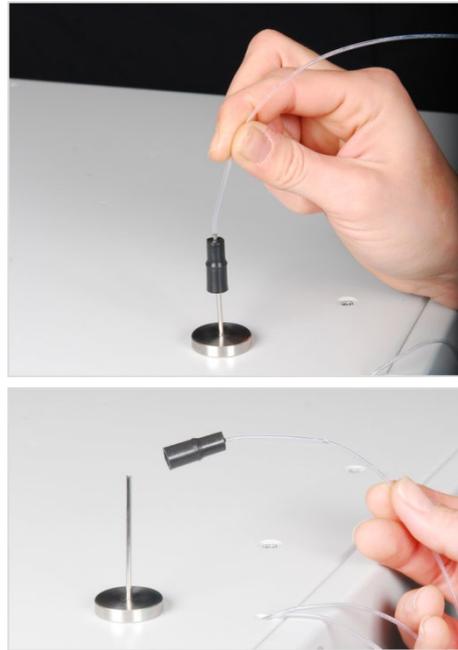
7.10 Schlauchverbindungen ersetzen

Kontrollieren Sie regelmäßig die Schlauchverbindungen auf Dichtheit. Bauen Sie defekte Schläuche und Schlauchverbindungen aus und ersetzen Sie diese. Prüfen Sie die Systemdichtheit (siehe Abschnitt "Systemdichtheit prüfen" S. 91).

Im Analysator kommen hauptsächlich FAST-Verbinder für die Verbindung der Schläuche mit den Glasteilen zum Einsatz. Für das Einfädeln von dünnen Schläuchen in die FAST-Verbinder benutzen Sie die Einfädelhilfe. Sie liegt dem Werkzeug des Analysators bei.

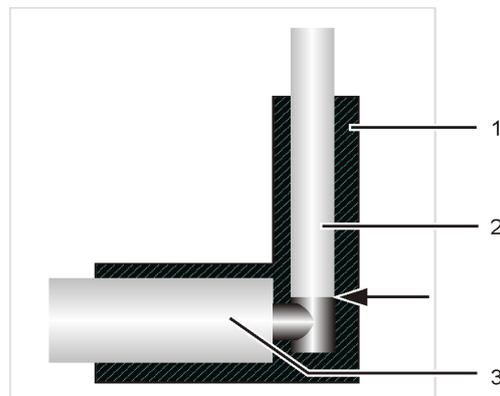


1. Schieben Sie den FAST-Verbinder auf die Kanüle der Einfädelhilfe. Die engere Bohrung des Verbinders weist dabei nach oben.



2. Stecken Sie den Schlauch in die Kanüle der Einfädelhilfe.
3. Schieben Sie den FAST-Verbinder von der Kanüle auf den Schlauch und ziehen Sie den Schlauch aus der Kanüle.
4. Ziehen Sie den Schlauch soweit aus dem FAST-Verbinder heraus, so dass er nicht mehr in die weitere Bohrung des Verbinders ragt.

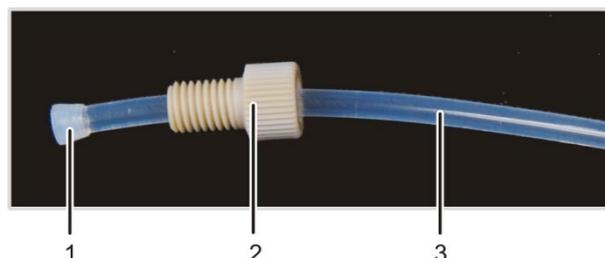
Bei FAST-Verbindern mit Winkeln beachten Sie, dass Sie die Schlauchenden nicht über die Schenkellänge des Verbinders hinauschieben, damit ein ungehinderter Gasfluss gewährleistet ist.



- 1 gewinkelter FAST-Verbinder
- 2 Schlauch
- 3 Anschluss-Stutzen

Abb. 31 Gewinkelter FAST-Verbinder mit angeschlossenem Schlauch

Bei der Erneuerung von beschädigten Fingertight-Verschraubungen verwenden Sie nur gerade geschnittene, runde und nicht gequetschte Schlauchenden für die Verbindung. Schieben Sie den Dichtkegel mit der konischen Seite zur Hohl-schraube hin auf den Schlauch. Dichtkegel und Schlauchende müssen bündig abschließen.



- 1 Dichtkegel
- 2 Hohl-schraube
- 3 Schlauch

Abb. 32 Fingertight-Verbindung ersetzen

7.11 Systemdichtheit prüfen

Die Systemdichtheit wird automatisch am Gasausgang des Analysators geprüft.

Achtung: Während der Aufheizzeit ist keine korrekte Flussmessung möglich. Warten Sie bis im Fenster SYSTEM-STATUS die Meldung OFEN OK erscheint.

1. Schalten Sie den Analysator multi N/C 2100S ein.
2. Öffnen Sie die Trägergaszufuhr am Druckminderer.
3. Starten Sie die Steuer- und Auswertesoftware multiWin.
4. Kontrollieren Sie die Flussanzeige im Fenster SYSTEM-STATUS.
 - MFC (Eingangsfluss): 160 ml/min
 - MFM1 (Ausgangsfluss): 160 ml/min (± 10 ml/min)



BEACHTEN

Wenn der Ausgangsfluss deutlich unterhalb des Eingangsflusses von 160 ml/min liegt, müssen Sie alle Verbindungsstellen nochmals überprüfen.

7.12 Septen wechseln

Die Septen müssen in regelmäßigen Abständen ausgewechselt werden. Ein Austausch ist erforderlich, wenn die Systemdichtheit nicht mehr gegeben ist.

Das Septum der TIC-Schleuse sollte nach Bedarf gewechselt werden, spätestens jedoch nach 12 Monaten (nicht bei multi N/C 2100S pharma)

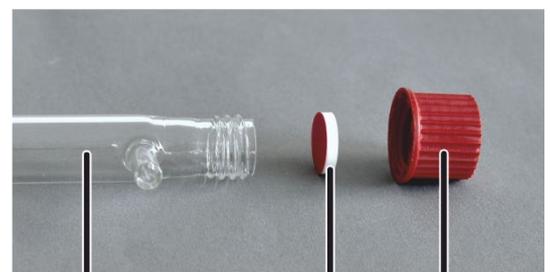


VORSICHT

An der TC-Schleuse besteht Verbrennungsgefahr! Lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen, bevor Sie das Septum der TIC-Schleuse wechseln.



- 1 TIC-Schleuse mit Septum-Verschluss
- 2 TIC-Gefäß mit Schraubgewinde



- 3 Septum
- 4 Schraubkappe

Abb. 33 TIC-Schleuse mit Septumverschluss

Das Septum der TIC-Schleuse wird wie folgt gewechselt:

1. Drehen Sie die Schleuse an der Kunststoffrändelmutter entgegen dem Uhrzeigersinn auf. Nehmen Sie die Schraubkappe mit Septum ab.
2. Entfernen Sie das alte Septum und setzen ein neues Septum in die Schraubkappe ein. Die rote Seite des Septums muss zum TIC-Gefäß zeigen.
 - ✓ Das Septum ist erneuert.

Das Septum auf der Spritze (zum Abdichten des Systems während der Injektion über die septumfreie Schleuse) sollte ebenfalls überprüft und gegebenenfalls gewechselt werden.

8 Störungsbeseitigung

8.1 Allgemeine Hinweise

Im folgenden Kapitel werden eine Reihe möglicher Probleme, die der Benutzer zum Teil selbst beheben kann, beschrieben. Sollten solche Probleme gehäuft auftreten, ist in jedem Fall der Service der Analytik Jena GmbH zu benachrichtigen.

Sobald der multi N/C 2100S eingeschaltet ist, erfolgt eine Systemüberwachung. Nach dem Start werden auftretende Fehler in einem Fenster angezeigt. Ein Messstart ist nicht möglich.

Die Fehlermeldungen muss der Benutzer durch Anklicken der Schaltfläche [OK] bestätigen. Anschließend öffnet im Hauptfenster ein Hinweistext und ggf. die Schaltfläche [ANALYSEGERÄT INITIALISIEREN].

Eine Flusskontrolle erfolgt immer unmittelbar vor dem Messstart. Ein Flussfehler wird registriert, sobald der Istfluss ± 10 ml/min vom Sollfluss abweicht.

Zur Fehleranalyse können Protokolldateien aufgezeichnet werden. Die Aufzeichnung der Protokolldateien sollte bei speziellen Fehlern in Absprache mit dem Service der Analytik Jena GmbH aktiviert werden. Die Protokolldateien werden im Verzeichnis ...multi-Win\LOG abgelegt.

Folgende Dateien können erzeugt und abgespeichert werden:

- multiWin_LOG.*:
 - Protokoll-Datei für Fehlermeldungen
 - wird immer automatisch erzeugt
- multiWin_ADU.*:
 - Protokoll-Datei zur Überwachung des NDIR-Detektors
 - wird automatisch erzeugt
 - Mit dem Menübefehl APPARATUR ► KOMPONENTENTEST das Fenster KOMPONENTENTEST ► Karte OPTISCHE BANK öffnen und das Feld WERTE aufzeichnen aktivieren.



BEACHTEN

Können die nachfolgenden Fehler nicht durch die Hinweise zur Fehlerbehebung beseitigt werden, ist in jedem Fall der Service der Analytik Jena GmbH zu benachrichtigen. Dies gilt auch, wenn einzelne Fehler gehäuft auftreten.

- Zur Fehlerdiagnose das Verzeichnis multiWin\LOG kopieren. Dafür den Menübefehl COPY ..\MULTIWIN\LOG*. * im Menü APPARATUR / SYSTEM-PARAMETER / Karte FEHLERANALYSE nutzen.
- Das Verzeichnis per E-Mail an den Service der Analytik Jena GmbH senden (siehe Serviceadresse auf der Titelseite).

8.2 Fehlermeldungen in multiWin

Fehler-Code	Fehlermeldung	
VERS	Kommunikationsfehler – Falscher Befehlssatz zwischen PC und Gerät!	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> interne und externe Programmversion stimmen nicht überein 	<ul style="list-style-type: none"> Update des internen und externen Programms durchführen
VERS1	Kommunikationsfehler – Analysengerät	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> Analysator nicht eingeschaltet multiWin zu zeitig gestartet Analysator nicht mit PC verbunden falsche COM-Schnittstelle am externen Rechner im multiWin ausgewählt 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator einschalten multiWin erst nach 30 s starten Verbindung Analysator – PC prüfen gesteckte Schnittstelle am externen Rechner überprüfen; ggf. andere Schnittstelle in multiWin auswählen mit Menübefehl KONFIGURATION ▶ SCHNITTSTELLE
-6	Analysengerät ist beschäftigt	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> Analysengerät > 10 min im Beschäftigungsstatus 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren
-5	Kommunikationsfehler – Analysengerät STAT, MESS, STEP oder INIT	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> Kommunikationsfehler 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren
-4	Kommunikationsfehler – Analysengerät	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> Kommunikationsfehler 	<ul style="list-style-type: none"> Schnittstellenkabel überprüfen Analysator initialisieren

-3 -2 -1	Befehl vom Analysengerät CRC-Fehler ungültiger Befehl vom Analysengerät	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kommunikationsfehler 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Analysator initialisieren
1 2 3 4 5 6	Befehl vom PC nicht vollständig Befehl vom PC ohne STX Befehl vom PC kein * vorhanden Befehl vom PC CRC-Fehler Befehl vom PC ungültiger Befehl Befehl vom PC ungültiger MESS-Befehl	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ gestörte Verbindung zwischen internem und externem Programm 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Analysator initialisieren
7 8 9	COM 2 nicht vorhanden COM 3 nicht vorhanden COM 4 nicht vorhanden	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Probleme mit interner Hardware 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Analysator aus-/einschalten
10	Gasdruckfehler	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gegendruck im Analysensystem zu groß: Trägergaszufuhr wird zum Schutz des Analysators automatisch unterbrochen; Flussanzeige MFC ca. 0 ml/min 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Komponente, die Gasdruckfehler verursacht, suchen und erneuern
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Wasserfalle belegt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Anschluss vor den Wasserfallen lösen und Analysator neu initialisieren ▪ Kontrolle, ob Gasdruckfehler erneut auftritt, wenn nein, Erneuerung der Wasserfallen
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ kein Gasfluss am Messgasausgang (Abknicken des Begasungsschlauchs zur Probenbegasung) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Begasungsschlauch kontrollieren, ggf. Knickstelle beseitigen
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verstopfung in der Kondensationsschlange durch Katalysatorkugeln 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Messgasfluss zwischen Verbrennungsrohr und Kondensationsschlange unterbrechen ⇒ Kontrolle, ob „Gasdruckfehler“ erneut auftritt, wenn nein – Kondensationsschlange mit Reinstwasser frei spülen ▪ Bei Katalysatorwechsel unbedingt darauf achten, dass genügend Quarzglaswolle als erste Schicht eingefüllt wird
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verbrennungsrohr „versalzt“ (durch Analyse stark salzhaltiger Proben Ansammlung von Salz im Verbrennungsrohr) ▪ HT-Matte durch Analyse stark salzhaltiger Proben verbraucht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ HT-Matte im Verbrennungsrohr erneuern oder Katalysatorwechsel (abhängig von Anzahl der Messungen mit aktueller Katalysatorfüllung und Aktivität des Katalysators).
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gaszufuhr zum Ofenkopf verstopft 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gaszufuhr zum Ofenkopf reinigen

12	falsche Versionsnummer					
	Ursache	Beseitigung				
	<ul style="list-style-type: none"> Version multiWin und Software interner Rechner passen nicht zusammen 	<ul style="list-style-type: none"> Entsprechendes Update durchführen 				
13	keine Verbindung zum Sampler					
	Ursache	Beseitigung				
	<ul style="list-style-type: none"> Probengeber nicht eingeschaltet Verbindungskabel nicht angeschlossen bzw. defekt 	<ul style="list-style-type: none"> Probengeber einschalten, Analysator initialisieren Verbindungskabel überprüfen 				
15	kein O₂-Druck am HT-Ofen					
	Ursache	Beseitigung				
	<ul style="list-style-type: none"> O₂-Anschluss nicht vorhanden oder defekt 	<ul style="list-style-type: none"> Trärgas an HT-Ofen anschließen (4 – 6 bar Vordruck überprüfen) 				
16	Fehler Schleuse (Klappkopf) TC					
	Ursache	Beseitigung				
	<ul style="list-style-type: none"> Automatische Schleuse öffnet nicht 	<ul style="list-style-type: none"> Gasdruck des Hilfsgases für Schleusen kontrollieren (4 bis 6 bar Vordruck erforderlich) Schlauchanschlüsse der Schleuse kontrollieren 				
20	keine Verbindung zur Optik (NDIR)					
21			CRC-Fehler Optik			
22					Statusfehler Optik	
26						
	Ursache	Beseitigung				
	<ul style="list-style-type: none"> Kommunikationsfehler NDIR-Detektor defekt 	<ul style="list-style-type: none"> Analysator initialisieren Service benachrichtigen 				
24	Optik-Fehler; Analogwerte außer Bereich					
	Ursache	Beseitigung				
	<ul style="list-style-type: none"> Analogwerte des Detektors liegen außerhalb des Arbeitsbereiches 	<ul style="list-style-type: none"> Qualität des Trärgases überprüfen Analysator initialisieren und Analogwerte über Komponententest kontrollieren 				
27	Optik-Fehler; Analogwerte außer Bereich					
	Ursache	Beseitigung				
	<ul style="list-style-type: none"> Analogwerte des Detektors liegen außerhalb des Arbeitsbereiches 	<ul style="list-style-type: none"> Qualität des Trärgases überprüfen Für Feststoffmethoden und Anschluss von HT 1300 Trärgasfluss > Saugfluss Analysator initialisieren und Analogwerte über Komponententest kontrollieren 				

30	keine Verbindung zum N-Sensor	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ CLD ist nicht eingeschaltet ▪ Verbindungskabel nicht angeschlossen bzw. defekt ▪ falscher Anschluss 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ CLD einschalten ▪ Verbindungskabel überprüfen ▪ Anschluss überprüfen
80	keine Verbindung zum Temperaturcontroller	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ keine Verbindung zum Feststoffmodul HT-Ofen ▪ nicht eingeschaltet ▪ falscher Anschluss 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Feststoffmodul einschalten ▪ Verbindungskabel überprüfen ▪ Anschluss überprüfen
81	Bruch Thermoelement HT-Ofen	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ defektes Thermoelement ▪ Ofen nicht angeschlossen ▪ zu hohe Temperatur am Ofen 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen ▪ Ofen anschließen ▪ Service benachrichtigen
84	Kommunikationsfehler Temperaturcontroller HT-Ofen	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kommunikationsfehler 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen
86	kein externer Ofen vorhanden	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ keine Verbindung zum Feststoffmodul 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verbindungskabel überprüfen
113	AS 60: Fehler im z-Antrieb (Schritte verloren)	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Sampler in z-Richtung (Eintauchtiefe) dejustiert 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Überprüfung Samplerjustage
200	Neustart des Computers im Analysengerät	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Reset interner Rechner ▪ Überspannung ▪ kurzzeitiger Spannungsausfall 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ wenn LED-Anzeige "interner Rechner" leuchtet, dann Analysator initialisieren ▪ bei wiederholtem Auftreten genau beobachten, zu welchem Zeitpunkt der Fehler auftritt (Statuszeile beachten)
201	Neustart des internen Programms	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ interner Programmfehler 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Analysator initialisieren ▪ bei wiederholtem Auftreten genau beobachten, zu welchem Zeitpunkt der Fehler auftritt (Statuszeile beachten)

MESSx	Fehler Analysengerät: MESSx Messung wird abgebrochen	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gerätefehler 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Analysator initialisieren ▪ Fenster SYSTEM-STATUS nach Fehlerbestätigung beachten ▪ Fehlerursache suchen und beseitigen
	Peltiertemperatur außer Bereich	
	Ursache	Beseitigung
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Peltierkühlung nicht ausreichend 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen <p>Hinweis: Nach erfolgter Reparatur wird ein Wechsel der Wasserfallen empfohlen.</p>
	Mindestprobenvolumen > Gefäßvolumen	
	Ursache	Beseitigung
	bei Probenaufgabe mit Probengeber: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Probenvolumen zu groß gewählt ▪ Anzahl der Bestimmungen zu hoch 	Einstellungen in Methode überprüfen: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Probenvolumen/Spülvolumen ▪ Anzahl der Bestimmungen (Wiederholmessungen) dem Gefäßvolumen anpassen

8.3 Statusfehler – Anzeigen im Fenster System-Status

Statusfehler werden im Fenster SYSTEM-STATUS rot bzw. gelb dargestellt. Alle Anzeigen mit MFC-Werten betreffen nur den multi N/C 2100S.

Fehleranzeige	
Flussanzeige MFC: 160 ml/min Flussanzeige MFM: < 150 ml/min	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ TIC-Septum undicht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Septum austauschen
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Automatische Schleuse undicht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Siehe unter Automatische Schleuse undicht auf S. 104
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Überwurfmutter an Schleuse nicht richtig angezogen (nach Katalysatorwechsel) ▪ Trägergaszufuhr in TC-Schleuse nicht richtig eingeschraubt (nach Katalysatorwechsel) ▪ Dichtringe am Verbrennungsrohr defekt (stark deformiert) oder nicht aufgeschoben (nach Katalysatorwechsel) ▪ TIC-Kondensatgefäß – FAST-Verbinder undicht ▪ Verbindungen am Wasserfallensystem undicht (nach Einbau Wasserfallen, Einbau Halogenfalle) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verschraubungen auf Vollständigkeit, Deformation kontrollieren, ggf. festdrehen ▪ Trägergaszufuhr kontrollieren (FAST-Verbinder an der Analysatorwand und Schraubverbindung an der Schleuse) ▪ alle Verbindungsstellen (Wasserfallen) kontrollieren und gegebenenfalls wechseln
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verbindung Verbrennungsrohr – Kondensations-schlange undicht ▪ Verbrennungsrohr defekt (Risse, ausgebrochene Stellen am Rand) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verbindung Verbrennungsrohr – Kondensations-schlange kontrollieren (Sitz der Gabelklemme) ▪ Glasteile kontrollieren, wenn defekt, durch neue ersetzen

<ul style="list-style-type: none"> TIC-Kondensatgefäß defekt (ausgebrochene Stellen an den Anschlüssen) 	
<ul style="list-style-type: none"> Wasserfallen belegt 	<ul style="list-style-type: none"> Wasserfallen ersetzen
<ul style="list-style-type: none"> Schlauch der Kondensat-Pumpe undicht 	<ul style="list-style-type: none"> Kondensat-Pumpe kontrollieren, ggf. Schlauch ersetzen
Flussanzeige MFC: 160 ml/min Flussanzeige MFM 1: < 150 ml/min oder > 170 ml/min	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> MFM (Massenflussmesser) defekt 	<ul style="list-style-type: none"> Fluss, wenn möglich, mit externem Massenflussmesser zur Fehlerbestätigung kontrollieren Service benachrichtigen
<ul style="list-style-type: none"> Füllung Halogenfalle verbraucht 	<ul style="list-style-type: none"> Halogenfalle überprüfen
Flussanzeige MFC: < 160 ml/min oder schwankend Flussanzeige MFM1 : < 150 ml/min	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> kein Trägergas Schlauchleitung undicht 	<ul style="list-style-type: none"> Trägergas am Druckminderer aufdrehen undichte Stelle suchen und beseitigen
<ul style="list-style-type: none"> Vordruck der Trägergaszufuhr zu niedrig 	<ul style="list-style-type: none"> Trägergasvordruck auf 4 bis 6 bar einstellen
<ul style="list-style-type: none"> Druckschalter im Analysator wurde ausgelöst – gleichzeitig Fehlermeldung in multiWin „Gasdruckfehler“ 	<ul style="list-style-type: none"> Siehe Gasdruckfehler (Fehler-Code 10) auf Seite 95
<ul style="list-style-type: none"> MFC defekt 	<ul style="list-style-type: none"> Service benachrichtigen
Flussanzeige MFC: < 160 ml/min Flussanzeige MFM1 : < Abweichung vom Eingangsfluss ± 10 ml/min	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Kein Trägergas 	<ul style="list-style-type: none"> Trägergas am Druckminderer aufdrehen
<ul style="list-style-type: none"> Vordruck der Trägergaszufuhr zu niedrig 	<ul style="list-style-type: none"> Trägergasvordruck auf 4 – 6 bar einstellen
<ul style="list-style-type: none"> MFM defekt 	<ul style="list-style-type: none"> Service benachrichtigen
Flussanzeige MFC: 160 ml/min Flussanzeige MFM 1: > 170 ml/min	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Peltierkühlung nicht ausreichend (gleichzeitig Fehlermeldung "Temperatur außer Bereich unter Peltier-temperatur") 	<ul style="list-style-type: none"> Von oben her am TIC-Kondensatgefäß prüfen, ob gekühlt wird (Bildung von Kondenswasser am Kühlblock zeigt an, dass die Kühlung funktioniert)
<ul style="list-style-type: none"> MFC defekt 	<ul style="list-style-type: none"> Service benachrichtigen
Flussanzeige MFC: 0 ml/min Flussanzeige MFM 1: 0 ml/min	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Verstopfung einer Schlauchleitung 	<ul style="list-style-type: none"> Verstopfte Schlauchleitung wechseln ggf. verstopfte Schlauchleitung ausbauen und spülen, danach wieder einbauen
<ul style="list-style-type: none"> keine Methode geladen 	<ul style="list-style-type: none"> Methode laden

Werte des NDIR-Detektors unter Opt. Bank gelb dargestellt	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Analogwerte des Detektors liegen am Rand des Arbeitsbereichs. <p>Hinweis: Die ADU-Werte können in der Steuer- und Auswertesoftware multiWin mit dem Menübefehl APPARATUR ► KOMPONENTEN-TEST auf der Karte OPTISCHE BANK eingesehen werden.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Messungen sind weiterhin möglich, der Benutzer soll darauf aufmerksam gemacht werden, dass die ADU-Werte des Detektors den optimalen Bereich verlassen Halogenfalle kontrollieren und gegebenenfalls erneuern Rücksprache mit der Applikation der Analytik Jena GmbH zu speziellen Applikationsvorschriften bei schwieriger Probenmatrix



BEACHTEN

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

8.4 Gerätefehler und analytische Probleme

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

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

Fehler	
Wasserfallen belegt	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Standzeit abgelaufen (Erneuerung nach 6 Monaten empfohlen, matrixabhängig) Vermessung von Proben mit starker Aerosolbildung 	<ul style="list-style-type: none"> Erneuerung der Wasserfallen (siehe Abschnitt "Wasserfallen ersetzen" S. 70)
streuende Messwerte	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> Füllung Verbrennungsrohr verbraucht Dosierung fehlerhaft 	<ul style="list-style-type: none"> Katalysatorwechsel durchführen Dosierung überprüfen Spritzenvolumen prüfen (Aufdruck auf Spritze und Eintragung in multiWin überprüfen (Menübefehl KONFIGURATION ► OPTIONEN BEARBEITEN, Karte GERÄTEKOMPONENTEN, Liste SPITZENGRÖßE))
<ul style="list-style-type: none"> Kanüle beschädigt 	<ul style="list-style-type: none"> Kanüle wechseln Partikelgängige Kanüle für partikelhaltige Lösungen verwenden
<ul style="list-style-type: none"> inhomogene Probenmatrix 	<ul style="list-style-type: none"> Kalte Proben vor der Analyse temperieren Proben vor der Analyse filtrieren

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Rührung unzureichend 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ partikelhaltige Proben rühren, bei Messungen mit Probengeber Rührgeschwindigkeit im multiWin unter METHODE ▶ BEARBEITEN ▶ PROZESSPARAMETER ▶ RÜHREN anpassen
<ul style="list-style-type: none"> ▪ empfindliche Proben 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Eintrag von CO₂ oder organischen Dämpfen aus der Umgebungsluft verhindern ▪ Probengefäße auf Probengeber mit Aluminiumfolie abdecken ▪ Bei Handmessung Kopfraum des Probengefäßes begasen ▪ Umgebungsbedingungen überprüfen ▪ Störquelle beseitigen

Drift NDIR-Basis

- | | |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> ▪ ungünstige Integrationskriterien ▪ Messung wird zu früh abgebrochen | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Einstellungen überprüfen ▪ Maximale Integrationszeit verlängern |
|--|--|

Minderbefunde; Alle Bereiche

Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Katalysator verbraucht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Katalysator wechseln
<ul style="list-style-type: none"> ▪ System undicht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Schleuse auf Dichtheit überprüfen oder Septum wechseln
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Falsches Injektionsvolumen 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Es muss das in der Methode eingestellte Probenvolumen injiziert werden (Handdosierung!)
<ul style="list-style-type: none"> ▪ fehlerhafte Dosierung 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierung überprüfen (siehe S. 102)
<ul style="list-style-type: none"> ▪ partikelhaltige Proben nicht oder zu wenig gerührt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Partikelhaltige Proben rühren
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Justage z-Koordinate für automatische Schleusen nicht in Ordnung (System während Injektion in automatische Schleuse undicht) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Justage Probengeber kontrollieren und ggf. Probengeber neu justieren (siehe S. 66)
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Für automatische Schleusen: Septum auf Spritze dichtet nicht mehr 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Septum auf Spritze wechseln

Minderbefunde für Analysen über Verbrennung (TC, TOC, NPOC, TN_b)

TIC Messungen sind in Ordnung

Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Katalysator verbraucht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Bei Verwendung von Platinkatalysator für multi N/C und Messungen im Differenzmodus (Proben neutral, leicht alkalisch) ist eine Regeneration des Katalysators möglich ▪ Mehrmalige Injektion (6 mal) von angesäuertem Reinstwasser (mit HCl auf pH 2) oder Katalysatorwechsel, wenn Regeneration ohne oder mit nur kurzzeitigem Erfolg ▪ Empfehlenswert ist, pro Probentablett 1 - 2 Probengläser mit angesäuertem Reinstwasser zur Regeneration zu verwenden ▪ Bei Messungen im NPOC-Modus (Proben sauer) den Katalysator wechseln ▪ Bei Verwendung von Spezialkatalysator multi N/C den Katalysator wechseln <p>Hinweis: Nach einem Katalysatorwechsel ist eine Kalibrierung durchzuführen.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Partikelgängige Kanüle für partikelhaltige Lösungen verwenden

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Partikelhaltige Proben nicht oder zu wenig gerührt ▪ Justage u-Koordinate für automatische TC-Schleuse nicht in Ordnung 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Partikelhaltige Probenrühren ▪ Justierung Probengeber kontrollieren und ggf. Probengeber neu justieren (siehe S. 66)
Minderbefunde für TIC Messungen	
Analysen über Verbrennung (TC, TOC, NPOC) sind in Ordnung	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Keine Phosphorsäure in der Reagenzienflasche für Phosphorsäure ▪ Fehlerhafte Dosierung der Probe ▪ Septum defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Phosphorsäure auffüllen ▪ Dosierung überprüfen (siehe unten) ▪ Septum wechseln
Minderbefunde für TN_b	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Katalysator verbraucht ▪ Messung außerhalb des kalibrierten Bereichs 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Katalysator wechseln ▪ Kalibrierten Bereich beachten ▪ Quadratische Kalibrierung bzw. Mehrbereichskalibrierung verwenden ▪ Nach Möglichkeit matrixabhängig kalibrieren ▪ Bei Analyse unbekannter Substanzen nach Möglichkeit niedrige Konzentrationen verwenden (wenn möglich, Probe verdünnen) ▪ Synthetische Luft als Trägergas verwenden
Peakform ungewöhnlich (TC und TN_b-Messung)	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Katalysator verbraucht ▪ Fehlerhafte Dosierung ▪ Ungünstige Integrationskriterien gewählt ▪ Überschreitung Messbereich für TN_b-Messung mit CLD (Peakhöhe > 500 ppm NO im Messgas) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Wenn gleichzeitig Minderbefunde, dann Katalysator regenerieren oder wechseln ▪ Auf gleichmäßige Injektion bei Handdosierung achten ▪ Integrationskriterien überprüfen ▪ Probe verdünnen
Dosierung mit Probengeber fehlerhaft	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Systemdichtheit bei Injektion nicht gegeben ▪ Probe wird nicht luftblasenfrei aufgezogen ▪ Spritze wird nicht vollständig ausgestoßen 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Justierung Probengeber überprüfen ▪ Justage der Spritze im Probengeber überprüfen und gegebenenfalls den Spritzenkolben justieren (siehe S. 68) ▪ Spritze kontrollieren (siehe S. 103)
Handdosierung in septumfreier Schleuse fehlerhaft	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Messgasverlust, da Systemdichtheit während Injektion nicht gegeben ▪ Messgasverlust, da Spritze nach Injektion zu zeitig aus Schleuse entfernt wird 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Septum auf Kanüle schieben - Abdichtung Spritzenkolben gegen Schleuse während Injektion ▪ Spritze während Injektion leicht auf die Schleuse drücken, so dass Messgasfluss gerade erreicht wird Sichtkontrolle über Anzeige im Fenster SYSTEM-STATUS

	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Spritze erst aus Schleuse entfernen, wenn Messgasfluss (Anzeige in Fenster SYSTEM-STATUS) auf 160 ml/ min stabilisiert ▪ Spritze für alle Messungen gleich lange in Schleuse belassen ▪ Für TIC-Messungen Spritze nach Möglichkeit während der gesamten Integration in der Schleuse belassen ▪ Auf gleichmäßige Injektion achten ▪ Nicht zu schnell injizieren; mit steigendem Probenvolumen muss die Injektionsgeschwindigkeit verringert werden
--	---

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verschleppung, da Probe an Reaktorwand dosiert wird 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Probe senkrecht in den Reaktor dosieren
---	---

Handdosierung in Schleusen mit Septum fehlerhaft

Ursache	Beseitigung
---------	-------------

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Ungleichmäßige Dosierung 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Auf gleichmäßige Injektion achten ▪ Nicht zu schnell injizieren; mit steigendem Probenvolumen muss die Injektionsgeschwindigkeit verringert werden
--	---

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verschleppung, da Probe an Reaktorwand dosiert wird 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Probe senkrecht in den Reaktor dosieren
---	---

Probe wird nicht luftblasenfrei aufgezogen

Ursache	Beseitigung
---------	-------------

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Spritze undicht 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierspritze überprüfen, wenn undicht neue Spritze verwenden
---	---

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kanüle verstopft 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kanüle ausbauen und im Ultraschall-Bad reinigen ▪ Kanüle wechseln
--	--

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierspritze nicht fettfrei 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierspritze reinigen ▪ Spritze mit schwacher Tensidlösung füllen Einwirkzeit: 30 min gründlich mit Reinstwasser spülen ▪ Spritze mit 0,1 N NaOH füllen Einwirkzeit: 10 min gründlich mit Reinstwasser spülen ▪ Spritze mit 0,1 N HCl füllen Einwirkzeit: 10 min gründlich mit Reinstwasser spülen
--	--

Verschleppung

Ursache	Beseitigung
---------	-------------

<ul style="list-style-type: none"> ▪ ungenügende Spritzenspülung 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dosierspritze vor nächster Injektion mit Probe spülen: Unter Menübefehl METHODE ► BEARBEITEN in Karte METHODE im Eingabefeld SPÜLZYKLEN für erste Messung 3 eintragen, für alle anderen Messungen ist im Allgemeinen keine Spülung erforderlich, hier 0 eintragen.
---	--

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Probe an Reaktorwand dosiert 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Probe senkrecht in den Reaktor dosieren
--	---

Kanüle defekt	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kanüle durch Probenmatrix und Temperatur während Injektion angegriffen ▪ Kanüle verstopft 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Kanüle austauschen (Ein Anlaufen der Kanüle ist normal. Austausch ist erforderlich, wenn Probe nicht als geschlossener Strahl dosiert sondern versprüht wird.)
TN_b Messungen mit CLD fehlerhaft (TC Messungen sind in Ordnung)	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gasverbindung multi N/C 2100S – CLD fehlerhaft ▪ Ozonerzeuger defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gasverbindung multi N/C 2100S – CLD überprüfen ▪ Service benachrichtigen
Kondensat-Pumpe/Phosphorsäure-Pumpe undicht	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Schlauchanschlüsse undicht ▪ Pumpenschlauch defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Pumpenschlauch ersetzen
Kontrollleuchten am Analysator leuchten nicht: 5 V, 24 V	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fehler in der Stromversorgung oder in Elektronik 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ elektrische Anschlüsse und Spannungsversorgung des Labors überprüfen
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Gerätesicherung defekt 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen
Front-LED-Anzeige am Analysator leuchtet nicht: Login	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ internes Programm ist nicht gestartet 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Analysator erneut einschalten (Aus-/Einschalten am Hauptschalter)
Kontrollleuchte am Analysator leuchtet nicht: Heating	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ falsche Temperatureinstellung im multiWin 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Temperatureinstellung im multiWin überprüfen unter KONFIGURATION ▶ OPTIONEN auf der Karte GERÄTEKOMPONENTEN (Listefeld OFENTEMPERATUR)
<ul style="list-style-type: none"> ▪ defektes Thermoelement (Ofen) <p>Ein defektes Thermoelement ist durch Anzeige in der LED-Leiste im Analysator erkennbar</p>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen
<ul style="list-style-type: none"> ▪ defekte Elektronikkomponente 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Service benachrichtigen
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Verbrennungsofen nicht richtig angeschlossen 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ korrekte Kontaktierung des Verbrennungsofens prüfen
Automatische Schleuse undicht	
Ursache	Beseitigung
<ul style="list-style-type: none"> ▪ automatische Schleuse schließt nicht richtig 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Schleuse manuell öffnen (siehe S. 19 ff.) ▪ Handdosierspritze mit Septum aufsetzen, wenig andrücken und Flusskontrolle (Fenster SYSTEM-STATUS) ▪ Gasdruck des Hilfsgases für Schleusen kontrollieren (4 bis 6 bar Vordruck erforderlich) ▪ Schlauchanschlüsse der Schleuse kontrollieren und Septum in Schleuse wechseln ▪ ggf. Service benachrichtigen

9 Transport und Lagerung

9.1 Transport

9.1.1 Analysator zum Transport vorbereiten



WARNUNG

Am Verbrennungsofen besteht Verbrennungsgefahr! Nehmen Sie den Ausbau des Verbrennungsofens nur im kalten Betriebszustand vor bzw. lassen Sie das Gerät lange genug abkühlen!



VORSICHT

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



BEACHTEN

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

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

Bereiten Sie den Analysator wie folgt für den Transport vor:

1. Spülen Sie die Phosphorsäure-Pumpe und zugehörige Schläuche mit Reinstwasser und leeren Sie anschließend diese Komponenten.
2. Schalten Sie den Analysator am Hauptschalter aus und lassen das Gerät abkühlen.
3. Stellen Sie die Gasversorgung ab und ziehen Sie den Netzstecker aus der Netzsteckdose.
4. Lösen Sie alle Verbindungen an der Rückseite des Analysators.
5. Öffnen Sie die Türen des Analysators und entnehmen Sie Reagenzienflasche und Auffangschale und ggf. weitere lose Zubehörteile.
6. Ziehen Sie die Schläuche aus den Anschlüssen an der Halogenfalle und drücken Sie die Halogenfalle aus den Klemmen heraus.
7. Verpacken Sie offene Schlauchenden in Schutzbeutel und fixieren Sie diese z. B. mit Klebebändern.
8. Öffnen Sie die linke Seitenwand:
 - 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.
9. Demontieren Sie das Verbrennungsrohr (siehe Abschnitt "Verbrennungsrohr ausbauen" S. 74).

10. Demontieren Sie das TIC-Kondensatgefäß und die Kondensationsschlange (siehe Abschnitt „TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange ausbauen und reinigen“ S. 80).
11. Bauen Sie den Verbrennungsofen aus (siehe Abschnitt "Verbrennungsofen ausbauen" S. 85).
12. Verpacken Sie die Schlauchenden in einen Schutzbeutel und fixieren Sie es mit Klebeband.
13. Schließen Sie die linke Seitenwand des Analysators:
 - Stecken Sie den Schutzleiteranschluss an der Seitenwand an.
 - Schrauben Sie zunächst die Schrauben an der unteren und anschließend an der oberen Seite an. Ziehen Sie die Schrauben reihum fest.
14. Schließen Sie die Türen des Analysators.
15. Legen Sie die obere Abdeckung auf und fixieren Sie diese mit Klebeband.
16. Verpacken Sie das Zubehör sorgfältig, insbesondere die Glasteile bruchsicher.

9.1.2 Hinweise zum Transport

Beachten Sie die Sicherheitshinweise in Abschnitt "Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen" S. 13. 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.

9.1.3 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.
- Trennen Sie alle Versorgungsanschlüsse und ggf. Ergänzungsgeräte vom Analysator.
- 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. 41.

9.2 Lagerung



BEACHTEN

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

9.3 Wiederinbetriebnahme nach Transport oder Lagerung

9.3.1 Analysator nach Transport oder Lagerung montieren

Beachten Sie beim Aufstellen des Analysators die Hinweise in Abschnitt "Standortanforderungen" S. 41.

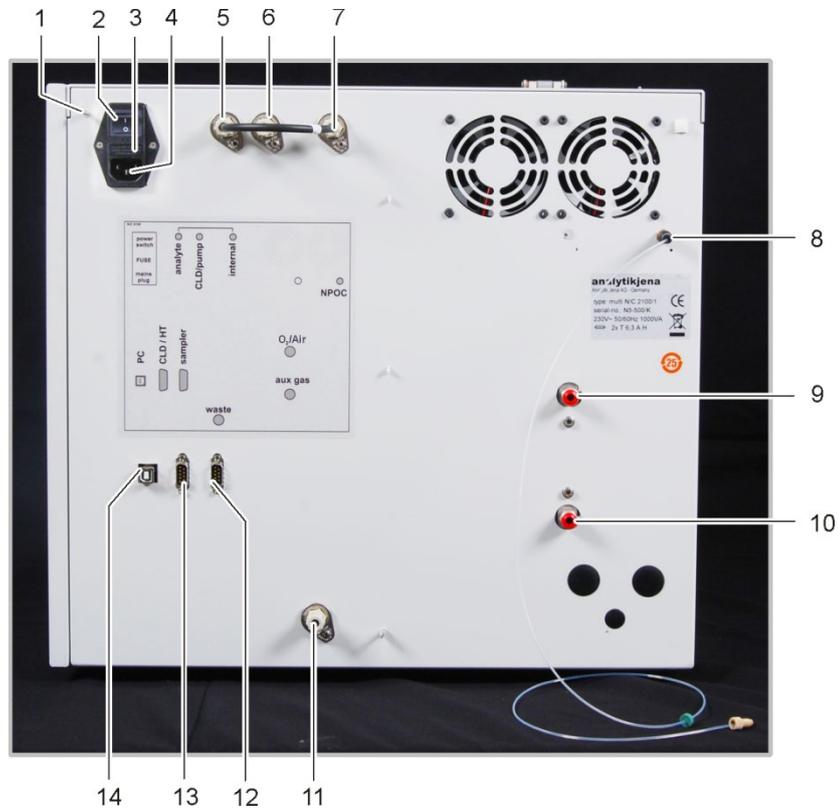
Montieren Sie die Komponenten des Analysators wie folgt:

1. Nehmen Sie Grundgerät, Zubehör und gegebenenfalls Ergänzungsgeräte vorsichtig aus den Transportverpackungen heraus. Beschädigen Sie dabei keinesfalls die Transportverpackungen!
2. Stellen Sie den Analysator auf den vorgesehenen Platz.
3. Entfernen Sie Klebebänder an der oberen Abdeckung und den Seitenwänden, nehmen Sie die obere Abdeckung ab, legen Sie diese sicher ab und öffnen Sie die Türen.
4. Öffnen Sie die linke Seitenwand:
 - 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.
5. Entfernen Sie alle übrigen Klebebänder und Schutzbeutel.
 6. Bauen Sie die Halogenfalle und die Wasserfallen ein (siehe Abschnitte "Wasserfallen ersetzen" S. 70 und "Halogenfalle ersetzen" S. 73).
 7. Bauen Sie den Verbrennungsofen ein (siehe Abschnitt "Verbrennungsofen einbauen" S. 86).
 8. Füllen Sie das Verbrennungsrohr und bauen Sie das Verbrennungsrohr in den Verbrennungsofen ein (siehe Abschnitte "Verbrennungsrohr einbauen" S. 77).
 9. Bauen Sie das TIC-Kondensatgefäß und die Kondensationsschlange ein (siehe Abschnitt "TIC-Kondensatgefäß und Kondensationsschlange einbauen" S. 83).
 10. Stellen Sie die Reagenzienflasche mit der Auffangschale in den Analysator.
 11. Schließen Sie die Türen des Analysators.
 12. Stellen Sie ggf. die Ergänzungsgeräte auf den vorgesehenen Platz und schließen Sie diese an. Beachten Sie hierbei die Bedienungsanleitungen der Ergänzungsgeräte.

9.3.2 Analysator anschließen

Netzanschluss und Medienanschlüsse befinden sich auf der Rückseite des Analysators:



- | | |
|---|--|
| 1 Anschluss des Nullleiters am Probengeber | 9 Anschluss für Trägergas "O ₂ /Air" |
| 2 Hauptschalter zum Ein- und Ausschalten des Analysators | 10 Anschluss Hilfsgas für pneumatisch angeschlossene Schleusen "aux gas" |
| 3 Lade für Netzsicherung | 11 Abfall "waste" |
| 4 Netzanschluss | 12 RS 232-Schnittstelle für den Probengeber "sampler" |
| 5 Gasanschluss "analyte" (mit Gasanschluss "internal" über eine Schlauchbrücke verbunden) | 13 RS 232-Schnittstelle für CLD und HT-Modul "CLD/HT" |
| 6 Gasanschluss "CLD/pump" | 14 USB-Schnittstelle für PC "PC" |
| 7 Gasanschluss "internal" | |
| 8 Anschluss NPOC-Ausblasgas "NPOC" | |

Abb. 34 Netzanschluss und Gasanschlüsse am multi N/C 2100S

Netzanschlusskabel
anschießen



VORSICHT

Schließen Sie die Systemkomponenten elektrisch stets im ausgeschalteten Zustand an den multi N/C 2100S an!

Stellen Sie vor dem Anschließen des Netzanschlusskabels sicher, dass der Hauptschalter an der Geräterückseite auf Stellung „0“ steht!

Verwenden Sie für den Netzanschluss nur die mitgelieferte Kaltgeräte-Anschlussleitung (VDE-Kennzeichnung, 1,5 m lang). Verlängerungen der Zuleitung sind nicht zulässig!



BEACHTEN

Durch abgesetztes Kondenswasser und Temperaturunterschiede können einzelne Komponenten des Analysators bei der Wiederinbetriebnahme beschädigt werden.

Lassen Sie den Analysator multi N/C 2100S nach dem Aufstellen im Betriebsraum mindestens eine Stunde vor Wiederinbetriebnahme akklimatisieren.

Stellen Sie den Netzanschluss wie folgt her:

1. Schließen Sie die Kaltgeräte-Anschlussleitung an den Netzanschluss an der Rückseite des Analysators an (4 in Abb. 33).
2. Schließen Sie den Netzstecker der Kaltgeräte-Anschlussleitung an eine Schutzkontaktsteckdose an.

Gase anschließen



BEACHTEN

Für die Bereitstellung des erforderlichen Gasanschlusses ist der Betreiber verantwortlich. Stellen Sie den Vordruck am Druckminderer zwischen 4 und 6 bar ein.

Stellen Sie den Trägergasanschluss wie folgt her:

1. Schließen Sie den mitgelieferten Anschluss Schlauch am Druckminderer der Gasversorgung und am Gasanschluss "O₂/Air" an der Geräterückseite an (9 in Abb. 34).
2. Schließen Sie den mitgelieferten Anschluss Schlauch am Druckminderer der Gasversorgung und am Gasanschluss "aux gas" an der Geräterückseite an (10 in Abb. 34).
3. Stellen Sie den Vordruck am Druckminderer zwischen 4 und 6 bar ein.

Bei den geräteseitigen Anschlüssen für das Trägergas und das Hilfsgas handelt es sich um Schnellverschlüsse:

- Der Schlauch wird in den Anschluss gesteckt und ist damit befestigt.
- Um den Schlauch zu lösen, ist der rote Ring nach hinten zu drücken und der Schlauch aus dem Anschluss zu ziehen.

Zubehör anschließen

Schließen Sie die Reagenzienflasche und Zubehörteile wie folgt an:

1. Schließen Sie den Abfallschlauch an den Anschluss "waste" an der Rückwand des Analysators an und führen Sie das freie Ende in ein geeignetes Abfallgefäß bzw. in einen Abfluss.
2. Öffnen Sie die rechte Fronttür am Analysator und stellen Sie die mit 10 %iger Phosphorsäure gefüllte Reagenzienflasche mit Auffangschale in den Analysator.
3. Schließen Sie den Schlauch Nr. 22 an die Reagenzienflasche mit Phosphorsäure an.

10 Entsorgung

10.1 Abwasser



BEACHTEN

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

Im laufenden Analysenbetrieb des multi N/C 2100S fällt Abwasser an. Dieses enthält je nach Messmodus Salzsäure, verdünnte Phosphorsäure und Probe.

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

10.2 Halogenfalle

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

10.3 Katalysator



BEACHTEN

Die Entsorgung des verbrauchten Katalysators hat entsprechend den örtlichen Vorschriften zu erfolgen (Abfallframe: verbrauchter Katalysator, PtAl₂O₃, CeO₂).

Die Analytik Jena GmbH nimmt den Spezialkatalysator zur Entsorgung zurück. Wenden Sie sich bitte an den Kundendienst (siehe Titelinseite).

10.4 Analysator

Der multi N/C 2100S mit seinen elektronischen Komponenten ist nach Ablauf der Lebensdauer nach den geltenden gesetzlichen Bestimmungen als Elektronikschrott zu entsorgen.

11 Spezifikationen

11.1 Technische Daten

Allgemeine Kenndaten	
Bezeichnung/Typ	multi N/C 2100S multi N/C 2100S pharma
Abmessungen	Grundgerät (B x H x T) (513 x 464 x 540) mm
Masse	ca. 28 kg
Verfahrensdaten	
Aufschlussprinzip	thermokatalytische Oxidation
Aufschlussstemperatur	bis 950 °C, katalysatorabhängig
Katalysator	
<ul style="list-style-type: none"> ▪ für flüssige Proben ▪ für Feststoffmodul intern 	Pt(Al ₂ O ₃) für multi N/C CeO ₂ (Spezialkatalysator für multi N/C)
Messverfahren	TC, TIC, TOC (Differenzmethode), NPOC, TN _b
Detektion Kohlenstoff	NDIR (gekoppelt mit VITA-Verfahren)
Detektion Stickstoff	CLD ChD (nicht für multi N/C 2100S pharma)
Probenvolumen	50 – 500 µl
Partikelgängigkeit	Gemäß DIN EN 1484 Nur für partikelgängige Spitzen
Probenzuführung	Direkteinspritzung über septumfreie Schleuse
Gasversorgung (Trägergas /NPOC-Hilfsgas/Hilfsgas für Injektorschleuse)	Sauerstoff (mindestens 4.5), Vordruck 4 – 6 bar oder Synthetische Luft (KW-frei, CO ₂ -frei) *) aus Druckgasflaschen oder durch aufgereinigte Druck- luft über einen TOC-Gasgenerator bereitgestellt Reinheitsanforderungen: CO ₂ < 1 ppm Kohlenwasser- stoffe < 0,5 ppm (als CH ₄) Versorgungsdruck: min. 5 bar (72 psi) bereitgestellte Flussrate: min. 300 ml/min
Gasverbrauch:	
Gesamt	ca. 15 L/h, abhängig vom Messmodus
Messgasfluss	160 ± 10 ml/min
Ausblasfluss	ca. 50 – 160 ml/min
Messgasfluss für internes Feststoff- modul (optional)	400 ± 10 ml/min
Steuerung/Auswertung (Steuer- und Auswertesoftware multiWin)	Echtzeitgrafik, Statusanzeige während der Analyse, grafische Darstellung der Messergebnisse, Ergeb- nisausdruck

	Datenintegrität und Konformität zu den Pharmarichtlinien FDA 21 CFR Part 11 und EudraLex Vol. 4 Anhang 11 (für multiWin pharma)
Elektrische Kenngrößen	
Anschluss	230 V AC, optional 115 V AC, 50/60 Hz
Absicherung	230 V: T 6,3 A H , 115 V: T 6,3 A H (Nur Originalsicherungen der Analytik Jena GmbH verwenden)
mittlere typische Leistungsaufnahme	400 VA
Schnittstelle zum PC	USB 2.0
Umgebungsbedingungen	
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
Betriebssystem:	Windows 7 Professional oder höher, 32- oder 64-bit
Prozessor:	3,2 GHz oder höher
Arbeitsspeicher:	min. 4 GB
Freier Speicher auf Festplatte:	min. 40 GB
Laufwerk:	CD/DVD-ROM Laufwerk (für Installation)
Bildschirmauflösung:	min. 1024 x 768
Schnittstelle	min. 1 USB 2.0 Schnittstelle (für Anschluss des Grundgeräts)

Mindestausstattung der Steuer- und Auswerteeinheit

11.2 Normen und Richtlinien

Schutzklasse, Schutzart	<p>Der Analysator hat die Schutzklasse I.</p> <p>Das Gehäuse hat die Schutzart IP 20.</p>
Gerätesicherheit	<p>Der Analysator erfüllt die Sicherheitsnormen</p> <ul style="list-style-type: none">▪ EN 61010-1▪ EN 61010-2-081▪ EN 61010-2-010▪ EN 61010-2-051 (für Betrieb mit Probengeber)
EMV-Verträglichkeit	<p>Der Analysator ist auf Störaussendung und Störfestigkeit geprüft.</p> <p>Er erfüllt die Anforderung an Störaussendung nach</p> <ul style="list-style-type: none">▪ EN 61326-1 (EN 55011 Gruppe 1, Klasse B) <p>Er erfüllt die Anforderungen an Störfestigkeit nach</p> <ul style="list-style-type: none">▪ EN 61326-1 (Anforderungen für Gebrauch in grundlegender EMV-Umgebung)
Umweltverträglichkeit	<p>Der Analysator ist auf Umweltverträglichkeit geprüft und erfüllt die Anforderungen nach</p> <ul style="list-style-type: none">▪ ISO 9022-3▪ ISO 9022-2
EU-Richtlinien	<p>Der Analysator wird nach Normen gebaut und geprüft, die die Anforderungen der EU-Richtlinien 2014/35/EU sowie 2014/30/EU einhalten. Das Gerät verlässt das Werk in sicherheitstechnisch einwandfreiem Zustand. Um diesen Zustand zu erhalten und einen gefahrlosen Betrieb sicherzustellen, muss der Anwender die Sicherheitshinweise und Arbeitshinweise beachten, die in dieser Betriebsanleitung enthalten sind. Für mitgeliefertes Zubehör und Systemkomponenten anderer Hersteller sind deren Bedienungsanleitungen maßgebend.</p>
Richtlinien für China	<p>Das Gerät enthält reglementierte Substanzen (nach Richtlinie "Management Methods for the Restriction of the Use of Hazardous Substances in Electrical and Electronic Products"). Analytik Jena garantiert, dass diese Stoffe bei bestimmungsgemäßer Verwendung in den nächsten 25 Jahren nicht austreten und damit innerhalb dieser Periode keine Gefahr für Umwelt und Gesundheit darstellen.</p>