

## Notice d'utilisation

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

multi N/C 2100S pharma

Analyseurs TOC/TN<sub>b</sub>



---

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

Service               Analytik Jena GmbH  
Konrad-Zuse-Str. 1  
07745 Jena · Allemagne  
Téléphone       +33 972 390 233  
Fax               +33 972 390 232  
Email    support@analytik-jena.fr

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

Edition               A (01/2021)

Conception de la docu-  
mentation technique    Analytik Jena GmbH

© Copyright 2021, Analytik Jena GmbH

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Informations élémentaires.....</b>	<b>7</b>
1.1	Remarques sur les instructions d'utilisation .....	7
1.2	Domaine d'application.....	8
1.2.1	Généralités .....	8
1.2.2	Domaines d'application de l'analyseur .....	8
1.3	Utilisation conforme.....	9
1.4	Garantie et responsabilités .....	9
<b>2</b>	<b>Consignes de sécurité .....</b>	<b>11</b>
2.1	Marquage de sécurité sur l'analyseur .....	11
2.2	État technique .....	11
2.3	Exigences posées au personnel d'utilisation.....	12
2.4	Consignes de sécurité pour le transport et le montage .....	13
2.5	Consignes de sécurité pour l'exploitation .....	13
2.5.1	Généralités .....	13
2.5.2	Consignes de sécurité relatives à la protection antidéflagrante et anti-feu.....	14
2.5.3	Consignes de sécurité relatives à l'électricité.....	14
2.5.4	Consignes de sécurité relatives aux bonbonnes et installations de gaz sous pression .	14
2.5.5	Manipulation des matières auxiliaires et d'exploitation .....	15
2.5.6	Consignes de sécurité relatives à la maintenance et aux réparations .....	16
2.6	Marche à suivre en cas d'urgence .....	17
<b>3</b>	<b>Description technique.....</b>	<b>18</b>
3.1	Structure du système.....	18
3.1.1	Composants pour injection .....	19
3.1.2	Système pneumatique / tuyauterie .....	20
3.1.3	Système de combustion .....	24
3.1.4	Composants pour le séchage et le nettoyage du gaz de mesure .....	25
3.1.5	Détecteurs .....	27
3.1.6	Éléments d'affichage et de commande, connexions .....	28
3.1.7	Accessoires .....	30
3.1.8	Possibilités d'extension de l'analyseur .....	31
3.2	Principe de fonctionnement .....	31
3.3	Procédé de mesure.....	33
3.3.1	Analyse TC.....	33
3.3.2	Analyse TOC .....	33
3.3.3	Analyse TIC.....	34
3.3.4	Analyse NPOC.....	34
3.3.5	Analyse NPOC par la méthode NPOC plus .....	34
3.3.6	Analyse TN <sub>b</sub> .....	35
3.4	Catalyseurs .....	35
3.5	Étalonnage .....	35
3.5.1	Stratégies d'étalonnage.....	35
3.5.2	Facteur journalier.....	36
3.5.3	Procédé d'étalonnage dans multiWin .....	36
3.5.4	Caractéristiques de procédé .....	38
3.5.5	Autres calculs.....	39
3.6	Valeurs à blanc .....	39
3.6.1	Valeurs à blanc de l'eau .....	39
3.6.2	Valeur à blanc de la nacelle .....	41
<b>4</b>	<b>Première mise en service .....</b>	<b>42</b>
4.1	Exigences locales.....	42
4.1.1	Conditions d'installation.....	42
4.1.2	Encombrement.....	42

4.1.3	Alimentation en énergie .....	43
4.1.4	Alimentation en gaz .....	43
4.2	Déballage et montage de l'analyseur .....	43
<b>5</b>	<b>Connecter les appareils complémentaires .....</b>	<b>44</b>
5.1	Distributeur d'échantillons AS 60.....	44
5.2	Détecteur à luminescence chimique (CLD).....	46
5.3	Module pour solides externe HT 1300.....	48
<b>6</b>	<b>Utilisation .....</b>	<b>49</b>
6.1	Consignes générales relatives aux analyses .....	49
6.2	Activation de l'analyseur (mise en service standard) .....	49
6.3	Effectuer un étalonnage.....	51
6.3.1	Préparer et démarrer l'étalonnage.....	51
6.3.2	Affichage des résultats de l'étalonnage .....	54
6.3.3	Traitement d'un étalonnage déjà disponible.....	56
6.3.4	Adopter les paramètres d'étalonnage dans une méthode .....	57
6.3.5	Gestion des données d'étalonnage .....	59
6.4	Effectuer une mesure .....	61
6.4.1	Mesure avec injection manuelle .....	61
6.4.2	Mesure avec distribution d'échantillon .....	62
<b>7</b>	<b>Maintenance et entretien .....</b>	<b>64</b>
7.1	Intervalles de maintenance.....	64
7.2	Travaux d'ajustement et de réglage.....	66
7.2.1	Ajuster le distributeur d'échantillons .....	66
7.2.2	Réglage du débit d'évacuation NPOC (pas pour multi N/C 2100S pharma) .....	69
7.3	Remplacer les pièges à eau .....	70
7.4	Remplacement du piège à halogènes.....	73
7.5	Remplacement du catalyseur .....	74
7.5.1	Temps d'arrêt du catalyseur .....	74
7.5.2	Démontage du tube de combustion .....	75
7.5.3	Remplissage du tube de combustion .....	76
7.5.4	Montage du tube de combustion.....	78
7.6	Régénérer le réacteur TIC.....	80
7.7	Maintenance du réceptacle de condensat TIC et du serpentín .....	80
7.7.1	Démonter et nettoyer le réceptacle de condensat TIC et le serpentín.....	80
7.7.2	Montage du réceptacle de condensat TIC et du serpentín.....	83
7.8	Démontage et montage du four de combustion .....	85
7.8.1	Démontage du tube de combustion .....	85
7.8.2	Montage du four de combustion .....	86
7.9	Démontage et remplacement du tuyau de la pompe.....	87
7.10	Remplacement des raccords de tuyaux .....	89
7.11	Contrôle de l'étanchéité du système .....	91
7.12	Remplacement des septa .....	91
<b>8</b>	<b>Résolution des pannes .....</b>	<b>93</b>
8.1	Remarques générales.....	93
8.2	Messages d'erreur dans multiWin.....	94
8.3	Erreur de statut – Affichages dans la fenêtre Statut du système .....	98
8.4	Erreurs de l'appareil et problèmes d'analyse.....	100
<b>9</b>	<b>Transport et stockage.....</b>	<b>106</b>
9.1	Transport .....	106
9.1.1	Préparation de l'analyseur pour le stockage .....	106
9.1.2	Consignes de transport.....	107
9.1.3	Déplacement de l'analyseur dans le laboratoire .....	107
9.2	Stockage.....	108
9.3	Remise en service après transport ou stockage.....	108

---

9.3.1	Montage de l'analyseur après le transport ou le stockage.....	108
9.3.2	Raccordement de l'analyseur .....	110
<b>10</b>	<b>Mise au rebut.....</b>	<b>112</b>
10.1	Eaux usagées.....	112
10.2	Piège à halogènes .....	112
10.3	Catalyseur .....	112
10.4	Analyseur.....	112
<b>11</b>	<b>Spécifications.....</b>	<b>113</b>
11.1	Caractéristiques techniques .....	113
11.2	Directives et normes.....	115

## Répertoire des illustrations

Fig. 1	Vue frontale (portes ouvertes) .....	18
Fig. 2	Vue latérale gauche (paroi latérale retirée) .....	19
Fig. 3	Vannes sur la face supérieure de l'appareil .....	19
Fig. 4	Interrupteur à bascule pour la commande manuelle de la vanne TC.....	20
Fig. 5	Plan de la tuyauterie .....	21
Fig. 6	Soupape à pointeau pour le réglage du débit d'évacuation NPOC.....	22
Fig. 7	Pompe de condensation .....	23
Fig. 8	Pompe d'acide phosphorique.....	23
Fig. 9	Différentes variantes de connecteurs FAST .....	24
Fig. 10	Connecteur Fingertight .....	24
Fig. 11	Four de combustion (voir la flèche) .....	25
Fig. 12	Serpentin et module de condensation TIC .....	26
Fig. 13	Pièges à eau .....	26
Fig. 14	Piège à halogènes .....	27
Fig. 15	DEL indiquant que l'analyseur est prêt à fonctionner .....	29
Fig. 16	Rangée de DEL (porte droite ouverte) .....	29
Fig. 17	Raccordements sur la face supérieure de l'appareil .....	30
Fig. 18	Principe de fonctionnement .....	32
Fig. 19	AS 60 monté sur l'analyseur multi N/C 2100S .....	44
Fig. 20	Éléments d'affichage CLD, connexion secteur et raccords.....	46
Fig. 21	Raccords sur la face arrière du module pour solides.....	48
Fig. 22	Fenêtre CALIBRATION – DATA OF NEW CALIBRATION .....	52
Fig. 23	Fenêtre DONNEES D'ECHANTILLON ACTUELLES.....	54
Fig. 24	Fenêtre CALIBRATION – CALIBRATION SETTINGS.....	55
Fig. 25	Désactiver un point de mesure .....	56
Fig. 26	Fenêtre LIAISON AVEC METHODE .....	58
Fig. 27	Fenêtre LINK WITH METHOD en trois parties .....	59
Fig. 28	Fenêtre SELECTION DU RAPPORT D'ETALONNAGE .....	60
Fig. 29	Réglage du piston de la seringue.....	68
Fig. 30	Pièges à eau à l'intérieur de l'appareil, la paroi de gauche étant ouverte ....	72
Fig. 31	Piège à halogènes .....	74
Fig. 32	Connecteur FAST coudé avec tuyau raccordé.....	90
Fig. 33	Remplacement du connecteur Fingertight.....	91
Fig. 34	Vanne TIC avec fermeture de septum .....	92
Fig. 35	Raccords secteur et gaz sur le multi N/C 2100S.....	110

# 1 Informations élémentaires

## 1.1 Remarques sur les instructions d'utilisation

Les instructions d'utilisation décrivent les modèles suivants de la série multi N/C :

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

Ces modèles sont regroupés sous le terme « multi N/C 2100S » dans la suite du texte. Les différences sont expliquées aux points pertinents de ce manuel.

Ces instructions d'utilisation vous informent sur la construction et le fonctionnement de l'analyseur et donne au personnel d'exploitation familiarisé avec l'analyse TOC/TN les connaissances indispensables à une manipulation sûre de l'appareil. Les instructions d'utilisation donnent de plus des consignes de maintenance et d'entretien de l'appareil ainsi que sur les causes possibles d'éventuels dysfonctionnements et la manière d'y remédier.

Le multi N/C 2100S pharma est un modèle conçu spécialement pour l'analyse d'azote dans les échantillons pharmaceutiques. Veuillez noter que toutes les informations relatives à la détermination de la teneur en carbone ne s'appliquent pas au multi N/C 2100S pharma. De plus, ni les modules pour solides ni le détecteur ChD ne sont proposés pour ce modèle.

Le système de mesure modulaire multi N/C 2100S duo permet l'analyse automatisée d'échantillons liquides et solides. La conception, l'installation et le fonctionnement de ce système de mesure sont décrits dans les instructions d'utilisation du module pour solides HT 1300. Observez notamment les remarques indiquées pour passer d'un fonctionnement pour matière liquide à un fonctionnement pour matière solide.

### Conventions

Les **Instructions** nécessitant de suivre un ordre chronologique sont numérotées et résumées en unités de procédure.

**Les remarques de sécurité** sont indiquées par des pictogrammes des mots-clés. La nature et l'origine du danger sont indiquées et des consignes sont données pour l'éviter.

Les éléments du logiciel sont désignés comme suit :

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

### Symboles et mots-clés

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

**AVERTISSEMENT**

Désigne une situation potentiellement dangereuse pouvant entraîner la mort ou des blessures graves (mutilations).

**ATTENTION**

Désigne une situation potentiellement dangereuse pouvant entraîner des blessures légères.

**REMARQUE**

Désigne une situation potentiellement dangereuse pouvant entraîner des dommages matériels.

## 1.2 Domaine d'application

### 1.2.1 Généralités

L'analyseur multi N/C 2100S est un appareil servant à déterminer la teneur en carbone organique totale et/ou en azote totale dans les échantillons aqueux par attaque grâce à l'oxydation haute température thermo-catalytique en présence de catalyseurs spéciaux selon les normes nationales et internationales.

En utilisant le module pour solides intégré avec technologie double four ou en raccordant un module pour solides externe, l'analyseur convient à la détermination de la teneur totale en carbone d'échantillons solides.

Le multi N/C 2100S pharma est un modèle spécial pour déterminer l'azote lié total (TN<sub>b</sub>) dans les échantillons pharmaceutiques. Le modèle est toujours fourni avec un détecteur CLD. Il ne contient pas de détecteur NDIR pour la détection du carbone. Sinon, l'appareil est de construction identique au multi N/C 2100S.

### 1.2.2 Domaines d'application de l'analyseur

L'analyseur multi N/C 2100S permet des utilisations très variées grâce à sa grande plage de mesure, son haut niveau d'automatisation et son extensibilité.

multi N/C 2100S pharma

- Industrie pharmaceutique

Grâce à l'utilisation d'une seringue microlitre, le multi N/C 2100S pharma convient comme système d'injection directe pour déterminer la teneur en protéines dans des solutions aqueuses (par exemple vaccins) et dans des petites quantités d'échantillons. Le modèle pharmaceutique est également bien adapté à la détermination du TN<sub>b</sub> dans le cadre d'une validation de nettoyage. Le logiciel de contrôle et d'évaluation multiWin pharma garantit une intégrité totale des données et est conforme aux directives pharmaceutiques 21 CFR Part 11 et EudraLex Vol. 4 Annexe 11.

multi N/C 2100S

- Traitement de l'eau

Le multi N/C 2100S peut être utilisé pour l'analyse des eaux usées dans les installations de retraitement municipales. Il permet également d'analyser de manière sûre les eaux complexes et salées.

- Surveillance environnementale

Il permet d'analyser les eaux de surface (par exemple eau de mer), qui comportent souvent une faible teneur en TOC, mais une concentration élevée de TIC et de sel, (voir chapitre « Analyse NPOC par la méthode NPOC plus » p. 34) grâce à des modes d'analyse spéciaux.

- Déchets et sols

Le N/C 2100S permet la détermination du carbone (TC/TOC) dans les échantillons solides grâce à l'extension de l'analyseur avec le module pour solides intégré de technologie double four ou avec le module HT 1300. De plus, il permet d'analyser les éluats, ce qui s'avère efficace grâce à la possibilité de détection simultanée TOC/TN<sub>b</sub> dans les échantillons liquides.

- Recherche et formation

Grâce à ses nombreuses possibilités de configuration spécifiques, le multi N/C 2100S est adapté à une utilisation dans la formation et la recherche.

### 1.3 Utilisation conforme

L'analyseur multi N/C 2100S ne doit être utilisé que pour les procédés de détermination du carbone total ou de l'azote total dans les échantillons aqueux ainsi qu'en liaison avec un module de solides externes pour la détermination de la teneur totale en carbone dans les échantillons solides. Toute utilisation autre est considérée comme non conforme ! L'exploitant est seul responsable des dommages qui pourraient en résulter.

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

N'utiliser l'appareil qu'avec de l'oxygène, de l'air de synthèse ou de l'air comprimé purifié comme gaz vecteur (voir chapitre « Caractéristiques techniques » p. 113).

La sécurité d'exploitation de l'analyseur multi N/C 2100S n'est garantie que s'il est utilisé de manière conforme selon les consignes de ces instructions d'utilisation. L'utilisation conforme signifie également le respect des prérequis d'installation fixés par Analytik Jena GmbH et disponibles auprès du service après-vente à l'adresse indiquée.

### 1.4 Garantie et responsabilités

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

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

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

- utilisation non conforme de l'analyseur multi N/C 2100S
- mise en service, utilisation et maintenance de non conformes de l'analyseur
- modifications sur l'appareil sans accord préalable d'Analytik Jena GmbH
- utilisation de l'appareil par une personne non autorisée
- utilisation de l'appareil avec des dispositifs de sécurité défectueux ou des dispositifs de sécurité et de protection montés de manière non conforme
- surveillance défailante des pièces de l'appareil soumises à l'usure
- utilisation de pièces de rechange, d'usure ou de matières d'exploitation non originales
- réparations incorrectes
- erreurs dues au non-respect de ces instructions d'utilisation

## 2 Consignes de sécurité

Pour votre propre sécurité, veuillez lire ce chapitre avant la mise en service afin d'assurer le bon fonctionnement de l'analyseur multi N/C 2100S.

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

### 2.1 Marquage de sécurité sur l'analyseur

Sur l'analyseur et ses accessoires figurent des symboles de sécurité dont la signification doit absolument être observée.

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

Les symboles de sécurité suivants figurent sur l'analyseur et ses accessoires :



Interdiction d'allumer du feu et de fumer !



Avertissement, tension électrique dangereuse



Avertissement, matières dangereuses



Avertissement, surface chaude



Avertissement, matières irritantes



Avant d'ouvrir le boîtier, éteindre l'appareil et débrancher la fiche secteur.



Le multi N/C 2100S contient des substances réglementées. Analytik Jena garantit que ces substances toxiques ne s'échapperont pas au cours des 25 ans à venir si le multi N/C 2100S est utilisé conformément à sa destination.

### 2.2 État technique

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

Observer ceci :

- Toute manipulation des dispositifs de sécurité est interdite !  
Toute manipulation des dispositifs de sécurité est considérée en cas d'accident comme relevant d'une intention délictueuse !
- L'exploitant est tenu de n'utiliser l'analyseur que s'il est dans un état parfait et sûr. L'état technique de l'analyseur doit à tout moment satisfaire aux exigences et consignes en vigueur.
- L'analyseur doit avant chaque utilisation être examiné à la recherche de dommages ou d'état incorrect.
- Toute modification constatée sur l'analyseur risquant d'avoir une incidence sur la sécurité doit être immédiatement communiquée à l'exploitant par le personnel de service.
- Les composants de l'appareil doivent exclusivement être connectés aux conduites d'alimentation prévues et conçues à cet effet.
- Tous les dispositifs de sécurité et de verrouillage doivent être aisément accessibles et leur bon fonctionnement contrôlé régulièrement.

## 2.3 Exigences posées au personnel d'utilisation

L'analyseur multi N/C 2100S ne doit être utilisé que par un personnel qualifié et formé à son utilisation. Cette formation doit également comprendre la transmission des contenus de ces instructions d'utilisation et des instructions d'utilisation des autres composants du système ou appareils complémentaires.

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

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

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

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

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

Observer ceci :

- L'analyseur ne doit être mis en service, utilisé et maintenu que par un personnel formé, y compris relativement à la sécurité.
- L'utilisation ou la maintenance de l'analyseur par des mineurs ou des personnes sous l'influence de l'alcool, de drogue ou de médicaments n'est pas autorisée.

- S'assurer que seul le personnel autorisé utilise l'analyseur.
- Le personnel d'utilisation doit connaître les dangers des liquides de mesure. Utiliser des protections corporelles adéquates.
- Se laver et se protéger la peau de manière adéquate avant les pauses et à la fin du travail.
- Il est interdit de manger, boire, fumer ou de manipuler des flammes nues sur le lieu d'installation de l'analyseur !

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

Le montage de l'analyseur doit fondamentalement être effectué par le service après-vente d'Analytik Jena GmbH ou par un personnel spécialisé autorisé et formé par elle. Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation soi-même. Une installation incorrecte peut entraîner des dangers considérables.

Observer ceci :

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

## 2.5 Consignes de sécurité pour l'exploitation

### 2.5.1 Généralités

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

Observer ceci :

- L'analyseur ne doit être utilisé que si tous les dispositifs de sécurité (par ex. capots, bacs collecteurs de produits chimiques et portes) sont présents, correctement installés et parfaitement fonctionnels.
- Contrôler régulièrement le bon état des dispositifs de protection et de sécurité. Remédier immédiatement à tout défaut.

- Les dispositifs de protection et de sécurité ne doivent jamais être retirés, modifiés ni mis hors service pendant l'exploitation.
- Pendant l'exploitation, toujours assurer une bonne accessibilité au commutateur principal sur la paroi arrière du boîtier.
- Les dispositifs d'aération présents sur le multi N/C 2100S et ses modules d'extension doivent être en état de marche. Les grilles et les fentes de ventilation recouvertes etc. peuvent entraver le bon fonctionnement de l'appareil ou l'endommager.
- Le four fonctionne à une température jusqu'à 950°C. Ne pas toucher les pièces chaudes (four, serpentin) pendant ou immédiatement après l'utilisation de l'analyseur.
- Maintenir les substances inflammables à distance de l'analyseur.

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

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

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

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

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

Observer ceci :

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

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

Le gaz porteur (air purifié, air synthétique et / ou oxygène) provient de bonbonnes ou d'installations locales de gaz sous pression. Respecter le degré de pureté exigé pour le gaz porteur (→ voir chapitre « Caractéristiques techniques » p. 113) !

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

Observer ceci :

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

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

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

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

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

Observer ceci :

- Pour toutes les matières auxiliaires ou d'exploitation utilisées dans le cadre de l'exploitation ou de la maintenance de l'analyseur, respecter les consignes correspondantes données dans les fiches de sécurité UE du fabricant relatives au stockage, à la manipulation, à l'utilisation et à la mise au rebut.
- D'une manière générale, les matières d'exploitation et auxiliaires ne doivent jamais être conservées dans des réservoirs ou récipients destinés à des produits alimentaires. Toujours utiliser des réservoirs homologués pour le matériau concerné et les marquer en conséquence. Respecter les indications figurant sur les étiquettes !
- Lors de la manipulation de réactifs, toujours porter des lunettes et des gants de protection. Toujours respecter les indications figurant sur les étiquettes.

- Respecter impérativement les consignes et indications figurant dans les fiches de sécurité pour manipuler l'acide ortho-phosphorique ( $H_3PO_4$ ) ou l'acide chlorhydrique (HCl) !
- Manipuler le catalyseur fourni par le fabricant (catalyseur en platine pour multi N/C ou catalyseur spécial pour multi N/C) avec la prudence de rigueur pour les produits chimiques.
- Les échantillons biologiques doivent être traités conformément aux spécifications locales sur le maniement du matériel infectieux.
- Prudence lors de la manipulation de morceaux de verre en quartz et de verre. Risque de bris de verre et de blessure !
- Éviter la formation et l'inhalation de poussière lors de la manipulation de la laine de verre de quartz lors du remplissage du tube de combustion.
- Ne pas jeter les matières auxiliaires et d'exploitation ni leurs récipients avec les ordures domestiques ; ils ne doivent pas aboutir dans les égouts ni sous terre. Pour la mise au rebut de ces matières, observer précisément les consignes correspondantes.
- Toujours veiller à une bonne aération de la pièce.

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

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

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

Observer ceci :

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

## 2.6 Marche à suivre en cas d'urgence

En cas de danger, désactiver immédiatement l'analyseur au commutateur principal (sur la paroi arrière de l'appareil) et débrancher la prise secteur !

Dans la mesure où la rapidité de réaction peut sauver des vies en cas de danger, les conditions suivantes s'imposent :

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

## 3 Description technique

### 3.1 Structure du système

L'analyseur multi N/C 2100S est un appareil de table compact dans lequel les composants principaux sont bien installés. La structure de mesure complète comprend de plus des accessoires et des réactifs devant être préparés ou raccordés à l'analyseur avant chaque mesure.

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

Tous les composants de l'analyseur devant être commandés ou maintenus par l'utilisateur sont accessibles via deux portes sur la face avant, la paroi gauche amovible ou le couvercle supérieur.

L'analyseur multi N/C 2100S comprend les composants principaux suivants :

- Composants pour injection
- Système pneumatique / tuyauterie
- Système de combustion
- Composants pour le séchage et le nettoyage du gaz de mesure
- Détecteurs
- Éléments d'affichage et de commande, connexions
- Partie électronique
- Accessoires

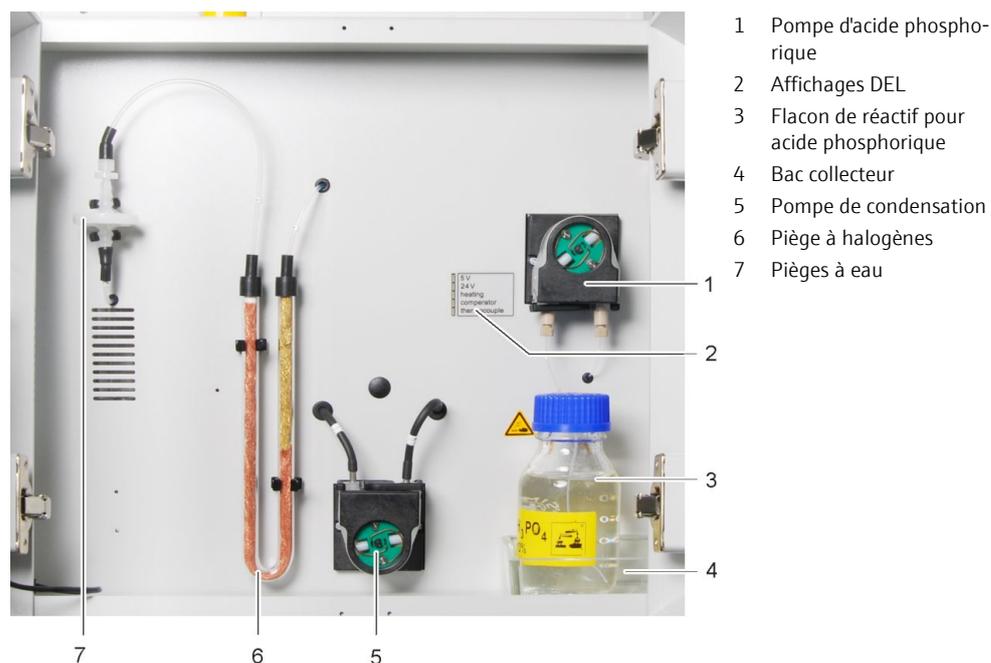


Fig. 1 Vue frontale (portes ouvertes)

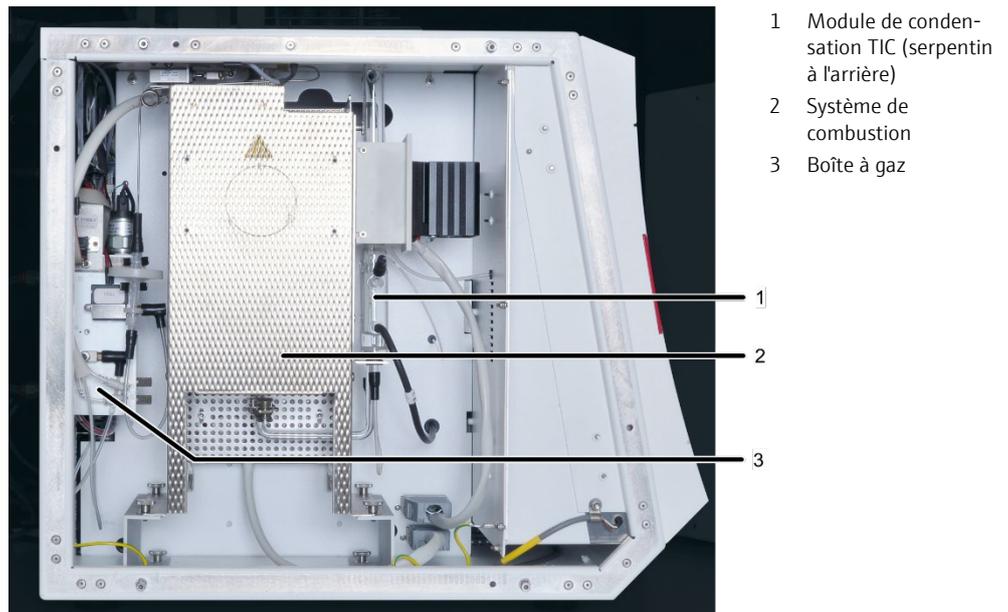


Fig. 2 Vue latérale gauche (paroi latérale retirée)

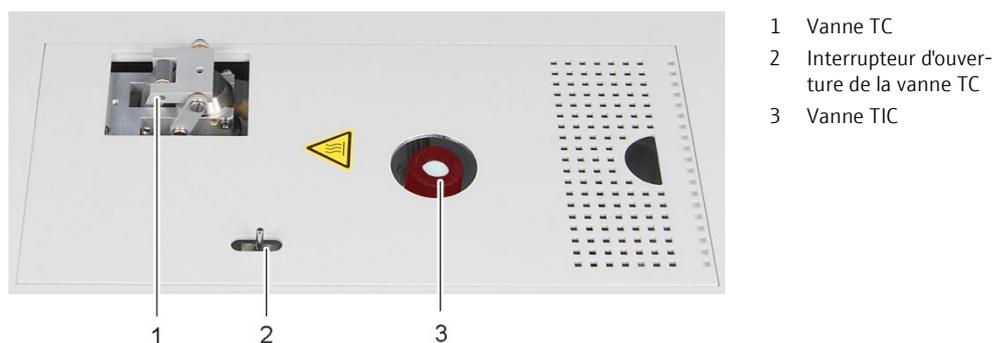


Fig. 3 Vannes sur la face supérieure de l'appareil

### 3.1.1 Composants pour injection

#### Vanne à septum

Une vanne à septum est utilisée comme vanne TIC sur le multi N/C 2100S. Les septas standard utilisés sont résistants à la température et ont une tolérance élevée aux perforations. La vanne à septum est disponible dans le modèle multi N/C 2100S pharma, mais n'est pas utilisée.

#### Vanne sans septum

Une vanne sans septum est utilisée pour l'alimentation des échantillons pour les analyses TC et TN. Elle assure une qualité de distribution des particules et des propagations plus faibles. Un mécanisme de repli à entraînement pneumatique déclenche l'admission dans le réacteur (combustion, TC/TN).

L'étanchéité du système entre la vanne et la seringue est assurée pendant l'injection par l'intermédiaire d'un septum sur la seringue.

La vanne est automatiquement actionnée en mode d'exploitation du distributeur d'échantillons. En mode d'exploitation manuelle, l'ouverture et la fermeture s'effectuent par l'intermédiaire de l'interrupteur à bascule situé à gauche des vannes.

Positions de l'interrupteur :

- Vanne TC fermée : interrupteur vers l'avant
- Vanne TC ouverte : interrupteur vers l'arrière

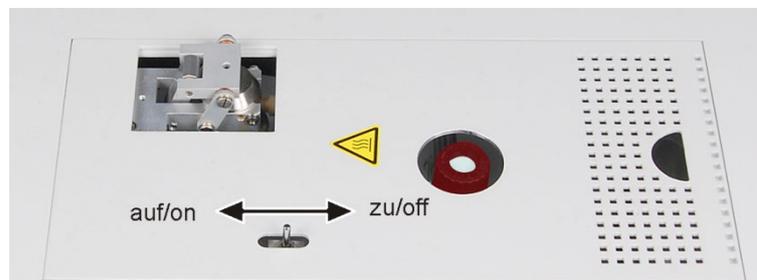


Fig. 4 Interrupteur à bascule pour la commande manuelle de la vanne TC

Microseringues

L'alimentation des échantillons s'effectue directement avec des microseringues sur le multi N/C 2100S. Le volume d'injection est de 50 – 500 µl. La qualité des résultats est optimale lorsque 50 à 100 % du volume de la microseringue sont utilisés. Diverses seringues sont disponibles. Les canules sont interchangeable.

Il est recommandé d'utiliser des canules d'un diamètre intérieur plus grand (canule pour particules) pour analyser les échantillons à base de particules.

Des microseringues spéciales sont utilisées sur les distributeurs d'échantillons (géométrie spéciale, avec raccord de gaz pour les analyses en mode NPOC). Elles ne sont pas graduées ; c'est pourquoi elles ne sont pas adaptées aux analyses en mode d'exploitation manuel.

### 3.1.2 Système pneumatique / tuyauterie

Plan de la tuyauterie

La liaison avec chaque composant se fait via les tuyaux marqués. Les chiffres et les lettres entourés sur le plan de la tuyauterie correspondent aux marquages figurant sur les tuyaux dans l'analyseur.



Composants de réglage de débit

Dans le multi N/C 2100S, le débit de gaz porteur est réglé automatiquement et le débit d'entrée est réglé au moyen d'un MFC (« mass flow controller »). À la sortie de l'appareil, le débit de gaz porteur est mesuré avec un MFM, c'est à dire qu'il n'y a pas de contrôle d'étanchéité automatique. Le résultat est affiché dans la fenêtre STATUT DU SYSTEME du multiWin. Des pièges à eau protègent l'unité de contrôle de gaz (gasbox) des gaz de combustion humides.

Le réglage du débit d'évacuation NPOC s'effectue au niveau de la soupape à pointeau de l'unité de contrôle de gaz. Le débit d'évacuation NPOC est mesuré avec un MFM et est affiché dans la fenêtre STATUT DU SYSTEME du multiWin. La soupape à pointeau est disponible dans le modèle multi N/C 2100S pharma, mais n'est pas utilisée.



Fig. 6 Soupape à pointeau pour le réglage du débit d'évacuation NPOC

Pompe de condensation

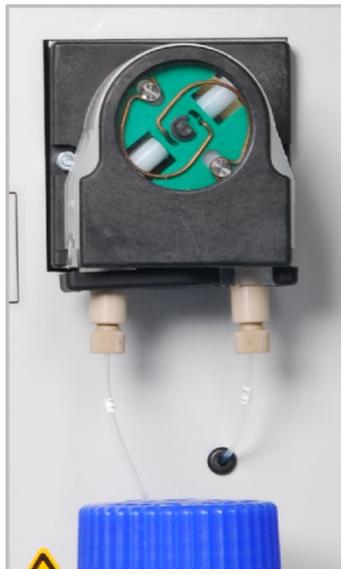
La pompe de condensation pompe automatiquement le condensat ou la solution déchet de la détermination TIC après chaque mesure. La pompe de condensation se trouve à côté du piège à halogènes.



**Fig. 7** Pompe de condensation

Pompe d'acide phosphorique

La pompe d'acide phosphorique pompe de l'acide phosphorique à 10 % jusqu'au réceptacle de condensat TIC.



**Fig. 8** Pompe d'acide phosphorique

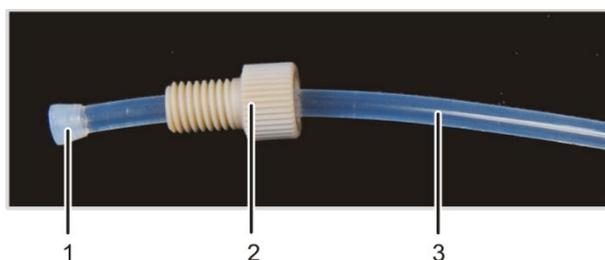
Connectique

À l'intérieur de l'appareil, la plupart des raccordements de gaz consistent en un connecteur FAST (FAST – **F**ast, **S**ave, **T**ight). Ces connecteurs réalisent un passage étanche entre des tuyaux et des raccordements de différents diamètres. Les manchons souples réduisent le risque de fissures par rapport à des raccords vissés. Les connexions existent en plusieurs variantes.



Fig. 9 Différentes variantes de connecteurs FAST

De plus, l'analyseur multi N/C 2100S utilise des connecteurs Fingertight. Ces raccords sans bride sont composés d'un cône d'étanchéité olive et d'une vis creuse. Ces raccords vissés se ferment simplement en serrant à la main la vis creuse en plastique.



- 1 Cône d'étanchéité olive
- 2 Vis creuse
- 3 Tuyau

Fig. 10 Connecteur Fingertight

### 3.1.3 Système de combustion

Le système de combustion se trouve derrière la paroi latérale gauche de l'analyseur.

Le four de combustion est un four vertical chauffé par résistance, pour une température d'attaque allant jusqu'à 950°C. Un four de combustion combiné peut être monté en option en mode d'exploitation vertical et horizontal (voir les instructions d'utilisation du module intégré pour solides). Cette option n'est pas disponible pour le multi N/C 2100S pharma.

Le tube de combustion (réacteur) est en verre de quartz. Il est rempli de catalyseur et de matières auxiliaires. Si l'efficacité du catalyseur diminue, le tube de combustion doit être à nouveau rempli.

La tête du four est montée sur l'ouverture supérieure du tube de combustion. Le tube de combustion est relié au serpentin à son extrémité inférieure par une attache en fourchette.

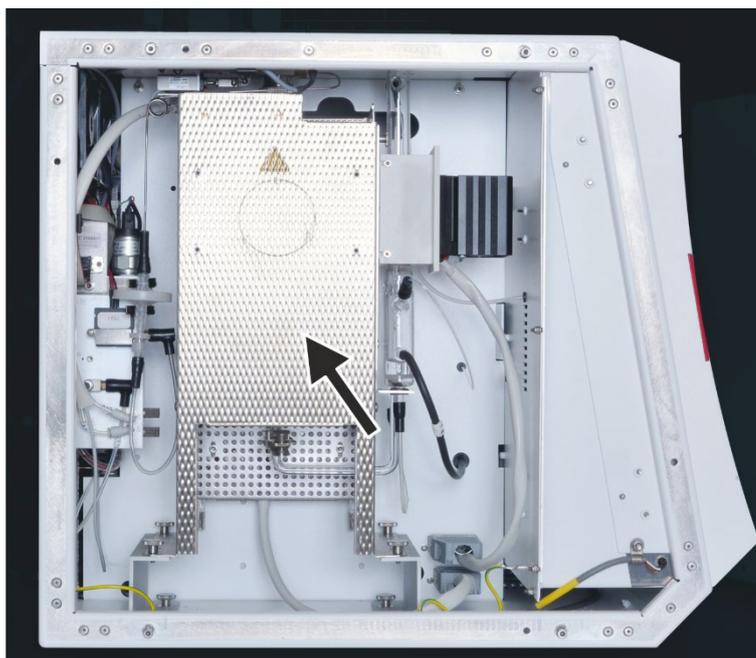


Fig. 11 Four de combustion (voir la flèche)

### 3.1.4 Composants pour le séchage et le nettoyage du gaz de mesure

Serpentin et module de condensation TIC

Le serpentin et le module de condensation TIC sont montés sur une plaque support suspendue à droite du four de combustion.

Le gaz de mesure est rapidement refroidi dans le serpentin en verre et la vapeur d'eau se condense. Le mélange gaz de mesure / eau est conduit par un tuyau jusqu'au réceptacle de condensat TIC.

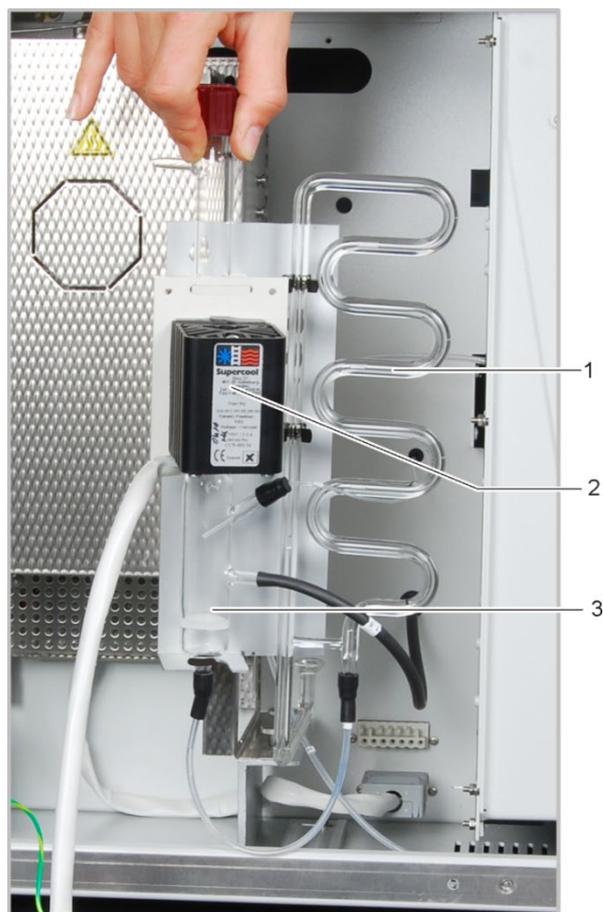
Le module de condensation TIC du multi N/C 2100S est composé du réceptacle de condensat TIC et du bloc de refroidissement qui entoure la partie supérieure du récipient en verre.

Une fritte est utilisée dans la partie inférieure pour faire sortir efficacement le  $\text{CO}_2$  formé. Le dosage de l'échantillon pour déterminer le TIC s'effectue par le dessus par l'intermédiaire de la vanne TIC. Le modèle automatique pour acide phosphorique à 10 % a lieu pour chaque détermination par le raccord supérieur au milieu du récipient en verre.

Le séchage du gaz de mesure se fait par séparation par congélation dans le bloc de refroidissement. Le gaz de mesure sec est amené depuis le réceptacle de condensat TIC par le raccord supérieur. Le séchage du gaz de mesure ne demande pas de maintenance.

Le condensat ou la solution déchet de la détermination TIC sont automatiquement pompés après chaque mesure par la sortie inférieure sur la gauche du récipient en verre.

Dans le modèle multi N/C 2100S pharma, le serpentin et le module de condensation TIC ne sont utilisés que pour le séchage et le nettoyage du gaz de mesure.

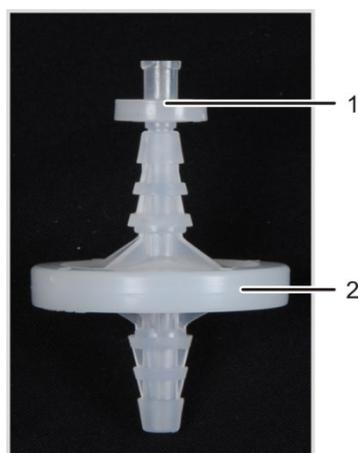


- 1 Serpentin
- 2 Bloc de refroidissement
- 3 Bac de condensation TIC

Fig. 12 Serpentin et module de condensation TIC

#### Pièges à eau

Les pièges à eau empêchent l'eau condensée d'aller dans la voie du gaz de mesure après être sortie du réceptacle de condensat. Le plus grand des pièges à eau (préfiltre TC) retient les aérosols pendant le fonctionnement et le plus petit (filtre de retenue une voie) retient l'eau qui monte.



- 1 Filtre de retenue une voie
- 2 Préfiltre TC

Fig. 13 Pièges à eau

#### Piège à halogènes

Pour une élimination efficace des composants parasites du gaz de mesure et pour protéger les détecteurs et du débitmètre, le multi N/C 2100S comporte après le réceptacle de

condensat TIC et les pièges à eau un piège à halogènes (tube U). Le tube U est rempli d'une laine de cuivre spéciale. La garniture du piège à halogènes doit être renouvelée au plus tard quand la moitié de la laine de cuivre ou que la laine de laiton est décolorée.



Fig. 14 Piège à halogènes

### 3.1.5 Détecteurs

#### Détecteur NDIR

Le détecteur NDIR (Détecteur infrarouge non dispersif) se trouve derrière la paroi latérale droite de l'analyseur.

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

Le détecteur de rayonnement utilisé dans le détecteur NDIR est sélectif pour le CO<sub>2</sub>.

#### Traitement des valeurs mesurées par le procédé VITA

Les molécules de CO<sub>2</sub> sont détectées par la technique de mesure aussi longtemps qu'elles restent dans la cuvette du détecteur NDIR. Les variations du débit de gaz de mesure se produisant pendant la mesure du CO<sub>2</sub> (par exemple par évaporation et condensation lors du dosage des échantillons liquides) font que les molécules de CO<sub>2</sub> ont pendant un certain temps une spectrométrie plus longue (débit de gaz bas) ou plus courte (débit de gaz élevé).

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

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

Détecteur de NO électrochimique (ChD, en option)	<p>Le détecteur de NO électrochimique peut être utilisé pour la détermination <math>TN_b</math>. Le détecteur de NO se trouve sous la paroi latérale droite de l'analyseur. Il analyse la teneur en oxyde d'azote (NO) du gaz porteur.</p> <p>Le gaz de mesure formé par oxydation thermique de l'échantillon aboutit dans le détecteur et les oxydes d'azote qu'il comprend s'y diffusent à travers une membrane hautement sélective dans la cellule de mesure électrochimique. Du fait de l'oxydation des oxydes d'azote se produisant au niveau de l'anode, le débit entre les électrodes change proportionnellement à la concentration d'oxyde d'azote. Le changement de débit est évalué comme signal et permet de déterminer la teneur en azote de l'échantillon analysé (détermination <math>TN_b</math>). L'électrolyte de la cellule de mesure ne sert que comme catalyseur et n'est pas consommé.</p> <p>Une alimentation électrique est nécessaire au fonctionnement du détecteur électrochimique de NO (ChD). Pour conserver l'équilibre interne du ChD durant les pauses de mesure (l'analyseur étant désactivé), une tension de maintien est nécessaire. Cela est obtenu grâce à une batterie (U9VL).</p> <p>La batterie se trouve dans la partie latérale droite du multi N/C 2100S. Une batterie du type suivant est utilisée : U9VL (ultra life).</p>
Détecteur à luminescence chimique CLD	<p>Le détecteur à luminescence chimique (CLD) permet la détermination <math>TN_b</math>. Le multi N/C 2100S pharma est toujours livré avec un CLD. Le multi N/C 2100S peut être complété en option par ce détecteur. Le CLD doit être placé comme appareil externe à droite de l'analyseur.</p> <p>Le gaz de mesure formé par oxydation thermique de l'échantillon est séché et aboutit alors dans la chambre de réaction du détecteur à luminescence chimique pour la détection du <math>TN_b</math>. Le monoxyde d'azote se compris dans le gaz de mesure y est oxydé avec de l'ozone en dioxyde d'azote excité. L'émission de quater de lumière (luminescence) fait revenir les molécules du dioxyde d'azote à leur état d'origine. La luminescence est détectée au moyen d'une cellule photo-électrique et est proportionnelle à la concentration de monoxyde d'azote. Elle permet ainsi de déterminer la teneur totale en azote de l'échantillon analysé.</p> <p>Dans le cas de l'attaque pour la détermination <math>TN_b</math>, on ne peut pas compter sur un rendement de NO de 100 %. Pendant le refroidissement et la condensation des gaz de combustion, des oxydes d'azote peuvent également apparaître dans les degrés élevés d'oxydation.</p>

### 3.1.6 Éléments d'affichage et de commande, connexions

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



Fig. 15 DEL indiquant que l'analyseur est prêt à fonctionner

La rangée de DEL située derrière la porte droite indique les différents états de l'analyseur.

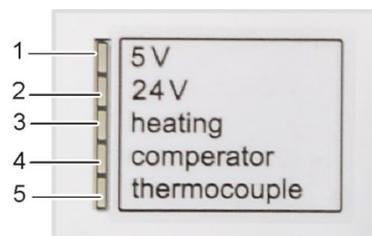


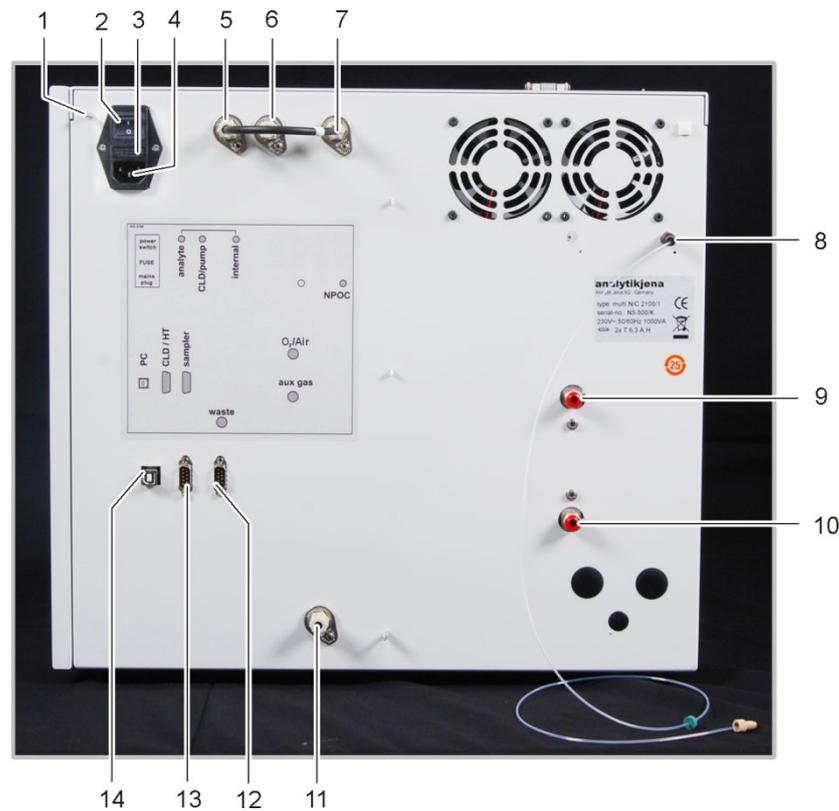
Fig. 16 Rangée de DEL (porte droite ouverte)

- 1 Contrôleur interne à microprogramme
- 2 Tension de l'appareil
- 3 Chauffage du four
- 4 Compensateur du four (s'allume à température supérieure)
- 5 Élément thermique (s'allume lorsque l'élément thermique est défectueux)

Commutateur principal, interfaces, raccords de gaz sur la face arrière de l'appareil

Le commutateur principal, le raccordement au secteur, le fusible, les raccordements de matériaux (gaz et déchets) ainsi que les interfaces de connexion au PC et aux accessoires se trouvent sur la face arrière du multi N/C 2100S.

Un schéma figurant au milieu de la face arrière indique les différents raccordements.



- |  |   |
|--|---|
| 1 Raccordement du fil neutre sur le distributeur d'échantillons                                    | 9 Raccordement de gaz porteur « O <sub>2</sub> /air »                                   |
| 2 Commutateur principal d'activation / désactivation de l'analyseur                                | 10 Raccordement de gaz auxiliaire pour vannes raccordées de manière pneumatique « aux » |
| 3 Coffret du fusible   | 11 Déchets « waste »  |
| 4 Raccordement au réseau   | 12 Interface RS 232 pour le distributeur d'échantillons « sampler »                     |
| 5 Raccordement de gaz « analyte » (relié au raccordement de gaz « internal » par un pont à tuyaux) | 13 Interface RS 232 pour le CLD et le module HT « CLD/HT »                              |
| 6 Raccordement de gaz « CLD/pump »   | 14 Interface USB pour le PC « PC »  |
| 7 Raccordement de gaz « internal »   |   |
| 8 Raccordement de gaz d'évacuation NPOC « NPOC »   |   |

**Fig. 17 Raccordements sur la face supérieure de l'appareil**

Le raccordement « internal » est relié au raccordement « analyte » par un pont à tuyaux à la livraison. Pour raccorder un module pour solides, il faut retirer le pont et raccorder le module pour solides.

Le détecteur à luminescence chimique doit être raccordé avec le raccordement (CLD/pump).

Le raccordement pour le gaz d'évacuation « NPOC » reste libre pour le multi N/C 2100S pharma.

### 3.1.7 Accessoires

Pour les mesures avec l'analyseur, les accessoires suivants sont nécessaires :

- Câbles de connexion, tuyaux
- réceptacle de déchets approprié et évacuation

- Flacon de réactif avec bac collecteur pour acide phosphorique H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 250 ml

Le flacon de réactif se trouve dans le bac collecteur derrière la porte droite. Le flacon de réactif comporte un symbole de sécurité ainsi que la désignation de son contenu et l'utilisateur doit le remplir d'acide phosphorique à 10 %.

L'acide phosphorique est également nécessaire dans le multi N/C 2100S pharma pour l'initialisation de l'analyseur. L'acide est utilisé pour le lavage du gaz de mesure après la combustion.

### 3.1.8 Possibilités d'extension de l'analyseur

Distributeur d'échantillons	<p>Le distributeur d'échantillons AS 60 est fixé sur l'appareil de base par deux vis hexagonales.</p> <p>Il est aussi bien conçu pour les échantillons contenant des particules homogènes que les échantillons à particules inhomogènes. Chaque échantillon peut être agité un par un immédiatement avant l'analyse. La vitesse d'agitation peut être sélectionnée. Les échantillons peuvent être automatiquement acidifiées et évacuées en mode NPOC.</p> <p>La tablette d'échantillons a 60 positions pour des flacons d'échantillon de 8 ml. En option, il y a un plateau de 112 positions pour flacons de 1,8 ml avec couvercle clipsable.</p>
DéTECTEUR à luminescence chimique CLD	<p>Un détecteur à luminescence chimique (CLD) peut être connecté à l'analyseur multi N/C 2100S pour la détermination du TN<sub>b</sub> (voir chapitre « Détecteur à luminescence chimique CLD » p. 28).</p>
Module pour solides HT 1300	<p>L'extension de l'analyseur multi N/C 2100S avec le module pour solides HT 1300 permet la combustion de matières solides à des températures jusqu'à 1 300°C. De grandes quantités d'échantillon (≤3 g) peuvent être analysées.</p>
Module pour solides Double Furnace	<p>Le système de combustion du multi N/C 2100S peut être transformé pour l'analyse de faibles quantités d'échantillons solides à l'aide d'un réacteur spécial et d'une vanne à avance manuelle. Les températures d'attaque atteignent les 950°C. L'attaque est réalisée grâce à un catalyseur.</p>
Module pour solides TIC	<p>Le TIC des échantillons solides peut être déterminé grâce à la transformation du multi N/C 2100S avec un module pour solides TIC. De l'acide est ajouté à l'échantillon. Les carbonates et les hydrogénocarbonates se décomposent en CO<sub>2</sub>.</p> <p>Aucun module pour solides n'est proposé pour le modèle multi N/C 2100S pharma.</p>

## 3.2 Principe de fonctionnement

L'analyseur multi N/C 2100S est un appareil compact et puissant servant à évaluer la teneur en carbone et / ou en azote totale dans les échantillons aqueux.

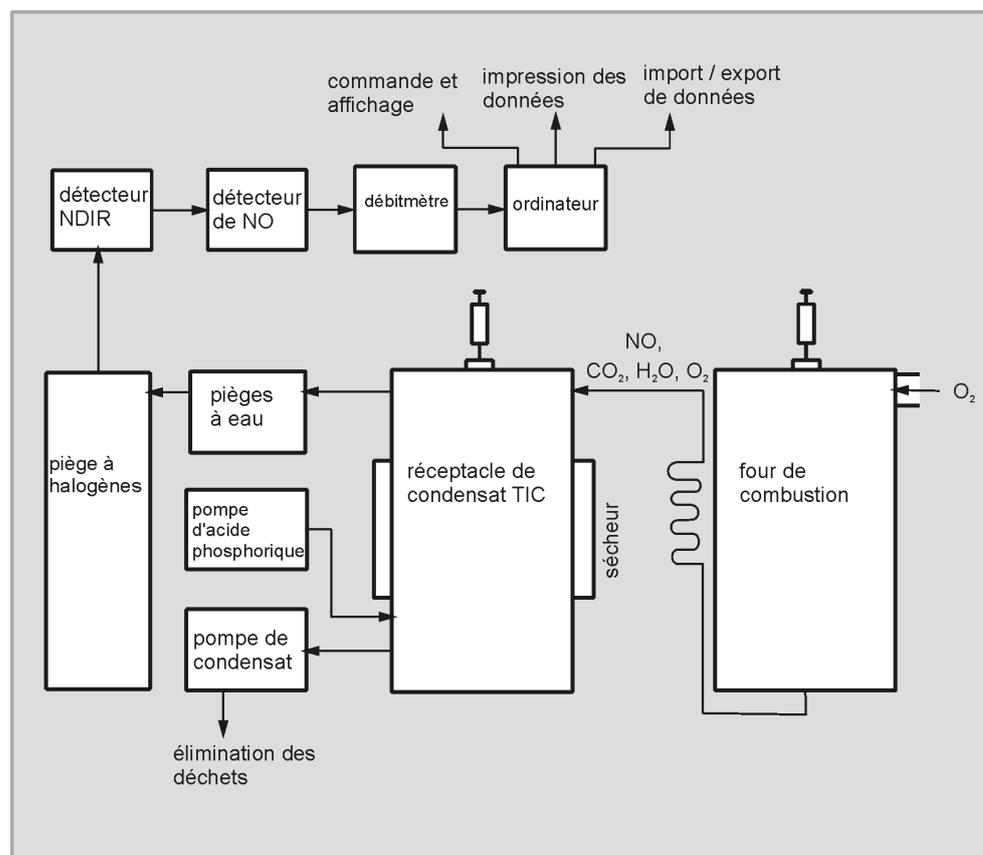


Fig. 18 Principe de fonctionnement

Dans le multi N/C 2100S, l'attaque se fait par oxydation haute température thermo-catalytique en présence de catalyseurs spéciaux. Cela permet une attaque quantitative même pour des composés de carbone et d'azote complexes et très stables.

La partie aliquote de l'échantillon est dosée directement dans la zone chaude du réacteur rempli (tube de combustion). La pyrolyse et l'oxydation de l'échantillon s'y produisent grâce au catalyseur dans le débit de gaz porteur (par exemple équations (1) - (3)). Le gaz porteur sert simultanément d'oxydant.



R ... substance comportant du carbone

Le gaz de pyrolyse est refroidi dans un serpentin et l'eau de condensation est séparée du gaz de mesure dans le réceptacle de condensat TIC suivant. Une fois les gaz corrosifs séchés et disparus, le gaz de mesure  $CO_2$  est amené au détecteur NDIR ou le NO est amené au détecteur NO (CLD et ChD).

Le carbone inorganique est déterminé par injection d'une partie aliquote de l'échantillon dans le réacteur TIC acide et par éjection du  $CO_2$  formé au moyen du détecteur NDIR.

La concentration de CO<sub>2</sub> et du NO est détectée plusieurs fois par seconde. Une intégrale est formée à partir de cette suite de signaux. L'intégrale est proportionnelle à la concentration du carbone ou de l'hydrogène dans la solution de mesure. Une fonction d'étalonnage prédéterminée permet alors le calcul du carbone ou de l'azote dans l'échantillon.

### 3.3 Procédé de mesure

L'analyseur multi N/C 2100S pharma est un modèle spécial pour l'analyse TN<sub>b</sub>.

L'analyseur multi N/C 2100S permet de déterminer les paramètres suivants comme paramètres globaux.

- TC : carbone total (**T**otal **C**arbon)
- TOC : carbone organique total (**T**otal **O**rganic **C**arbon)
- TIC : carbone total inorganique (**T**otal **I**norganic **C**arbon)
- NPOC : carbone organique non évacuable (non volatil) (**N**on **P**urgeable **O**rganic **C**arbon)
- NPOC+ : carbone organique non évacuable (non volatil), déterminé par la mesure de différence
- DOC : carbone organique dissous (correspond à TOC après filtration de l'échantillon avec un filtre de 0,45 µm) (**D**issolved **O**rganic **C**arbon)
- TN<sub>b</sub> : azote total lié (**T**otal **N**itrogen)

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

#### 3.3.1 Analyse TC

Durant l'analyse TC, la totalité du carbone contenu dans l'échantillon est saisie, à la fois le carbone organique et inorganique lié.

L'échantillon est directement dosé par une microseringue dans le tube de combustion, il est attaqué et le dioxyde de carbone formé est détecté.

Parallèlement à la détection TC, la détection TN<sub>b</sub> est possible.

#### 3.3.2 Analyse TOC

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

La détermination TOC a lieu dans l'analyseur selon la méthode différentielle, que l'on peut décrire par l'équation suivante (4) :

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

TOC ...	carbone organique total
TC ...	carbone total
TIC ...	carbone inorganique total

À partir du même échantillon sont déterminés le TIC et le TOC l'un après l'autre en deux mesures distinctes. La différence arithmétique est le TOC. Le procédé différentiel permet de saisir aussi bien les composés de carbone organique volatils que non volatils.

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

Parallèlement à la détection TOC, la détection TN<sub>b</sub>-est possible.

### 3.3.3 Analyse TIC

Lors de l'analyse TIC, le carbone inorganique total des carbonates et des hydrogencarbonates ainsi que le CO<sub>2</sub> dissous sont déterminés.

Les cyanures, cyanates, isocyanates et les particules de carbones ne sont pas saisis.

Pour déterminer le carbone inorganique (TIC), une partie aliquote de l'échantillon est dosée et attaquée dans le réacteur TIC. Le CO<sub>2</sub> est éjecté et détecté.

### 3.3.4 Analyse NPOC

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

L'échantillon est acidifié à l'extérieur de l'analyseur avec du 2 N HCl (pH 2) et le CO<sub>2</sub> formé est évacué. Ensuite, le carbone restant de l'échantillon ainsi préparé est déterminé par combustion.

Parallèlement à la détection NPOC, la détection TN<sub>b</sub> est possible.

Avec le CO<sub>2</sub> sont également évacués les composés organiques très volatils. L'analyse NPOC ne doit pas être utilisée si l'échantillon contient des substances organiques très volatiles.

### 3.3.5 Analyse NPOC par la méthode NPOC plus

Cette méthode est particulièrement appropriée pour la détermination de faibles teneurs en TOC dans des échantillons à teneur élevée en TIC ou contenant une grande quantité de CO<sub>2</sub> dissous. D'une manière générale, on recommande l'analyse NPOC pour ce type d'échantillons. En cas de teneur en TIC élevée ou, surtout, inconnue, une durée relativement longue ( $t > 10$  min) est néanmoins nécessaire pour l'évacuation complète du CO<sub>2</sub>.

La méthode NPOC plus est, du point de vue de son déroulement, une combinaison des méthodes NPOC et différentielle.

L'échantillon est acidifié comme dans l'analyse NPOC en-dehors de l'analyseur avec du 2 N HCl (pH 2). Immédiatement avant l'analyse de l'échantillon, la plus grande partie du dioxyde de carbone formé est évacuée à l'extérieur. Ensuite, le carbone organique (TOC) est déterminé à partir de l'échantillon ainsi préparé selon la méthode différentielle.

La valeur TIC déterminée selon cette méthode n'est qu'une valeur arithmétique et n'a pas de pertinence analytique.

Parallèlement à la détection NPOC plus, la détection TN<sub>b</sub> est possible.

Les substances très volatiles sont également évacuées dans la première étape et ne sont pas déterminées avec les autres.

### 3.3.6 Analyse TN<sub>b</sub>

Parallèlement à toutes les analyses par combustion à haute température, la détermination de l'azote lié total est passible par l'analyse TN<sub>b</sub>. L'oxydation thermocatalytique produit des oxydes d'azote qui peuvent être déterminés au choix par un détecteur à luminescence chimique (CLD) ou un détecteur électrochimique (ChD).

## 3.4 Catalyseurs

Dans le multi N/C 2100S, on peut utiliser comme catalyseur ou vecteur d'oxygène différentes matières solides appropriées qui contribuent dans la plage de température de 700°C à 950°C à la combustion de l'échantillon.

Dans le multi N/C 2100S, il est recommandé d'utiliser le catalyseur en platine à une température de réaction de 800°C. Ce catalyseur a été mis au point spécialement et peut être utilisé de manière universelle dans l'ensemble de la plage de travail du multi N/C 2100S pour la détermination du carbone ainsi que de l'azote. Grâce à sa valeur à blanc propre très faible, il permet d'une part une analyse sûre et précise pour des teneurs en carbone ou en azote très faibles. D'autre part, il est également stable dans l'analyse d'eaux très chargées.

Alternativement, le catalyseur « Catalyseur spécial pour multi N/C » (CeO<sub>2</sub>) peut être utilisé à une température de réaction de 850°C.

## 3.5 Étalonnage

### 3.5.1 Stratégies d'étalonnage

Étalonnage multipoints à volume d'échantillon constant

Pour la plupart des applications possibles, on effectue un étalonnage multipoints avec un volume d'échantillon constant et des concentrations variables.

On établit des séries de concentrations pour les plages à étalonner et on les mesure en fonction des paramètres de la méthode choisie. La plage d'étalonnage doit être définie en fonction des concentrations d'échantillons attendues.

Il est possible d'étalonner sur une large plage de concentration.

Étalonnage multipoints à concentration constante

Il est de plus possible d'utiliser in étalonnage multipoints avec des volumes de dosage variables et une concentration constante.

On produit une solution standard pour la plage à étalonner et celle-ci est mesurée en fonction des paramètres de la méthode choisie à différents volumes.

L'étalonnage doit être contrôlé par un second standard fixé de manière indépendante afin d'exclure toute définition erronée du standard d'étalonnage.

Pour les mesures dans une plage de concentration basse (< 10 mg/l), prendre en compte la valeur à blanc de l'eau de préparation.

Étalonnage un point

Pour les concentrations de TOC faibles, il est possible d'effectuer pour le multi N/C 2100S un étalonnage un point - la valeur à blanc de l'appareil est basse et le détecteur NDIR est linéaire.

Pour minimiser les sources d'erreur lors d'un étalonnage un point par définition de standard erroné, il est conseillé de procéder comme suit :

- Définir 3 standards avec la même concentration
- Mesurer ces standards
- Déterminer la courbe d'étalonnage à partir de la moyenne de ces standards

Avec l'étalonnage un point, prendre en compte la valeur à blanc de l'eau de préparation.

### 3.5.2 Facteur journalier

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

Le facteur journalier est calculé selon l'équation (5) :

$$F = \frac{c_{nominal}}{c_{actual}} \quad (5)$$

### 3.5.3 Procédé d'étalonnage dans multiWin

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

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

La détermination de la fonction d'étalonnage se fait en fonction de la masse  $m$  par échantillon à injecter. Il s'agit de déterminer des fonctions d'étalonnage au carré selon les équations (6) et (7) par calcul régressif.

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

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

$c$ ...	Concentration théorique du standard	$I_{net}$ ...	Intégrale nette
$V$ ...	Volume d'échantillon	$k_0, k_1, k_2$ ...	Coefficients d'étalonnage

L'intégrale nette est l'intégrale brute corrigée de l'eau de préparation.

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

Il est possible d'utiliser jusqu'à 20 points d'étalonnage. On peut effectuer une détermination au décuple par point d'étalonnage. La détermination de la fonction d'étalonnage

	<p>peut se faire à partir des valeurs moyennes des mesures répétées ou à partir de toutes les déterminations isolées.</p> <p>L'utilisateur a le choix du procédé de mesure approprié.</p>
TC/NPOC	<p>Le canal TC est étalonné, directement pour le paramètre TC et après évacuation pour le paramètre NPOC.</p> <p>Les fonctions d'étalonnage sont déterminées selon les équations (6) ou (7), à savoir :</p> $c_{TC} = f(I_{TC}) \quad (8)$ <p>Les paramètres déterminés apparaissent dans la méthode dans le canal d'analyse TC. Les résultats de la mesure sont calculés d'après la fonction d'étalonnage déterminée.</p>
TIC	<p>Le canal TN est étalonné. Les fonctions d'étalonnage sont déterminées selon les équations (6) ou (7), à savoir :</p> $c_{TIC} = f(I_{TIC}) \quad (9)$ <p>Les paramètres déterminés apparaissent dans la méthode dans le canal d'analyse TIC. Les résultats de la mesure sont calculés d'après la fonction d'étalonnage déterminée.</p>
TOC (Diff)	<p>D'une manière générale, des fonctions d'étalonnage séparées sont utilisées à des concentrations &gt; 0,5 mg/l pour les canaux TC et TIC, correspondant respectivement aux équations (6) ou (7). On utilise les équations (8) et (9).</p> <p>Le calcul des résultats de l'analyse a lieu selon les fonctions d'étalonnage déterminées pour TC et TIC. La teneur en TOC est alors obtenue avec l'équation (10).</p> $c_{TOC} = c_{TC} - c_{TIC} \quad (10)$ <p>Les paramètres déterminés apparaissent dans la méthode dans les canaux d'analyse TIC et TC.</p> <p>L'étalonnage a lieu de manière standard en parallèle, le plus souvent avec des standards mixtes (par exemple carbonate / hydrogénocarbonate et phthalate d'hydrogène de potassium ou saccharose).</p> <p>L'étalonnage des canaux TIC et TC peut également avoir lieu successivement avec des standards distincts. Ceci n'est intéressant que pour étalonner différentes plages pour TC et TIC.</p>
NPOC plus	<p>La méthode NPOC plus est étalonnée comme la méthode TOC (diff). Avant l'analyse, le TIC doit être éjecté jusqu'à ce que la méthode différentielle soit intéressante.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ étalonnage distinct des canaux TIC et TC</li> <li>▪ Mesure d'échantillons et calcul des résultats de l'analyse</li> <li>▪ Évacuation de l'échantillon acidifié (3 à 5 min)</li> <li>▪ La détermination de la concentration - teneur de TIC restant a lieu selon la courbe d'étalonnage</li> </ul>

- La détermination de la concentration - teneur de TC a lieu selon la courbe d'étalonnage
- La teneur en TOC est calculée à partir de la différence de concentration selon l'équation (10).



#### REMARQUE

Il convient d'effectuer un étalonnage selon la matrice. Pour cela, on ajoute un standard de carbonate dans la plage de concentration d'échantillon attendue. Cela se rapproche le plus du principe NPOC.

Étalonnage TN<sub>b</sub> On étalonne le canal TN. Les fonctions d'étalonnage déterminées correspondent aux équations (6) ou (7), à savoir :

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

Les paramètres déterminés apparaissent dans la méthode dans le canal d'analyse TN.

### 3.5.4 Caractéristiques de procédé

Écart par défaut résiduel	L'écart par défaut résiduel (variance résiduelle) exprime la dispersion des valeurs intégrales autour de la fonction de régression (précision de la régression).
Écart par défaut de procédé	L'écart par défaut de procédé décrit de manière plus claire et générale la qualité de l'étalonnage. Pour évaluer la qualité d'un étalonnage de manière fiable, utiliser l'écart par défaut résiduel.
Coefficient de variation de procédé	Le coefficient de variation de procédé (écart par défaut de procédé relatif), doit être utilisé pour comparer différents étalonnages avec différentes plages de mesure.
Coefficient de corrélation	Le coefficient de corrélation compare la dispersion des points de mesure d'étalonnage de la fonction de régression avec la dispersion totale de l'étalonnage. Si tous les points de mesure d'étalonnage sont sur la fonction de régression, le coefficient de corrélation est +1 ou -1. Avec des coefficients de corrélation positifs, la fonction de régression monte et avec des coefficients de corrélation négatifs, elle descend.
Mesure de détermination	Le carré du coefficient de corrélation est indiqué comme mesure de détermination.
Limite d'indication	La limite de détection de l'étalonnage donne la concentration minimum pouvant être distinguée qualitativement du point zéro avec une vraisemblance prédéfinie. La limite de détection doit dans tous les cas être inférieure au point de mesure d'étalonnage le plus bas.
Limite de détection	La limite de détection d'étalonnage donne la concentration minimale pour laquelle une détection est possible avec une vraisemblance prédéfinie.
Limite de détermination	La limite de détection de l'étalonnage donne la concentration minimum pouvant être distinguée quantitativement du point zéro avec une vraisemblance prédéfinie.

### 3.5.5 Autres calculs

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

#### Sélection des défauts

Le logiciel de commande et d'évaluation multiWin permet la sélection automatique des défauts. Il est possible de définir pour la méthode une limite maximum de coefficient de variation ou aussi d'écart par défaut.

Le nombre minimal de mesures défini dans la méthode est effectué. Si la dispersion des valeurs mesurées est supérieure à l'étendue définie (SD ou VK), de nouvelles injections de cet échantillon ont lieu jusqu'à ce que le nombre maximum prédéfini de mesures soit atteint.

Après chaque mesure, les coefficients de variation ou les écarts par défaut sont déterminés pour toutes les combinaisons de mesures. Quand le coefficient de variation ou l'écart par défaut sont inférieurs au coefficient de variation ou l'écart par défaut maximum définis sont inférieurs d'au moins une combinaison, aucune mesure n'a plus lieu. La combinaison de mesures avec le coefficient de variation ou l'écart par défaut les plus faibles est invoquée pour la détermination des résultats de l'analyse. Les mesures non utilisées sont considérées comme des défauts et sont supprimées.

Si l'on détermine le carbone et l'azote en parallèle, la sélection des défauts se fait séparément pour chaque paramètre.

#### Valeur moyenne

La valeur moyenne du résultat final est calculée à partir des concentrations déterminées pour les déterminations individuelles, une fois le défaut éliminé.

## 3.6 Valeurs à blanc

### 3.6.1 Valeurs à blanc de l'eau

#### Valeur à blanc de l'eau de préparation

La teneur en TOC de l'eau de préparation des standards n'est souvent pas négligeable, en particulier dans la plage basse ( $\mu\text{g/l}$ ). La concentration standard pesée et la valeur à blanc TOC de l'eau de préparation sont souvent du même ordre de grandeur. Cette valeur à blanc peut être retenue pour l'étalonnage.

La teneur en TOC de l'eau de préparation est mesurée séparément avant l'étalonnage. L'intégrale moyenne déterminée pour l'eau de préparation est alors déduite de l'intégrale déterminée pour cela (intégrale brute) lors de l'étalonnage de chaque point de mesure.

$$I_{net} = I_{gross} - I_{PreparationWater} \quad (12)$$

La détermination de la fonction d'étalonnage se fait à partir des intégrales nettes. Mathématiquement, cela correspond à une translation des droites d'étalonnage.

La valeur à blanc de l'eau de préparation est également prise en compte lors de la détermination du facteur journalier.

Valeur à blanc de dilution Si l'échantillon doit être dilué, la valeur à blanc de l'eau de dilution peut dans certains cas être intéressante. Cette valeur peut être déterminée séparément ou être saisie manuellement dans multiWin. Dès lors, la valeur à blanc de dilution est automatiquement prise en compte lors du calcul de la concentration d'échantillons dilués.

Cette valeur peut changer avec le temps et doit être à nouveau déterminée avant de commencer une série de mesures. Sinon, la dernière valeur entrée est utilisée.

La valeur à blanc de dilution est toujours indiquée de manière normalisée comme 1 ml.

Utilisation de la valeur à blanc de dilution Pour chaque mesure, l'intégrale de l'eau de dilution effective est calculée à partir de la valeur à blanc de dilution ( $I_{DBV}$ ) selon le volume d'échantillon utilisé et le rapport de dilution (équation (13)) et déduit de l'intégrale brute déterminée de manière expérimentale (équation (14)). L'intégrale brute  $I_{brut}$  déterminée pour chaque mesure est corrigée de la valeur à blanc de l'eau de dilution utilisée.

$$I_{DBV} = V_{DBV} * \left( V_{sample} - \frac{NumberUnitsPrimarySample}{NumberUnitsDilution} * V_{sample} \right) \quad (13)$$

$$I_{eff} = I_{raw} - I_{DBV} \quad (14)$$

$V_{DBV}$	Valeur à blanc de dilution	$I_{DBV}$	Intégrale de l'eau de dilution
$V_{sample}$	Volume d'échantillons	$N_{UPS}$	Nombre d'unités d'échantillon primaire
$I_{eff}$	Intégrale effective	$N_{UD}$	Nombre d'unités de dilution
$I_{raw}$	Intégrale brute		

Indication de la dilution Proportion d'échantillon primaire : en pourcentage global (par ex. 10 volumes pour 100 volumes), soit par ex. 10 ml d'échantillon primaire auxquels on rajoute de l'eau de dilution pour atteindre un volume total de 100 ml.

Pour un rapport de dilution de 1:1, on obtient  $I_{vDBW} = 0$

Calcul de la concentration d'échantillon Pour calculer la concentration d'échantillon  $c$ , on doit prendre en compte le volume d'échantillon utilisé et le rapport de dilution (équation (15)).

$$c = \frac{m}{V_{sample}} * \frac{NumberUnitsDilution}{NumberUnitsPrimarySample} \quad (15)$$

Pour la fonction d'étalonnage linéaire (équation (6)), on obtient alors l'équation (16).

$$c = \frac{k_1 * I_{eff} + k_0}{V_{sample}} * \frac{NumberUnitsDilution}{NumberUnitsPrimarySample} \quad (16)$$

Les valeurs d'intégrale déterminées pour un échantillon peuvent être introduites facilement. Si l'échantillon primaire a été dilué et le rapport de dilution entré dans multiWin, la concentration de l'échantillon primaire est entrée dans le rapport d'analyse.

Valeur à blanc d'éluât La valeur à blanc d'éluât est une valeur à blanc spéciale pour les échantillons de validation de degré de pureté ou pour la production d'éluât. Elle correspond à une teneur en TOC de l'eau extra-pure utilisée par exemple pour l'extraction / élution de tampons.

La valeur à blanc d'éluât est activée dans la méthode et vaut ainsi comme paramètre de méthode fixe. Il peut être déterminé de manière séparée et entré dans le logiciel de commande et d'évaluation multiWin. Cette valeur peut changer avec le temps et doit être à nouveau déterminée avant de commencer une série de mesures. Sinon, la dernière valeur entrée est utilisée.

La valeur à blanc d'éluât est toujours indiquée de manière normalisée comme 1ml.

Cette valeur à blanc n'est pas prise en compte pour l'étalonnage. L'étalonnage a lieu avec les standards habituels en prenant en compte uniquement la valeur à blanc de l'eau d'application.

Si une mesure d'échantillon est effectuée avec la méthode dite d'éluât, l'intégrale de la valeur à blanc est déduite de l'intégrale de la mesure d'échantillon (selon le volume d'injection), voir équation (17).

$$I_{eff} = I_{raw} - I_{EBV} \quad (17)$$

$I_{eff}$	Intégrale effective
$I_{Roh}$	Intégrale brute
$I_{EB}$	Valeur à blanc d'éluât

### 3.6.2 Valeur à blanc de la nacelle

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

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

## 4 Première mise en service

### 4.1 Exigences locales

#### 4.1.1 Conditions d'installation

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

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

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

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

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

#### 4.1.2 Encombrement



---

##### REMARQUE

Le module de solides externe ou le détecteur à luminescence chimique (CLD) doivent être disposés à droite de l'analyseur. Le distributeur d'échantillons est monté sur l'analyseur.

Il est possible d'adapter les autres composants aux conditions locales.

---

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

### 4.1.3 Alimentation en énergie



---

**ATTENTION**

L'analyseur multi N/C 2100S ne doit être connecté qu'à une prise mise à la terre conformément à la tension indiquée sur la plaque signalétique !

---

Le multi N/C 2100S fonctionne avec un courant alternatif monophasé.

L'installation électrique du laboratoire doit être conforme à la norme DIN VDE 0100. La prise doit fournir un courant conforme à la norme IEC 38.

### 4.1.4 Alimentation en gaz

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

Le tuyau de raccordement, d'un diamètre extérieur de 6 mm et intérieur de 4 mm est fourni. Il est d'une longueur standard de 3 m. Si vous désirez des tuyaux d'une autre longueur, veuillez contacter le service après-vente d'Analytik Jena GmbH.

## 4.2 Déballage et montage de l'analyseur



---

**REMARQUE**

L'analyseur multi N/C 2100S doit être monté et installé exclusivement par le service après-vente d'Analytik Jena GmbH ou par un personnel spécialisé autorisé et formé par elle !

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

---



---

**REMARQUE**

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

---

Le déballage et le montage de l'analyseur multi N/C 2100S doivent être effectués par le service après-vente d'Analytik Jena GmbH ou par un personnel spécialisé autorisé et formé par elle.

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

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

## 5 Connecter les appareils complémentaires



### ATTENTION

Désactiver l'analyseur avant de connecter les appareils complémentaires. Toujours éteindre le multi N/C 2100S avant de connecter un appareil complémentaire !

### 5.1 Distributeur d'échantillons AS 60



### ATTENTION

Veillez à ce que le tuyau de déchet ne soit pas pincé.



### REMARQUE

Respectez les instructions d'utilisation de l'AS 60 pour les travaux d'installation !



Fig. 19 AS 60 monté sur l'analyseur multi N/C 2100S

Connecter le distributeur d'échantillons comme suit à l'analyseur :

1. Placer le distributeur d'échantillons sur l'analyseur.



2. Fixer le distributeur d'échantillons sur la partie supérieure du boîtier du multi N/C 2100S avec les vis hexagonales jointes aux emplacements prévus à cet effet à l'aide d'une clé Allen.

3. Connecter le distributeur d'échantillons à l'alimentation électrique conformément aux instructions d'utilisation.
4. Connecter le câble de données sériel fourni à l'interface « sampler » sur la face arrière de l'analyseur (12 à Fig. 17 p. 30).
5. Connecter l'autre extrémité du câble de données à l'interface RS 232 du distributeur d'échantillons (voir les instructions d'utilisation du distributeur d'échantillons).
6. Raccorder le tuyau de déchet fourni à la coupelle de rinçage du distributeur d'échantillons et au conteneur de déchet de l'analyseur.
7. Placer la tablette d'échantillon et la coupelle de rinçage sur la surface d'appui prévue.

#### Monter la seringue

Monter la seringue comme suit :



1. Sortir la seringue correspondante (sans graduation, avec raccordement pour gaz NPOC) de son emballage.
2. Raccorder la seringue au tuyau (3, pas pour multi N/C 2100S pharma).
3. Enfoncer le septum présent (6) sur la canule de la seringue jusqu'à l'écrou d'accouplement.
- Remarque :** Pendant l'injection, l'étanchéité du système est assurée par le septum pour la vanne sans septum.
4. Placer la seringue dans le logement prévu et fermer l'étrier (2).
5. Fixer le piston de la seringue avec la vis de blocage (1).
6. Fermer la fixation (4) sur le cylindre de seringue (5) tout en appuyant légèrement par dessous sur le logement pour seringue.

7. Le volume de la seringue est indiqué sur la seringue et doit être sélectionné ultérieurement dans le multiWin avec la commande de menu CONFIGURATION ► EDIT OPTIONS dans la fenêtre OPTIONS ► Onglet ANALYZER COMPONENTS dans le groupe SYRINGE dans la liste SIZE.

#### Vérifier la configuration

Vérifier la configuration au moyen de l'ordre de menu INSTRUMENT ► SYSTEM INFORMATION dans la fenêtre SET-UP INFO. Modifier au besoin la configuration :

1. Terminer le programme multiWin.
2. Démarrer sur l'interface Windows sous START ► PROGRAM FILES ► MULTIWIN ► SET-UP TOOL LE SET-UP TOOL.
3. Choisir dans la liste SAMPLER le type de distributeur d'échantillons.
4. Quitter le SET-UP TOOL avec [CREATE].
5. Modifier la configuration dans la fenêtre MULTIWIN SET-UP TOOL.

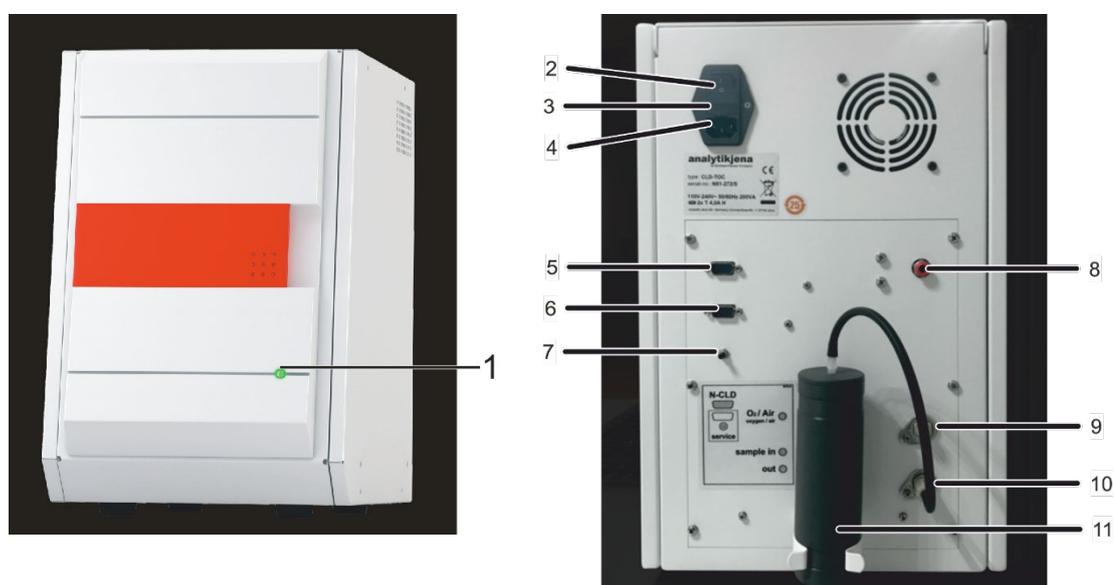
Avant le premier démarrage, ajuster le distributeur d'échantillons (voir chapitre « Ajuster le distributeur d'échantillons » p. 66). Si le piston ne retourne pas complètement en bas après l'initialisation, le piston doit être ajusté (voir chapitre « Régler la position du piston » p. 68).

## 5.2 Détecteur à luminescence chimique (CLD)



### ATTENTION

Désactiver l'analyseur avant de connecter les appareils complémentaires. Toujours éteindre le multi N/C 2100S avant de connecter un appareil complémentaire !



- |  |  |
|--|--|
| 1 DEL sur la face avant                | 6, 7 Ports de service                                    |
| 2 Interrupteur de mise en marche/arrêt | 8 Connexion « (O <sub>2</sub> /Air) »                    |
| 3 Boîtier de fusible                   | 9 Connexion « Sample in »                                |
| 4 Raccordement au réseau               | 10 Connexion « Out »                                     |
| 5 Connexion série au multi N/C 2100S   | 11 Tube d'adsorption pour élimination de NO <sub>x</sub> |

Fig. 20 Éléments d'affichage CLD, connexion secteur et raccords

Caractéristiques techniques

Principe de détection	Détecteur à luminescence chimique
Paramètre	TN <sub>b</sub> (azote total lié)
Plage de mesure	0 – 200 mg/l TN <sub>b</sub>
Limite de détection	0,05 mg/l TN <sub>b</sub>
Durée d'analyse	3 - 5 min
Gaz pour génération d'ozone	Alimentation en gaz comme l'analyseur, 4 – 6 bar
Dimensions L x H x P	env. 300 mm x 460 mm x 550 mm
Poids	env. 12 kg
Connexion	110 – 240 V AC 50/60 Hz
Protection	2 x T4,0 A H

Puissance absorbée moyenne type	200 VA
Interface PC	RS 232
Antiparasitage (compatibilité électromagnétique)	Conformément aux exigences d'antiparasitage selon EN 55011 Groupe 1, Classe B (selon EN 61326-1 adapté pour être utilisé en environnement électromagnétique élémentaire)



### ATTENTION

L'ozone généré dans le générateur d'ozone à partir de gaz porteur sec (O<sub>3</sub>) est détruit dans le destructeur d'ozone monté en aval lors de l'utilisation conforme de l'analyseur. La concentration pouvant subsister est insignifiante : Différentes mesures de sécurité provoquent l'arrêt automatique du générateur d'ozone.

Si une odeur d'ozone se fait sentir dans le CLD Plus, désactiver immédiatement l'appareil et en informer le Service d'Analytik Jena GmbH.

### Montage sur l'analyseur

Connecter le détecteur à luminescence chimique comme suit à l'analyseur :

1. Placer le détecteur à luminescence chimique à droite de l'analyseur.
2. Brancher le gaz porteur au raccord à accouplement rapide (8 à Fig. 20).
3. Établir le raccord de gaz entre le CLD et le multi N/C 2100S :
  - Raccord CLD, 9 à Fig. 20.
  - Raccord d'analyseur, 6 à Fig. 17 p. 30
4. Relier l'interface sérieuse correspondant « CLD/HT » située sur la face arrière de l'analyseur (13 à Fig. 17) avec l'interface RS 232 (5 à Fig. 20) au moyen du câble de données sériel fourni.
5. Allumer le CLD.
  - ✓ Le voyant situé sur la face avant du CLD indique que celui-ci est prêt à fonctionner.
6. Vérifier la configuration au moyen de l'ordre de menu INSTRUMENT ► SYSTEM INFORMATION dans la fenêtre SET-UP INFO. Modifier au besoin la configuration :
  - Terminer le programme multiWin.
  - Démarrer sur l'interface Windows sous START ► PROGRAM FILES ► MULTIWIN ► MULTIWIN SET-UP TOOL le SET-UP TOOL.
  - Choisir dans la liste DETECTEUR l'option CLD.
  - Quitter le SET-UP TOOL avec [CREATE].
  - Modifier la configuration dans la fenêtre MULTIWIN SET-UP TOOL.

### 5.3 Module pour solides externe HT 1300



#### ATTENTION

Désactiver l'analyseur avant de connecter les appareils complémentaires. Toujours éteindre le multi N/C 2100S avant de connecter un appareil complémentaire !



#### REMARQUE

Respecter les instructions d'utilisation du module pour solides pour l'ensemble des travaux d'installation !

Le module pour solides HT 1300 n'est pas proposé pour le multi N/C 2100S pharma.

Connecter le module pour solides externe comme suit à l'analyseur :

1. Placer le module pour solides externe à droite de l'analyseur.
2. Retirer le pont à tuyaux au niveau de la paroi arrière de l'analyseur entre les raccords « analyte » et « internal » (5 et 7 à Fig. 17 p. 30).
3. Raccorder le module pour solides et l'analyseur aux raccords de gaz :
  - Relier le raccord « analyte » sur le module pour solides avec le raccord « analyte » sur la paroi arrière de l'analyseur (5 à Fig. 17).
  - Relier le raccord « pump » sur le module pour solides avec le raccord « pump » sur la paroi arrière de l'analyseur (6 à Fig. 17).
4. Raccorder le câble de données sériel fourni à l'interface sérielle correspondante « CLD/HT » (13 à Fig. 17) sur la face arrière de l'analyseur.
5. Connecter l'autre extrémité du câble de données à l'interface RS 232 du module pour solides.
6. Activer le module pour solides dans le logiciel :
  - Appeler avec l'ordre de menu CONFIGURATION ► EDIT OPTIONS la fenêtre OPTIONS ► carte ANALYZER COMPONENTS.
  - Activer dans le groupe FURNACE l'option EXTERNAL SOLIDS MODULE.

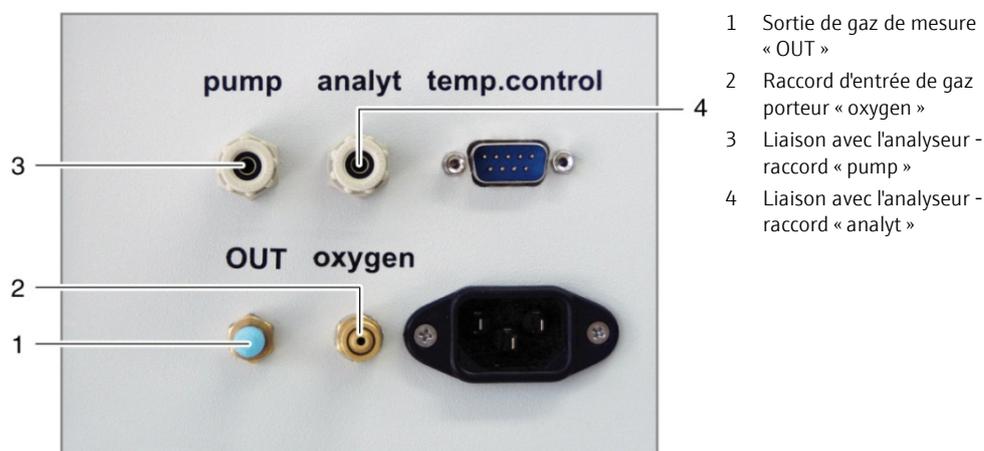


Fig. 21 Raccords sur la face arrière du module pour solides

## 6 Utilisation

### 6.1 Consignes générales relatives aux analyses

Lors des analyses, observer les points suivants :

- Lors de l'analyse d'échantillons très acides, des aérosols peuvent se former dans le réceptacle de condensat TIC. La capacité du piège à halogènes s'épuise assez vite. De plus, le piège à aérosols s'obstrue rapidement. Ces deux composants doivent donc être fréquemment remplacés. Autant que possible, diluer les échantillons avant la mesure (par ex. 1:10).
- En cas de très forte formation d'aérosols, l'analyseur est immédiatement protégé par le piège à aérosols intégré (piège à eau) et l'alimentation en gaz porteur est interrompue. En outre, pour protéger l'analyseur, retirer le grand piège à eau du raccord au réceptacle de condensat TIC.
- Pour acidifier les échantillons, utiliser exclusivement de l'acide chlorhydrique (HCl) pour analyse c = 2 mol/l, produit à partir de HCl pour analyse (concentré) et d'eau TOC.
- Pour la détermination TIC, utiliser exclusivement de l'acide ortho-phosphorique ( $H_3PO_4$ ), produit à partir d'acide ortho-phosphorique (concentré) pour analyse et d'eau TOC. Acide phosphorique à 10 % pour dosage automatique.
- Le volume d'échantillons maximal donné par injection est de 500  $\mu$ l. Les échantillons doivent uniquement être injectés sur la demande du multiWin et seulement à intervalles donnés.
- Pour l'attaque et la conservation des solutions, n'utiliser que des récipients en verre sans particules ( fioles jaugées, coupelles d'échantillons).
- Pour l'attaque et le stockage de solutions de < 1 mg/l, garder à l'esprit que la concentration peut être légèrement modifiée par les substances contenues dans l'air du laboratoire ( $CO_2$ , vapeurs organiques). Contre cela, prendre les mesures de prévoyance suivantes :
  - Maintenir le plus réduit possible l'espace libre au-dessus des liquides.
  - Pendant le fonctionnement du distributeur d'échantillons, recouvrir les coupelles d'échantillon avec un film (mode différentiel).
  - Supprimer les sources de vapeurs organiques.

### 6.2 Activation de l'analyseur (mise en service standard)



---

#### ATTENTION

De l'acide phosphorique concentré est nécessaire pour la procédure de mesure ! L'acide phosphorique peut gravement irriter la peau et les yeux en cas de contact !

Porter des gants et des lunettes de protection pour toute manipulation d'acide phosphorique concentré !

---



---

**REMARQUE**

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

Remplacer la totalité de la garniture du piège à halogènes quand la moitié de la laine de cuivre est noircie ou que la laine de laiton est décolorée !

---

Toujours contrôler ce qui suit avant d'activer l'analyseur :

- Le tuyau de déchet est raccordé au conteneur de déchet ; les déchets peuvent s'écouler librement et la capacité du réceptacle de déchets est suffisante.
- L'alimentation en gaz est correctement raccordée et la pression d'admission est de 4 à 6 bar.
- Le flacon de réactif contient suffisamment d'acide phosphorique (0,5 ml par détermination TIC).
- Le piège à halogènes est raccordé, rempli de laine de cuivre et de laiton et toujours utilisable (voir la consigne de sécurité plus haut).
- Les tuyaux dans l'analyseur sont correctement raccordés et en bon état.

Vérifier que les autres composants en option sont correctement raccordés :

- Distributeur d'échantillons
- Détecteur à luminescence chimique (CLD)
- module pour solides externe HT 1300

Préparer un échantillon et activer l'analyseur comme suit :

1. Ouvrir la valve du réducteur de pression de l'alimentation en gaz.
2. Mettre le PC en marche.
3. Allumer le cas échéant les autres composants (voir les instructions d'utilisation de chaque composant) :
  - Distributeur d'échantillons
  - Détecteur à luminescence chimique (CLD)
  - module pour solides externe HT 1300
4. Allumer l'analyseur au commutateur principal.
  - ✓ La DEL sur la porte avant gauche s'allume en vert.
5. Démarrer après 30 s le logiciel d'évaluation et de commande multiWin sur le PC et entrer nom d'utilisateur et mot de passe.
6. Le cas échéant répondre à la question INITIALIZE ANALYZER par [YES].
  - ✓ Une fois que vous vous êtes identifié a lieu l'initialisation et la demande des composants.



#### REMARQUE

Dans la fenêtre SYSTEM STATE, les composants qui ne sont pas encore prêts à fonctionner sont affichés en rouge pendant l'initialisation. Pendant la phase de montée en régime de l'analyseur, la communication de l'extérieur avec le programme est bloquée.

Chaque composant nécessite un temps de mise en route spécifique :

- Détecteur NDIR environ 10 minutes de mise en route
- Four environ 10 minutes de montée en température
- CLD environ 20 minutes de montée en température

Le débit de gaz de mesure atteint sa valeur théorique ( $160 \pm 10$  ml/min) au bout de 1 à 2 minutes.

7. Si l'analyseur n'est toujours pas prêt à mesurer au bout de 30 minutes (un ou plusieurs composants sont encore affichés en rouge dans la fenêtre SYSTEM STATE), contrôler les raccordements des tuyaux et effectuer une recherche d'erreur selon les consignes du chapitre « Résolution des pannes » p. 93.

D'autres opérations de mise en service sont nécessaires le cas échéant en fonction de l'opération de mesure, après les travaux de maintenance ou après le remplacement des composants :

8. Réajuster le distributeur d'échantillons aux vannes après chaque remplacement de seringue et après chaque manipulation (par ex. remplacement de catalyseur, travaux de maintenance) ou vérifier le réglage (voir chapitre « Ajuster le distributeur d'échantillons » p. 66).
9. Saisir la taille de la seringue à chaque fois qu'elle est remplacée :
  - Ouvrir avec l'ordre de menu CONFIGURATION ► EDIT OPTIONS la fenêtre OPTIONS ► carte ANALYZER COMPONENTS.
  - Sélectionner dans la liste SYRINGE SIZE le volume de la seringue.
10. Si nécessaire, arrêter l'évacuation NPOC (voir chapitre « Réglage du débit d'évacuation NPOC » p. 69).

**Remarque :**

Le débit d'évacuation NPOC est préréglé sur env. 100 ml/min. Ce débit est aussi bien approprié pour les mesures effectuées avec le distributeur d'échantillons que pour les mesures avec injection manuelle. Le débit d'évacuation NPOC peut être augmenté ou diminué selon l'opération de mesure.

## 6.3 Effectuer un étalonnage

### 6.3.1 Préparer et démarrer l'étalonnage

Le logiciel de commande et d'évaluation multiWin permet d'adapter l'analyse aux mesures à effectuer de manière personnalisée grâce au choix des méthodes. Une mesure optimale avec la mesure correspondante nécessite son propre étalonnage pour chaque paramètre d'analyse et chaque canal de mesure. Il n'est pas absolument nécessaire d'étalonner tous les paramètres.

Pour chaque paramètre, il est possible d'étalonner dans une méthode jusqu'à trois fonctions d'étalonnage.

Effectuer l'étalonnage comme suit :

1. Choisir dans la fenêtre SYSTEM STATE le type d'alimentation en échantillons.
  - ✓ L'analyseur est initialisé.
2. Appeler l'ordre de menu MEASUREMENT ► CALIBRATION.
3. Décider dans la demande suivante si vous choisissez la méthode à étalonner ou si vous voulez charger un tableau d'étalonnage déjà présent. Suivre les instructions qui suivent à l'écran.
  - ✓ Après le chargement de la méthode à étalonner ou après l'ouverture d'un tableau d'étalonnage déjà existant, la fenêtre CALIBRATION – DATA OF NEW CALIBRATION s'ouvre.

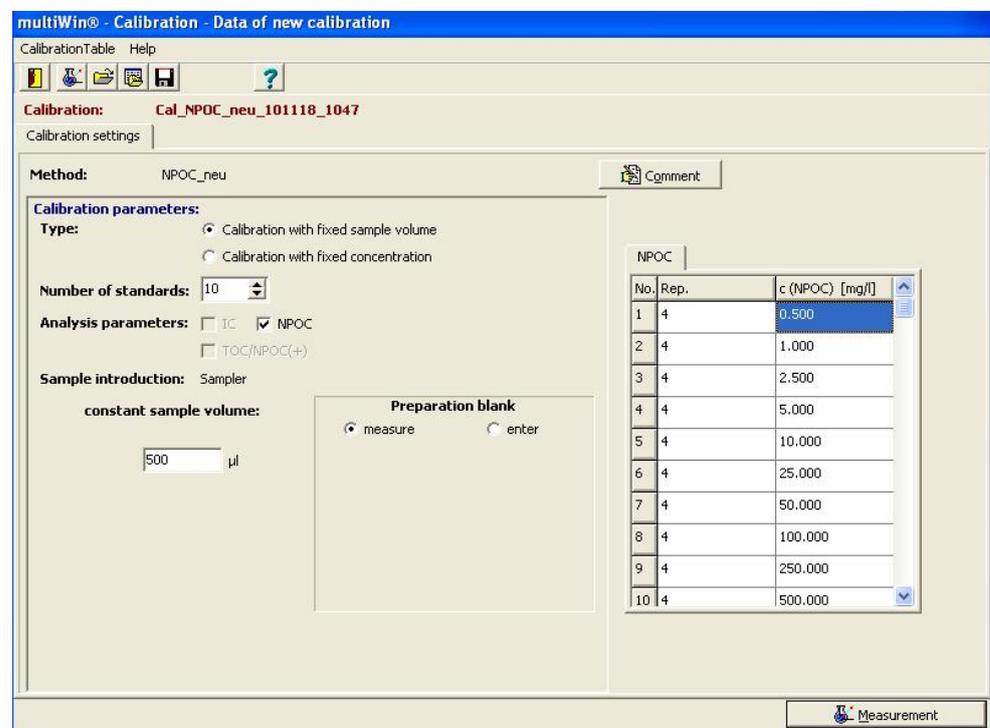


Fig. 22 Fenêtre CALIBRATION – DATA OF NEW CALIBRATION

4. Choisir dans le groupe CALIBRATION PARAMETERS le type d'étalonnage.

**Remarque :**

Effectuer de préférence des étalonnages plusieurs points avec des volumes d'échantillon constants et des concentrations variables. Dans le champ d'entrée CONSTANT SAMPLE VOLUMES le volume défini dans la méthode est automatiquement entré. Une modification n'est nécessaire que si le volume à étalonner diffère du volume défini dans la méthode. Pour CALIBRATION WITH FIXED CONCENTRATION, entrer la concentration correspondante du standard préparé dans le champ d'entrée.

5. Entrer dans le champ d'entrée NUMBER OF STANDARDS le nombre de points d'étalonnage.
6. Choisir les ANALYSIS PARAMETERS à étalonner de la méthode chargée.

**Remarque :**

Il n'est pas absolument nécessaire d'étalonner tous les paramètres. Pour l'étalonnage du paramètre NPOC plus et les concentrations > 0,5 mg/l, les paramètres IC et TC doivent être activés séparément.

L'étalonnage du paramètre TOC/NPOC plus doit être utilisé si l'on doit travailler dans la plage de concentration < 0,5 mg/l. Pour cela, un étalonnage un point est en général suffisant.

7. Le type d'alimentation en échantillons est indiqué sous SAMPLE INTRODUCTION. Cette indication est purement informative et n'est pas modifiable ici.
8. Choisir dans le groupe PREPARATION BLANK comment la valeur à blanc de l'eau de préparation doit être prise en compte.
  - Champ de sélection MEASURE :  
La teneur en TOC de l'eau de préparation est mesurée séparément immédiatement avant l'étalonnage. Pour cela, préparer un récipient d'eau de préparation sur le distributeur d'échantillons en première position. Pour l'injection automatique, il faut d'abord préparer l'eau de préparation.
  - Champ de sélection ENTER :  
On peut entrer comme valeur la teneur dans l'eau de préparation.

**Remarque :**

La valeur à blanc de l'eau de préparation peut être entrée de manière normalisée comme 1 ml. Si la valeur à blanc de l'eau de préparation n'a pas à être prise en compte, entrer un 0 dans le champ d'entrée.

9. Remplir le tableau d'étalonnage pour chaque paramètre à étalonner conformément aux solutions standard préparées.

**Remarque :**

Dans la colonne REP., le nombre de mesures répétées défini dans la méthode est automatiquement entré. Si la sélection de défauts est activée dans la méthode, le nombre maximum est entré. Le nombre de mesures répétées peut être modifié individuellement pour chaque standard.

10. Enregistrer au besoin le tableau d'étalonnage avec les ordres de menu  
CALIBRATION TABLE ► SAVE CALIBRATION TABLE OU CALIBRATION TABLE ► SAVE  
CALIBRATION TABLE AS...

**Remarque :**

Les tableaux d'étalonnage comprennent automatiquement l'extension \*.kaltab et sont rangés sous ...\\Calibration\\Tables.

11. Cliquer sur le bouton [MEASUREMENT] et suivre les instructions qui suivent à l'écran.

**Remarque :**

Selon la méthode choisie et le type d'injection apparaissent d'autres demandes ou bien la fenêtre CURRENT SAMPLE DATA s'ouvre (seulement pour l'injection avec distributeur d'échantillons).

Pos.	Activation	State sample	Sample ID	Method	Dimension	Sample type	Sample vol
Q (64)							
1	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz00	NPOC_neu	c: mg/l	Preparation blank	500,0µl
2	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz01	NPOC_neu	c: mg/l	Calibration	500,0µl
3	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz02	NPOC_neu	c: mg/l	Calibration	500,0µl
4	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz03	NPOC_neu	c: mg/l	Calibration	500,0µl
5	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz04	NPOC_neu	c: mg/l	Calibration	500,0µl
6	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz05	NPOC_neu	c: mg/l	Calibration	500,0µl
7	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz06	NPOC_neu	c: mg/l	Calibration	500,0µl
8	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz07	NPOC_neu	c: mg/l	Calibration	500,0µl
9	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz08	NPOC_neu	c: mg/l	Calibration	500,0µl
10	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz09	NPOC_neu	c: mg/l	Calibration	500,0µl
11		Cannot run NPOC/NPOC(+).					
12	⊘	Sample ready	Cal_NPOC_neu_101118_1047_Konz10	NPOC_neu	c: mg/l	Calibration	500,0µl
13							
14							
15							
16							
17							

Fig. 23 Fenêtre DONNEES D'ECHANTILLON ACTUELLES

12. Valider les standards d'étalonnage dans la fenêtre CURRENT SAMPLE DATA et quitter la fenêtre avec le bouton [✓].
13. Une fois la fenêtre MEASUREMENT ouverte, cliquer sur le bouton [START F2].
  - ✓ L'étalonnage commence.

### 6.3.2 Affichage des résultats de l'étalonnage

Une fois les mesures d'étalonnage traitées, le rapport d'étalonnage s'ouvre automatiquement dans la fenêtre CALIBRATION – CALIBRATION SETTINGS et il peut alors être modifié. Le rapport d'étalonnage peut aussi être ouvert plus tard avec l'ordre de menu DATA EVALUATION ► CALIBRATIONREPORT ► SELECT CALIBRATIONREPORT.

La fenêtre CALIBRATION – CALIBRATION SETTINGS dispose de la carte CALIBRATION DATA et de la carte CALIBRATION RESULT.

La carte CALIBRATION DATA affiche les paramètres d'étalonnage. Le bouton [COMMENT] permet de saisir une note. Utiliser [SIGNATURE] pour signer l'étalonnage. Dans multiWin pharma, seules les méthodes ayant le statut de signature "authorized" peuvent être utilisées pour la mesure. La carte CALIBRATION RESULT montre les résultats pour chaque paramètre étalonné.

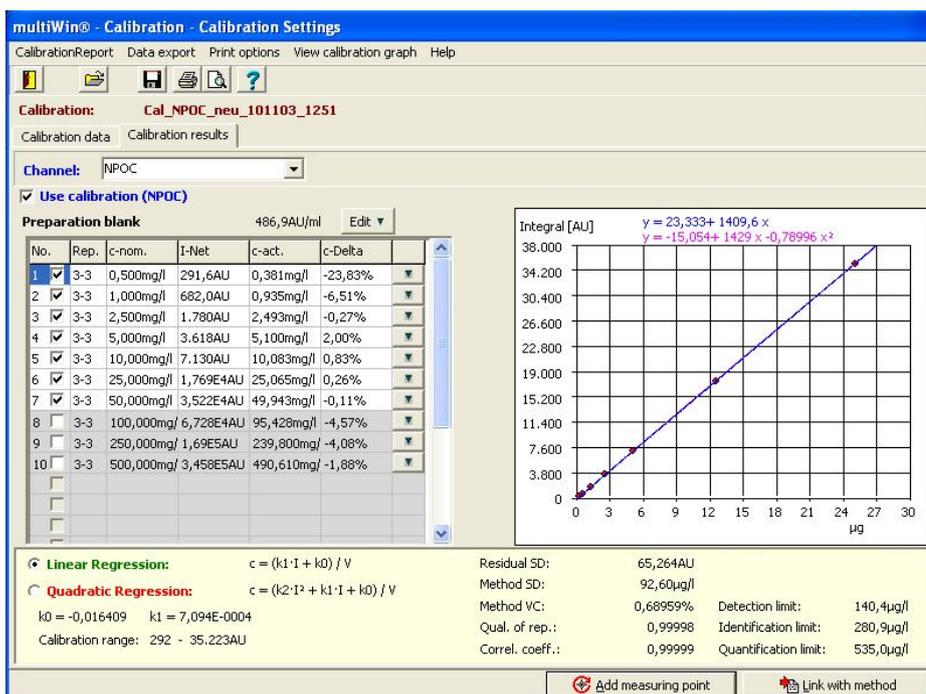


Fig. 24 Fenêtre CALIBRATION – CALIBRATION SETTINGS

Onglet résultats d'étalonnage

**Tableau de résultats**

sont affichés :

- nombre de déterminations
- concentration théorique définie à volume d'échantillon constant
- volume d'échantillon utilisé à concentration constante
- Moyennes de l'intégrale de mesure
- moyennes des concentrations calculées
- écart en pourcentage entre la concentration calculée et la concentration théorique

**Régression linéaire/  
Régression au carré**

En fonction de la méthodologie utilisée, le calcul régressif et la détermination des caractéristiques de procédé ont lieu à partir de chaque valeur ou des valeurs moyennes de l'intégrale nette. Les coefficients d'étalonnage sont affichés pour le type de régression choisi.

**Diagramme d'étalonnage**

Il est possible d'afficher la courbe de régression en fonction de la régression pour la détermination de coefficient d'étalonnage interne au programme (intégrale d'axe x ; masse d'axe y) ou en fonction de la détermination des caractéristiques de procédé (masse d'axe x ; intégrale d'axe y). On peut commuter l'affichage dans le menu VIEW CALIBRATION GRAPH.

**Caractéristiques de procédé**

**Limite de détermination et de détection :**

Dans multiWin, les consignes de calcul de DIN 32645 (fonction étalonnage) sont utilisées avec un niveau de signification de P = 95 %. Pour le calcul de la limite de détermination, on accepte une insécurité de résultat relative de 33,3 % (Facteur k = 3). Pour les autres caractéristiques de procédé, voir chapitre « Caractéristiques de procédé » p. 38

### 6.3.3 Traitement d'un étalonnage déjà disponible



#### REMARQUE

Les coefficients d'étalonnage, les caractéristiques de procédé et la courbe de régression sont recalculés et affichés après chaque modification.

Les points suivants peuvent être traités après un étalonnage :

- **Choix du type de régression**  
Il est possible de choisir entre une régression linéaire et une régression au carré. Les coefficients d'étalonnage et les caractéristiques de procédé sont affichés pour le type de régression choisi.
- **Désactiver un point de mesure**  
Tous les points de mesure activés par (✓) dans la colonne NO. dans le tableau de résultats sont entrés dans le calcul de régression. Il est possible de désactiver un point de mesure en retirant le (✓) (cliquer dans la colonne No).
- **Désactivation de chaque point de mesure**  
Il est possible d'afficher les points de mesure distincts en cliquant sur le bouton [▼] à la fin de chaque ligne du tableau de résultats (voir Fig. 25). Il est possible de désactiver un point de mesure en retirant le (✓) dans la colonne USE.

The screenshot shows the 'multiWin@ - Calibration - Calibration Settings' window. The 'Preparation blank' table is as follows:

No.	Rep.	c-nom.	I-Net	c-act.
1	3-3	0,500mg/l	291,6AU	0,381mg/l
2	3-3	1,000mg/l	682,0AU	0,935mg/l
3	3-3	2,500mg/l	1.780AU	2,493mg/l
4	3-3	5,000mg/l	3.618AU	5,100mg/l
5	3-3	10,000mg/l	7.130AU	10,083mg/l
6	3-3	25,000mg/l	1,769E4AU	25,065mg/l
7	3-3	50,000mg/l	3,522E4AU	49,943mg/l
8	3-3	100,000mg/l	6,728E4AU	95,428mg/l
9	3-3	250,000mg/l	1,69E5AU	239,800mg/l
10	3-3	500,000mg/l	3,458E5AU	490,610mg/l

The 'multiWin@ NPOC' dialog box shows the following table:

No.	Replicate area	use
1	3.618AU	<input checked="" type="checkbox"/>
2	3.614AU	<input checked="" type="checkbox"/>
3	3.621AU	<input checked="" type="checkbox"/>

The regression equations shown are:

$$y = 23,333 + 1409,6 x$$

$$y = -15,054 + 1429 x - 0,78996 x^2$$

Fig. 25 Désactiver un point de mesure

- **Activer / désactiver les valeurs de mesure pour l'eau de préparation**  
Il est possible de consulter et d'activer / désactiver pour évaluation une valeur mesurée déterminée pour l'eau de préparation en cliquant sur le bouton [EDIT ▼].

- Ajouter des points de mesure  
Il est possible d'étendre un étalonnage déjà présent avec des points de mesure supplémentaires. Effectuer une mesure avec la même méthode (choisir comme type d'échantillon ÉTALONNAGE et entrer la concentration théorique) et choisir le rapport d'analyse correspondant avec le bouton [ADD MEASURING POINT].

**Remarque :**

Les points de mesure ne peuvent être entrés qu'un par un.

### 6.3.4 Adopter les paramètres d'étalonnage dans une méthode

Procéder comme suit pour adopter les paramètres d'étalonnage pour une méthode :

1. Choisir pour chaque paramètre (par ex. NPOC/TN) une plage d'étalonnage correspondante.

**Remarque :**

Il est possible d'entrer jusqu'à trois plages d'étalonnage linéaire par paramètre dans une méthode. Veiller à ce que les plages se chevauchent et ne présentent pas de lacunes. En cas d'étalonnage quadratique il est seulement possible de lier une seule plage d'étalonnage à la méthode.

2. Activer pour chaque plage d'étalonnage sélectionnée et paramètre d'analyses devant être adopté le champ USE CALIBRATION (✓).

**Remarque :**

Il n'est pas nécessaire d'adopter tous les paramètres dans la méthode.

3. Cliquer sur le bouton [LINK WITH METHOD].
4. Répondre à la question « Lier avec la méthode étalonnée ? ».
  - [YES] la liaison a lieu avec la méthode étalonnée (cas de figure normal)
  - [NO] les paramètres d'étalonnage sont reliés avec la méthode choisie

**Remarque :**

Les paramètres de la méthode d'étalonnage et la méthode sélectionnée ne sont pas contrôlés par le système ! C'est à l'utilisateur de décider si la marche à suivre est adaptée au problème analytique réel.

5. Dans la fenêtre qui s'ouvre alors LINK WITH METHOD : XXX s'affichent les coefficients d'étalonnage actuels (colonne de droite) et les nouveaux coefficients d'étalonnage (colonne de gauche) et ils peuvent être comparés.

**Remarque :**

L'affichage des paramètres correspondants (par ex. NPOC/TN) peut être interverti

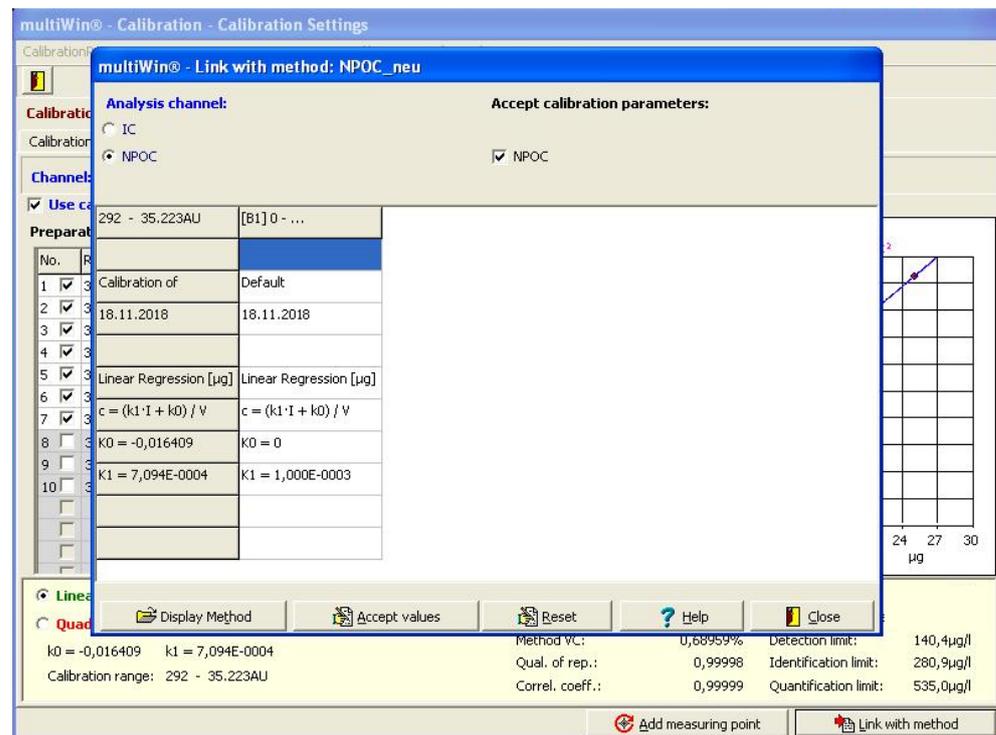


Fig. 26 Fenêtre LIAISON AVEC METHODE

6. La détermination de la plage d'étalonnage dépend des plages d'étalonnage déjà sauvegardées dans la méthode ainsi que de la nouvelle :

#### Pas de plage d'étalonnage

- Reprendre avec le bouton [ACCEPT VALUES] les données d'étalonnage actuellement déterminées. Les mêmes coefficients d'étalonnage apparaissent dans les colonnes de droite et de gauche.

#### Une ou deux plages d'étalonnage présentes

##### Étendre la plage d'étalonnage présente :

- Compléter avec les boutons [ACCEPT VALUES] les nouveaux coefficients d'étalonnage. Le logiciel ordonne la nouvelle plage dans celles déjà existantes en fonction des boutons.
- S'assurer à l'aide des plages d'étalonnage qu'une LIAISON SANS LACUNE de plusieurs plages a été réalisée.

##### Remplacer la plage d'étalonnage présente :

- Effacer la plage d'étalonnage.
- Continuer comme dans « Étendre la plage d'étalonnage présente ».

#### Trois plages d'étalonnage présentes

Il est possible d'entrer jusqu'à trois plages d'étalonnage par paramètre dans une méthode. Dans ce cas, les plages peuvent seulement être remplacées.

- Effacer la plage à remplacer de la colonne de droite au moyen du bouton [DELETE].
- Reprendre avec le bouton [ACCEPT VALUES] les données d'étalonnage actuellement déterminées.
- S'assurer à l'aide des plages d'étalonnage qu'une LIAISON SANS LACUNE de plusieurs plages a été réalisée.

D'une manière générale :

- Le bouton [ACCEPT VALUES] permet d'attribuer automatiquement les plages d'étalonnage au moyen du logiciel.
- Le bouton [DELETE] vous permet de présélectionner la plage devant être remplacée.
- Une LIAISON SANS LACUNE signifie que l'extrémité supérieure d'une des plages de mesure correspond à l'extrémité inférieure de la suivante (voir le tableau Fig. 27, première ligne)
- Les paramètres d'étalonnage pris en compte sont utilisés pour le calcul de toutes les analyses suivantes réalisées avec cette méthode d'étalonnage.

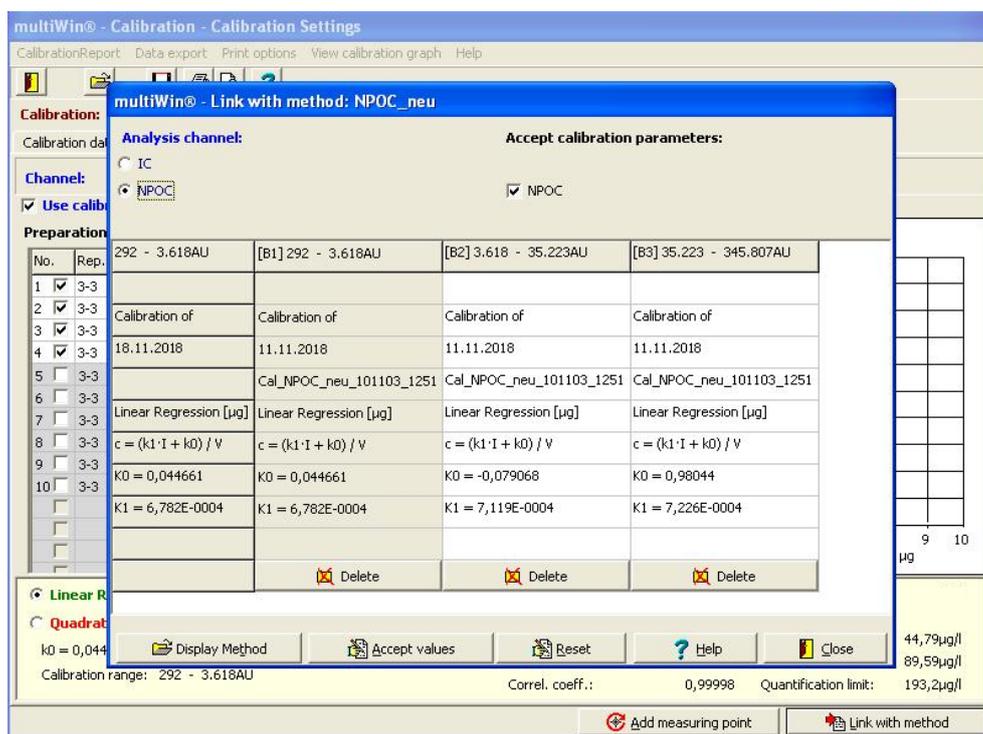


Fig. 27 Fenêtre LINK WITH METHOD en trois parties

### 6.3.5 Gestion des données d'étalonnage

Imprimer les données d'étalonnage

Imprimer le rapport d'étalonnage comme suit :

1. Activer dans la fenêtre CALIBRATION – CALIBRATION SETTINGS l'option USE CALIBRATION.
2. Définir l'étendue à imprimer dans le menu PRINT OPTIONS :
  - Imprimer le diagramme d'étalonnage et/ou
  - Imprimer chaque intégrale de chaque canal étalonné
3. Débuter l'impression avec l'ordre de menu CALIBRATIONREPORT ► PRINT.

Exporter des données d'étalonnage

Les données d'étalonnage sont exportées via le menu DATA EXPORT dans la fenêtre CALIBRATION – CALIBRATION SETTINGS. Vous disposez des possibilités suivantes pour exporter les données d'étalonnage :

- Rapport d'étalonnage dans un fichier d'exportation  
Le rapport d'échantillonnage (avec l'extension \*.ajc) est enregistré dans le répertoire...\Calibration.
- Exportation dans un fichier CSV (\*.csv) – Tableur  
Le fichier CSV est enregistré dans le répertoire (prédéfini ...multiWin\CSV).  
Le choix du répertoire se fait dans la fenêtre OPTIONS ▶ carte FILES AND DIRECTORIES (fenêtre principale ordre de menu CONFIGURATION ▶ EDIT OPTIONS).
- Exportation dans le bloc-note.

Rouvrir le rapport d'étalonnage

1. Appeler dans la fenêtre principale l'ordre de menu DATA EVALUATION ▶ CALIBRATIONREPORT.
2. Choisir dans la fenêtre SELECTION CALIBRATIONREPORT le rapport d'étalonnage.

#### Remarque :

Dans la fenêtre SELECTION CALIBRATIONREPORT il est possible de créer des filtres et de trier les ensembles de données en cliquant dans la ligne de tête voulue.

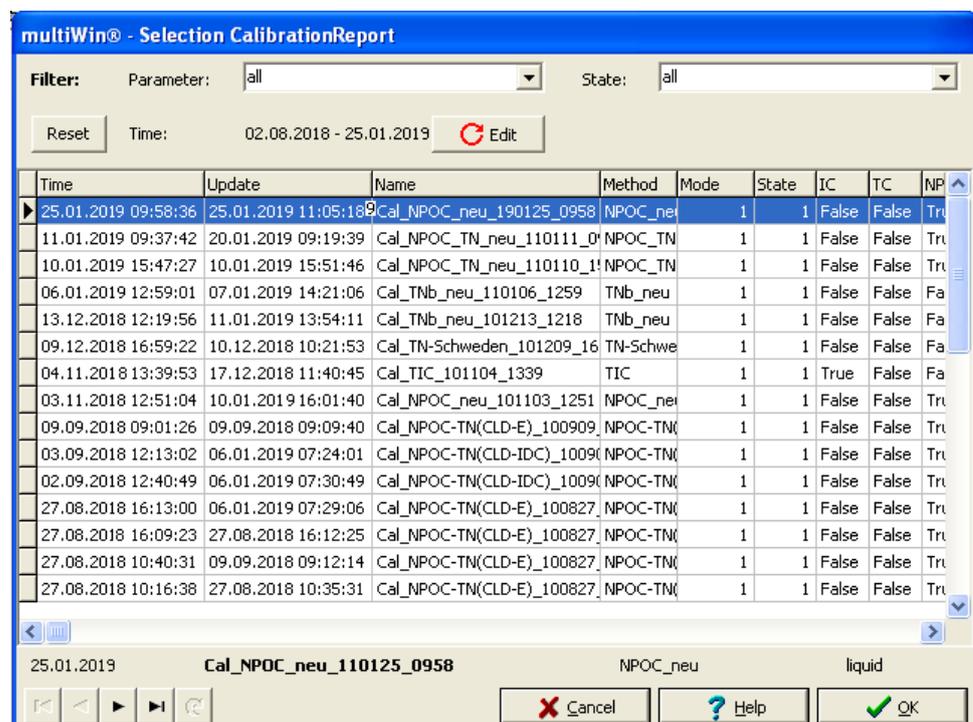


Fig. 28 Fenêtre SELECTION DU RAPPORT D'ETALONNAGE

3. Marquer le rapport d'étalonnage voulu et cliquer sur le bouton [OK].
  - ✓ Le rapport d'étalonnage s'affiche.

## 6.4 Effectuer une mesure

**Remarque pour multiWin pharma :** Seules les méthodes ayant le statut de signature "authorized" peuvent être utilisées pour la mesure.

### 6.4.1 Mesure avec injection manuelle



---

#### REMARQUE

500 µl maximum de solution de mesure peuvent être injectés par injection. Injecter l'échantillon uniquement sur demande du logiciel de commande et d'évaluation et seulement aux intervalles donnés !

Toujours veiller à injecter le volume défini dans la méthode !

---

Effectuer la mesure avec injection manuelle comme suit :

1. Contrôler dans la fenêtre SYSTEM STATE les entrées suivantes :

- Banc optique – OK (pas pour multi N/C 2100S pharma)
- CLD ou le cas échéant ChD - OK
- Débit de gaz : OK
- Température : OK

**Remarque :**

Si l'une des entrées est incorrecte, (en rouge), effectuer une recherche d'erreurs selon les consignes du chapitre « Résolution des pannes » p. 93.

2. Choisir dans la fenêtre SYSTEM STATE l'injection manuelle en cliquant sur le bouton [MANUAL].

3. Préparer l'analyseur pour la mesure avec injection manuelle comme suit :

- Enfiler le septum présent sur la canule de la seringue jusqu'à l'écrou d'accouplement.

**Remarque :**

Pendant l'injection, l'étanchéité du système est assurée par le septum pour la vanne sans septum.

4. Définir avec l'ordre de menu METHOD ► NEW une nouvelle méthode ou charger une méthode déjà présente.

Pour cela, ouvrir avec l'ordre de menu METHOD ► LOAD la fenêtre de la banque de données METHOD SELECTION, marquer la méthode voulue et confirmer le choix en cliquant sur le bouton [OK].

- ✓ L'analyseur est initialisé.

5. Débuter la mesure :

- Cliquer sur [START MEASUREMENT] ou appeler l'ordre de menu MEASUREMENT ► START MEASUREMENT.

La fenêtre MEASUREMENT START s'ouvre.

- Entrer l'ID d'échantillon et si nécessaire, entrer un nom pour le tableau d'analyse. Vous pouvez en outre entrer la dilution, le type d'échantillon et l'unité.

- Ouvrir avec [START ►] la fenêtre MEASUREMENT.
  - Débuter la mesure en cliquant sur le bouton [START F2] et suivre les exigences du logiciel de commande et d'évaluation.
6. Rincer la seringue plusieurs fois avec le liquide de mesure.
  7. L'échantillon prélevé ne doit pas contenir de bulles d'air.
  8. Injecter l'échantillon sur la demande correspondante du logiciel de commande et d'évaluation.

Pour la vanne à septum (vanne TIC) :

- Insérer complètement la canule de la seringue dans la vanne à septum correspondante et injecter l'échantillon.
- La seringue peut être retirée directement après l'injection.

Pour la vanne sans septum (vanne pour analyses TC/TN) :

- Mettre l'interrupteur de la vanne vers l'arrière.
  - Placer la seringue avec septum de manière à ce que l'étanchéité soit garantie.
  - Injecter l'échantillon.
  - Maintenir la seringue encore pendant au moins 10 s sur la vanne afin d'éviter les pertes de gaz de mesure.
  - Maintenir la seringue enfoncée de la même manière (profondeur) dans la vanne pour chaque injection afin d'obtenir des résultats reproductibles.
  - Fermer la vanne immédiatement après avoir retiré la seringue en remettant l'interrupteur vers l'avant.
- ✓ À la fin de la mesure, les résultats apparaissent dans le rapport d'analyse ou dans le tableau d'analyse choisi.

## 6.4.2 Mesure avec distribution d'échantillon



### REMARQUE

Après un transport ou un stockage prolongé de l'analyseur, réajuster le distributeur d'échantillons lors de sa remise en service.

1. Définir avec l'ordre de menu METHOD ► NEW une nouvelle méthode ou charger une méthode déjà présente.  
Pour cela, ouvrir avec l'ordre de menu METHOD ► LOAD la fenêtre de la banque de données METHOD SELECTION, marquer la méthode voulue et confirmer le choix en cliquant sur le bouton [OK].
2. Contrôler dans la fenêtre SYSTEM STATE les entrées suivantes :
  - Banc optique – OK (pas pour multi N/C 2100S pharma)
  - CLD ou le cas échéant ChD - OK
  - Débit de gaz : OK
  - Température : OK

**Remarque :**

Si l'une des entrées est incorrecte, (en rouge), effectuer une recherche d'erreurs selon les consignes du chapitre « Résolution des pannes » p. 93.

3. Choisir dans la fenêtre SYSTEM STATE la distribution d'échantillons avec distributeur en cliquant sur le bouton [SAMPLER].
4. Remplir les flacons d'échantillon avec le liquide de mesure et les poser sur la tablette d'échantillons.
5. Uniquement pour les mesures NPOC :  
Remplir le récipient d'acide de HCl ( $c = 2 \text{ mol/l}$ ) et le mettre à l'emplacement d'acide de la tablette d'échantillons.
6. Débuter la mesure :
  - Cliquer sur [START MEASUREMENT] ou appeler l'ordre de menu MEASUREMENT ▶ START MEASUREMENT.  
La fenêtre START MEASUREMENT s'ouvre.
  - Entrer dans la fenêtre MEASUREMENT START un nom pour un nouveau tableau d'analyse ou choisir avec [EDIT] un tableau d'analyse déjà présent.
  - Ouvrir avec [START ▶] la fenêtre CURRENT SAMPLE DATA.
  - Ouvrir un tableau de rack ou entrer dans la colonne SAMPLE ID le nom d'échantillon correspondant à ce qui se trouve sur le rack d'échantillons. Vous pouvez en outre entrer la dilution, le type d'échantillon et l'unité.
  - Valider les échantillons avec [▶].
  - Confirmer l'entrée par [✓].
  - Le tableau de rack se ferme.
  - Il vous est alors demandé si le tableau d'échantillon doit être enregistré. Si vous voulez réutiliser par la suite les entrées, ouvrez avec [YES] la fenêtre standard pour enregistrer des fichiers.
  - La fenêtre MEASUREMENT s'ouvre alors. Débuter la mesure en cliquant sur le bouton [START F2] et suivre les exigences du logiciel de commande et d'évaluation.
- ✓ À la fin de la mesure, les résultats apparaissent dans le tableau d'analyse choisi.

## 7 Maintenance et entretien

### 7.1 Intervalles de maintenance

<b>Analyseur</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Nettoyer et entretenir l'appareil	Une fois par semaine
Nettoyer le bac collecteur et le flacon de réactif	Une fois par semaine et après chaque remplissage
Contrôler la bonne assise de tous les raccords de tuyaux	Une fois par mois
Contrôler la bonne assise des vis de blocage	Une fois par mois
<b>Pièges à eau</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Contrôler le débit de gaz	Chaque jour
Remplacer les pièges à eau	Au besoin, après 6 mois au plus tard
<b>Piège à halogènes</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Contrôler la décoloration de la laine de cuivre	Chaque jour
Remplacer la laine de cuivre / laiton usagée	Si la moitié de la laine de cuivre ou de la laine de laiton est décolorée
<b>Tube de combustion</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Le contrôler à la recherche de fissures ou autres dommages	Lors du remplacement du catalyseur
Contrôler et si nécessaire remplacer le catalyseur	Si nécessaire, au plus tard après un message de multiWin l'exigeant
Nettoyer le tube de combustion	Lors du remplacement du catalyseur
Remplacer le tube de combustion	Au besoin, après 12 mois au plus tard
<b>Recommandation :</b> Remplacer le tube de combustion et le catalyseur	
<b>Bac de condensation TIC</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Le contrôler à la recherche de fissures ou autres dommages	3 mois
Nettoyer le bac de condensation TIC	Au besoin, après 12 mois au plus tard

<b>Serpentin</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Le contrôler à la recherche de fissures ou autres dommages	3 mois
Nettoyer le serpentin	Au besoin, après 12 mois au plus tard
<b>Pompe de condensation</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Contrôler l'étanchéité	3 mois
Remplacer le tuyau de pompe s'il est poreux	Au besoin, après 12 mois au plus tard
<b>Pompe d'acide phosphorique</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Contrôler l'étanchéité	3 mois
Remplacer le tuyau de pompe s'il est poreux	Au besoin, après 12 mois au plus tard
<b>Seringue</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Contrôler l'étanchéité	3 mois
Nettoyer la seringue	Au besoin, après 12 mois au plus tard
<b>Vannes</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Contrôler l'étanchéité	3 mois
Remplacer les septa	Au besoin, après 12 mois au plus tard
<b>ChD (en option)</b>	
<b>Mesure de maintenance</b>	<b>Intervalle de maintenance</b>
Remplacer la batterie de secours	12 mois

**REMARQUE**

Pour pouvoir effectuer les contrôles réguliers et les travaux de maintenance, toujours veiller à ce que les portes et la paroi latérale gauche de l'analyseur soient bien accessibles.

**REMARQUE**

Veiller à ce que toutes les conduites soient à nouveau étanches au gaz après les travaux de maintenance :

- Ne pas insérer les connecteurs Fingertight de travers. !
- Serrer tous les vis à la main !

Contrôler l'étanchéité du système (voir chapitre « Contrôle de l'étanchéité du système » p. 91).

**NOTICE**

Serrer les vis hexagonales avec la clé Allen correspondante qui est fournie. Serrer toutes les autres vis à la main, sans outil.

## 7.2 Travaux d'ajustement et de réglage

### 7.2.1 Ajuster le distributeur d'échantillons

Il est nécessaire d'ajuster le distributeur d'échantillons :

- avant le premier démarrage
- après chaque remplacement de seringue
- après chaque manipulation au niveau des vannes (par ex. remplacement de catalyseur et travaux de maintenance)
- lors de la remise en service après transport ou stockage

Lors du réglage, ajuster la canule par rapport à la position 1 sur la tablette porte-échantillons, au four de combustion et au réacteur TIC.

Ajuster par rapport à la position 1/position du réacteur TIC/position du four

Ajuster le distributeur d'échantillons en suivant l'ordre qui suit :

1. à la position 1 de la tablette porte-échantillons
2. au four de combustion
3. au réacteur TIC (pas pour multi N/C 2100S pharma)

Contrôler et ajuster toujours les trois positions !

Recommandations sur les coordonnées à définir

#### **direction x et y**

Ajuster les positions selon les directions x et y aussi précisément que possible ! La canule doit se retrouver au centre de la coupelle d'échantillons en position 1.

Les valeurs suivantes aident à se repérer :

	Position 1	Four	TIC
axe x	5	90	1010
axe y	1435	475	80

#### **axe z (profondeur de plongée)**

- Sélectionner la profondeur de plongée de la canule (direction z) dans le réacteur TC (vanne sans septum) de manière à ce que le système soit étanche. L'étanchéité du système peut être vérifiée dans la fenêtre SYSTEM-STATE (MFC1 et MFM1 affichent la même valeur pour l'étanchéité du système, consigne : 160 ml/min).
- Sélectionner la profondeur de plongée de la canule (direction z) pour la vanne à septum dans le réacteur TIC de manière à ce qu'env. 3 mm de la canule restent encore visibles au-dessus de la vanne.

- Observer l'utilisation/la non utilisation d'agitateurs pour le réglage de la canule dans la direction z dans la coupelle d'échantillons (position 1).

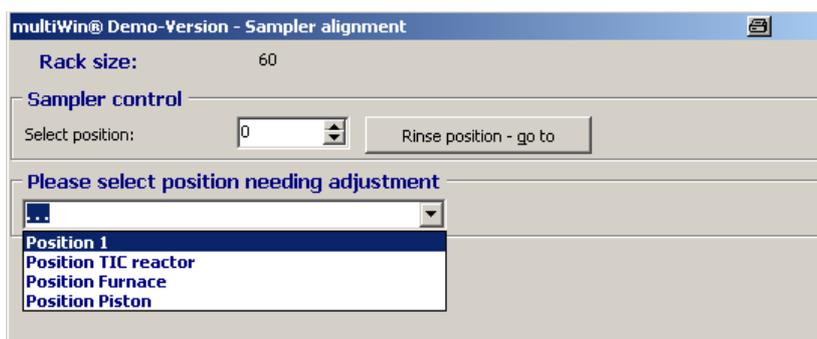
Effectuer le réglage comme suit :

1. Saisir la taille de la seringue :
  - Appeler avec l'ordre de menu CONFIGURATION ▶ EDIT OPTIONS la fenêtre OPTIONS ▶ carte ANALYZER COMPONENTS.
  - Sélectionner le volume de la seringue donné dans le groupe SYRINGE dans la liste SIZE.
  - Confirmer la sélection en cliquant sur [OK].

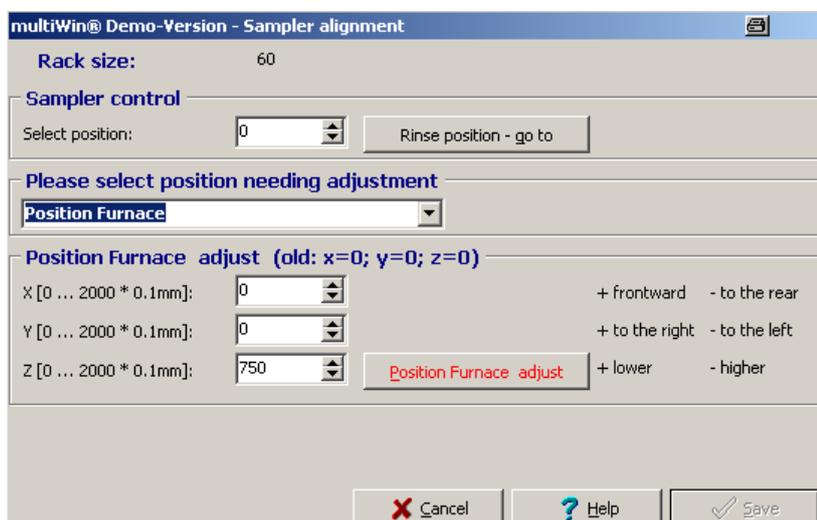
**Remarque :**

Le volume de la seringue est indiqué sur la seringue.

2. Appeler avec l'ordre de menu INSTRUMENT ▶ SAMPLER ALIGNMENT la fenêtre du même nom.
3. Sélectionner la position souhaitée dans le groupe PLEASE SELECT POSITION NEEDING ADJUSTMENT dans la liste (POSITION 1 ▶ POSITION TIC REACTOR ▶ POSITION FURNACE ▶ POSITION PISTON).



4. Augmenter ou diminuer les valeurs x, y et z par incréments de 0,1 mm pour orienter la position :
  - axe x : mouvements vers l'avant ou l'arrière
  - axe y : Mouvement vers la droite ou la gauche
  - axe z : mouvement vers le haut ou le bas



5. Lancer le démarrage du réglage de chaque position en cliquant sur le bouton correspondant (par ex. [ALIGN POSITION TIC REACTOR]).
6. Enregistrer la configuration du réglage pour toutes les positions en cliquant sur le bouton [SAVE].
  - ✓ Les valeurs définies pour le réglage des positions sont enregistrées.

Régler la position du piston

Il est uniquement nécessaire de régler le piston de la seringue si le piston ne retourne pas complètement en bas après l'initialisation du distributeur d'échantillons, par ex. après avoir remplacé une seringue.

S'assurer après le réglage que la seringue a été correctement montée et que la vis de blocage est serrée.

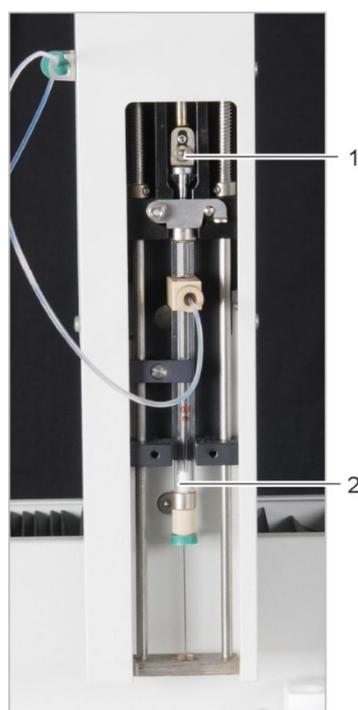
Effectuer le réglage du piston de la seringue comme suit :

1. Appeler avec l'ordre de menu INSTRUMENT ► SAMPLER ALIGNMENT la fenêtre du même nom.
2. Sélectionner la position Piston dans la liste du groupe PLEASE SELECT POSITION NEEDING ADJUSTMENT.
3. Augmenter ou diminuer les coordonnées z par incréments de 0,1 mm pour orienter la position du piston.

**Remarque :**

Déplacer le piston de la seringue le plus possible vers le bas jusqu'à ce que la fente ne soit plus visible.

4. Lancer le démarrage du réglage de la position du piston de la seringue en cliquant sur le bouton [ALIGN POSITION PISTON].
5. Enregistrer la configuration du réglage en cliquant sur [SAVE].



- 1 Vis de blocage
- 2 Piston

Fig. 29 Réglage du piston de la seringue

## 7.2.2 Réglage du débit d'évacuation NPOC (pas pour multi N/C 2100S pharma)



### ATTENTION

Il y a risque de brûlures sur le four de combustion ! Soyez très prudent lors du réglage du débit NPOC avec la soupape à pointeau NPOC !

Le débit d'évacuation NPOC est préréglé sur 100 ml/min. Selon la mesure à effectuer, vous pouvez augmenter ou réduire le débit NPOC avec la soupape à pointeau NPOC. La soupape à pointeau NPOC se trouve derrière la paroi latérale gauche à gauche du four de combustion.

Régler le débit d'évacuation NPOC comme suit :

1. Appeler dans multiWin avec l'ordre de menu INSTRUMENT ► DEVICE CONTROL la fenêtre DEVICE CONTROL.



2. Choisir dans la liste l'option PURGING.
  3. En cas de distribution d'échantillons avec le passeur automatique :
    - Choisir le temps d'évacuation dans le champ TIME entre 1 et 600 secondes.
    - Choisir la position dans laquelle le débit d'évacuation doit être observé dans le champ RACK POSITION entre 1 et 60.
    - Mettre dans cette position un verre d'échantillons rempli d'eau extra-pure.
- Pour la distribution d'échantillon manuelle :
- Choisir le temps d'évacuation dans le champ TIME entre 1 et 600 secondes.
  - Introduire le tuyau d'évacuation dans le flacon rempli d'eau extra-pure pour lequel le débit d'évacuation doit être défini.



4. Ouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur.  
Dévisser les quatre vis de fixation ; elles ne peuvent pas être perdues et restent dans la paroi.  
Retirer la connexion du conducteur de protection et bien ranger la paroi latérale.
  5. Cliquer sur le bouton [START F2].
  6. Défaire la vis de réglage sur la soupape à pointeau NPOC.
  7. Régler le débit d'évacuation NPOC voulu :
    - Augmenter le débit d'évacuation NPOC - tourner la soupape à pointeau vers la gauche
    - Réduire le débit d'évacuation NPOC - tourner la soupape à pointeau vers la droite
- Remarque :**  
Le débit d'évacuation actuel NPOC est affiché dans multi N/C 2100S dans la fenêtre SYSTEM STATE après MFM2.
8. Bloquer à nouveau la vis de réglage sur la soupape à pointeau.
  9. Fermer la paroi latérale.  
Brancher le conducteur de protection sur la paroi latérale gauche.  
Visser d'abord les vis du bas puis celles du haut. Serrer les vis sur tout le pourtour.

## 7.3 Remplacer les pièges à eau

Sur l'avant de l'appareil

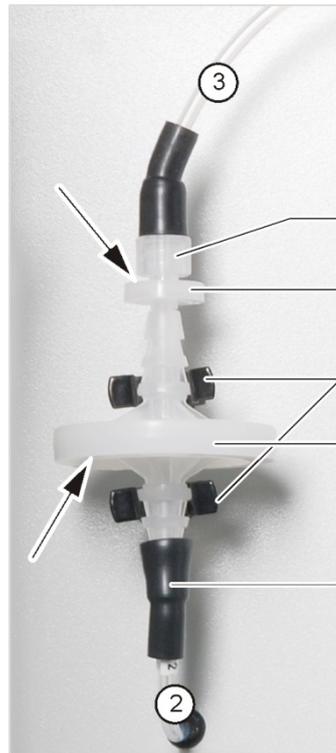


### REMARQUE

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

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

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



- 1 Raccord vissé
- 2 Filtre de retenue une voie
- 3 Attache
- 4 Piège à aérosols
- 5 Connecteur FAST

1. Ouvrir les portes de l'analyseur.
2. Défaire le connecteur (1) du piège à halogènes d'un tour.
3. Enlever le piège à eau du connecteur FAST (5) du tuyau n° 2.
4. Monter les nouveaux pièges à eau.

**Remarque :**

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

5. Raccorder le grand piège à eau avec le connecteur FAST au tuyau n° 2.
6. Enfoncer les pièges à eau dans les attaches (4) de la paroi de l'appareil.
7. Visser à la main le tuyau n° 3 relié au piège à halogènes à la tubulure du petit piège à eau.
8. Contrôler l'étanchéité du système (voir chapitre « Contrôle de l'étanchéité du système » p. 91).
9. Fermer les portes avant.

À l'unité de contrôle de gaz

Entre l'unité de contrôle de gaz et le four se trouvent deux pièges à eau (préfiltre et filtre de retenue à une voie). Dans le cas d'erreurs de pression du gaz, ils protègent l'unité de contrôle de gaz contre des aérosols ou de l'eau montante. Pour remplacer les pièges à eau, il faut ouvrir la paroi de gauche de l'analyseur.



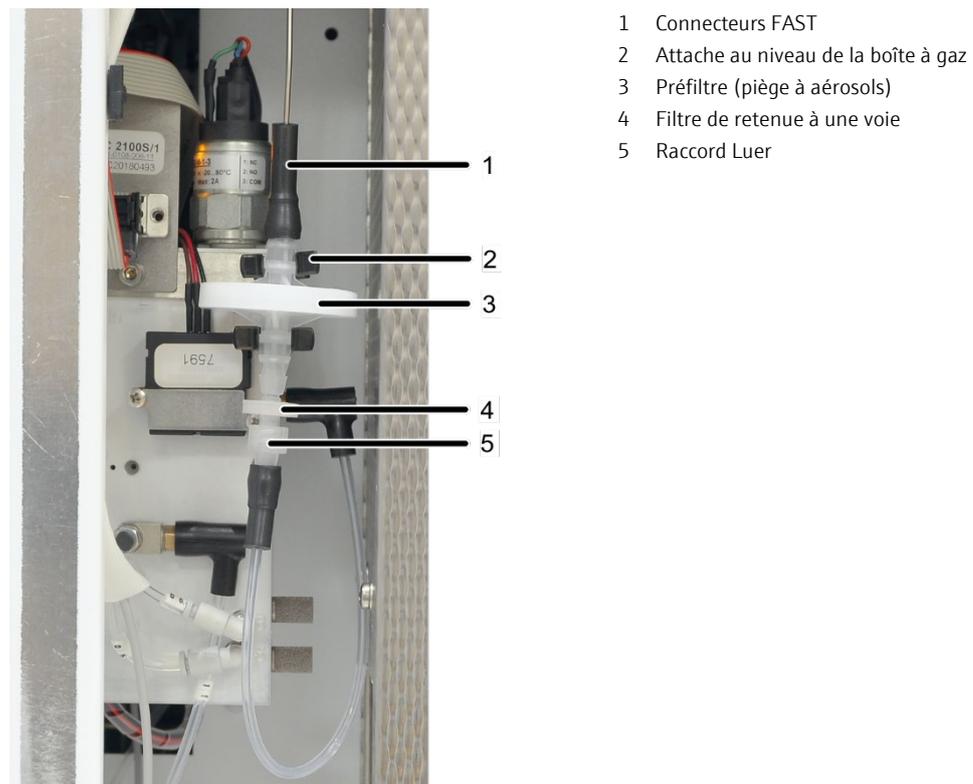
**AVERTISSEMENT**

À l'intérieur de l'appareil survient une tension électrique qui constitue un danger de mort ! Avant d'ouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur, il faut mettre le commutateur principal à l'arrêt et tirer la fiche secteur de la prise !



**ATTENTION**

Risque de brûlures ! Immédiatement après la mise à l'arrêt de l'analyseur, le four est encore chaud ! Avant de procéder à la maintenance, laissez l'analyseur refroidir pendant 30 minutes.



- 1 Connecteurs FAST
- 2 Attache au niveau de la boîte à gaz
- 3 Préfiltre (piège à aérosols)
- 4 Filtre de retenue à une voie
- 5 Raccord Luer

**Fig. 30 Pièges à eau à l'intérieur de l'appareil, la paroi de gauche étant ouverte**

1. Terminez le logiciel de commande et d'évaluation multiWin.
2. Mettez à l'arrêt l'analyseur au niveau de l'interrupteur principal et tirez la fiche secteur de la prise.
3. Retirez la paroi latérale gauche au niveau de l'analyseur :  
Desserrez les quatre vis de fixation. Retirez le raccord du conducteur de protection et détachez la paroi latérale de manière sûre.
4. Retirez les pièges à eau des deux attaches au niveau de la boîte à gaz (2 à Fig. 30).
5. Retirez le connecteur FAST (1) du grand piège à eau.
6. Dévissez le raccord Luer du petit piège à eau.
7. Montez les nouveaux pièges à eau.  
L'inscription « INLET » qui se trouve sur le grand piège à eau (piège à aérosols) doit être tournée vers le haut, l'inscription se trouvant sur le petit piège à eau (filtre de retenue à une voie) devant être tournée vers le bas.
8. Raccordez le grand piège au connecteur FAST.
9. Reliez le petit piège au raccord Luer.
10. Enfoncez les pièges à eau dans les attaches qui se trouvent sur la boîte à gaz.
11. Réinstallez la paroi latérale gauche et reliez le raccord du conducteur de protection sur la paroi latérale gauche.
12. Enfichez l'interrupteur principal dans la prise et mettez l'analyseur en marche au niveau du commutateur principal.
13. Contrôlez l'étanchéité du système (voir chapitre « Contrôle de l'étanchéité du système » p. 91).

## 7.4 Remplacement du piège à halogènes



### ATTENTION

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

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

Lors du remplacement de la laine de cuivre ou de laiton, l'analyseur peut rester activé. Remplacer le piège à halogènes comme suit :

1. Ouvrir les portes de l'analyseur.
2. Retirer le connecteur FAST (1 et 2 à Fig. 31) du piège à halogènes et retirer le tube en U des attaches (4 et 6).
3. Retirer la laine de cuivre et la laine de laiton usagées du tube en U avec une pincette ou un petit crochet.
4. Vérifier que le tube en U n'est pas fissuré.

### Remarque :

Ne réutiliser le tube en U que s'il est totalement intact !

5. Si nécessaire, laver le tube en U avec de l'eau extra-pure et le lisser bien s'égoutter.
6. Remplacer le tube en U avec la nouvelle laine de cuivre et d'étain à l'aide d'une pincette ou d'un petit crochet.

### Remarque :

Remplacer tout le contenu du tube en U. Veiller lors du remplissage du piège à halogènes à ce que la laine de cuivre et d'étain ne soit pas trop tassée et qu'il n'y ait pas non plus d'espace vide important dans le tube en U.

7. Recouvrir la laine de cuivre et d'étain avec du coton.
8. Faire prudemment rentrer le tube en U dans les attaches.
9. Raccorder le tuyau n° 3 au bras d'entrée de gaz avec la laine de cuivre et le tuyau n° 4 au bras de sortie de gaz avec la laine de laiton.
10. Contrôler l'étanchéité du système (voir chapitre « Contrôle de l'étanchéité du système » p. 91).
11. Fermer les portes de l'analyseur.

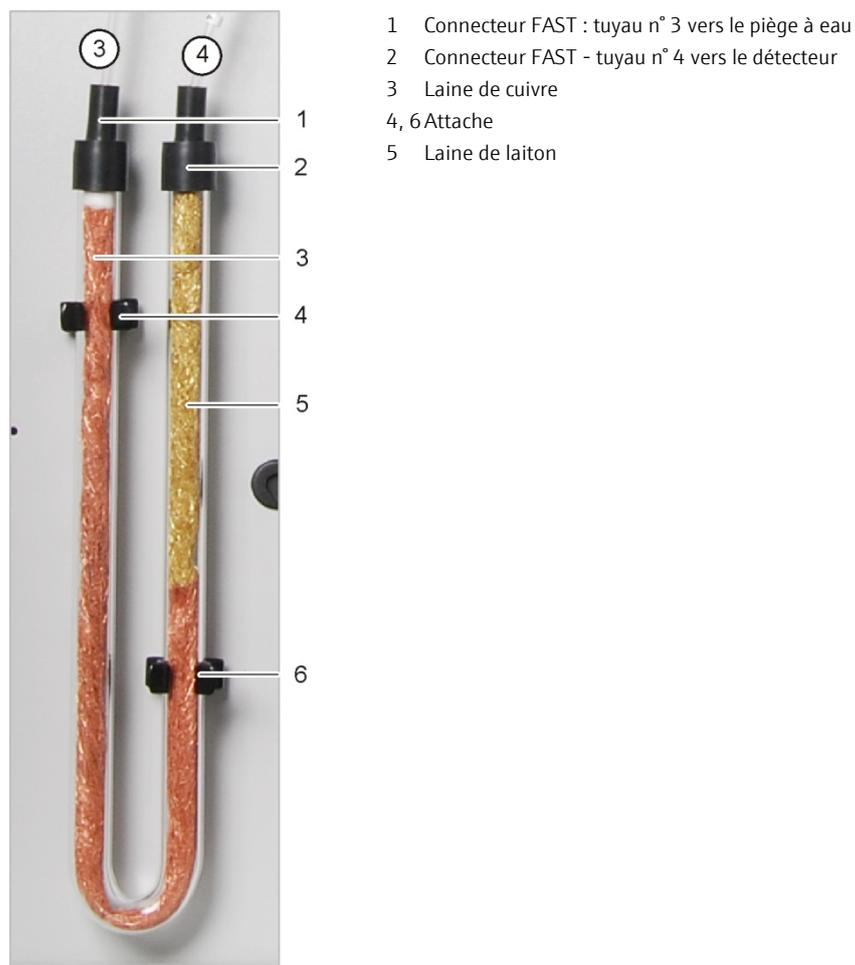


Fig. 31 Piège à halogènes

## 7.5 Remplacement du catalyseur

### 7.5.1 Temps d'arrêt du catalyseur

Si l'efficacité du catalyseur diminue, le tube de combustion doit être à nouveau rempli. Effectuer un contrôle une fois l'intervalle de maintenance écoulé (1 500 injections maximum). La fin de l'intervalle de maintenance est indiquée par un message dans le multi-Win.

Le temps d'arrêt du catalyseur dépend fortement du matériel d'échantillonnage ; on doit compter en moyenne environ 1 500 injections. Pour les échantillons hautement chargés, notamment à teneur en sel élevée, le temps d'arrêt peut être plus court. Pour les échantillons faiblement chargés, le temps d'arrêt est souvent nettement plus long.

## 7.5.2 Démontage du tube de combustion



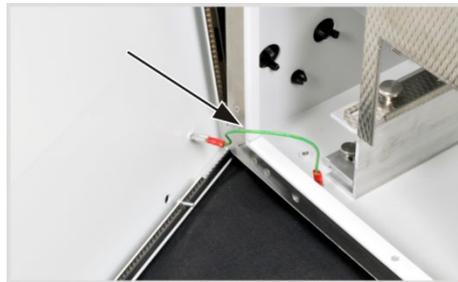
### ATTENTION

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

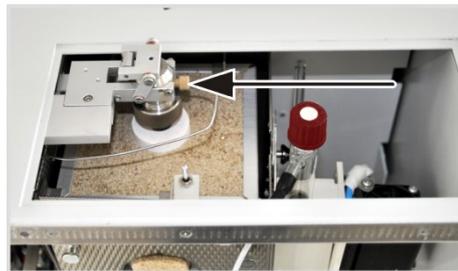
Mettre la température du four dans multiWin sur 20° C et terminer multiWin. Risque de brûlure lors du contrôle de l'étanchéité du système après le montage !

Démonter le tube de combustion comme suit :

1. Désactiver l'analyseur au commutateur principal, débrancher la prise secteur et couper l'alimentation en gaz.



2. Retirer le couvercle supérieur.  
Ouvrir la paroi latérale gauche de l'analyseur. Dévisser les quatre vis de fixation ; les vis ne peuvent pas être perdues car elles restent dans la paroi. Retirer le raccord du conducteur de protection et ranger la paroi latérale dans un endroit sûr.



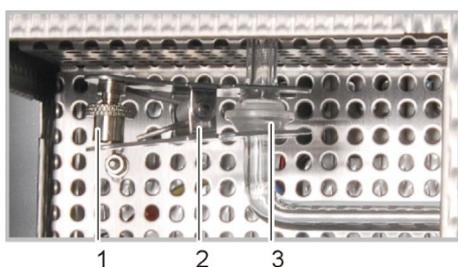
3. Dévisser le connecteur Fingertight du raccord du gaz porteur au niveau de la tête du four.



4. Desserrer la vis hexagonale au niveau du support de vanne.



5. Dévisser complètement l'écrou d'accouplement de la tête du four au niveau de la vanne.
6. Dévisser complètement la vis hexagonale au niveau du support de vanne et déposer la vanne sur le boîtier de l'analyseur.



7. Déconnecter la liaison à rodage sphérique (3) qui relie l'extrémité inférieure du tube de combustion et l'entrée du serpentin. Desserrer pour cela la vis moulée (1) et retirer l'attache en fourchette (2).
8. Tirer prudemment le tube de combustion vers le haut hors du four de combustion.
9. Retirer les trois bagues d'étanchéité, la bague de pression et l'écrou d'accouplement du tube de combustion.
10. Retirer la garniture du catalyseur (pour la mise au rebut, voir chapitre « Mise au rebut » p. 112).
11. Contrôler le tube de combustion à la recherche de cristallisation excessive, de fissures et d'éclatements.

**Remarque :**

Ne réutiliser les tuyaux de combustion que s'ils sont intacts.

12. Laver à fond le tube de combustion avec de l'eau extra-pure et le laisser bien sécher.

### 7.5.3 Remplissage du tube de combustion



**ATTENTION**

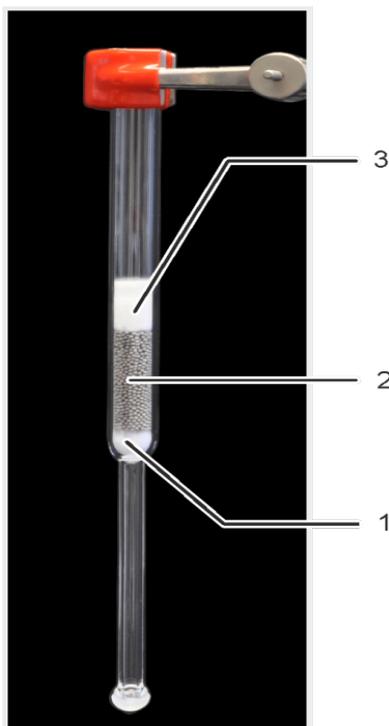
Les sels alcalins (transpiration des mains) provoquent des cristallisations dans le verre de quartz lors du chauffage du four de combustion. Cela réduit la durée de vie du tube de combustion.

Autant que possible, ne pas toucher à main nue le tube de combustion nettoyé lors du remplissage. Porter des gants de protection pour remplir le tube de combustion. Essuyer les traces de doigts sur le tube de combustion avec un chiffon imbibé d'alcool pur.

Ne remplir le tube de combustion qu'une fois qu'il est parfaitement sec. Si nécessaire, sécher le tube de combustion avant de le remplir.

Pour le remplissage, vous pouvez fixer le tube de combustion sur un pied. Remplir le tube de combustion selon la consigne suivante du bas vers le haut :

Remplir le tube de combustion des échantillons conventionnels



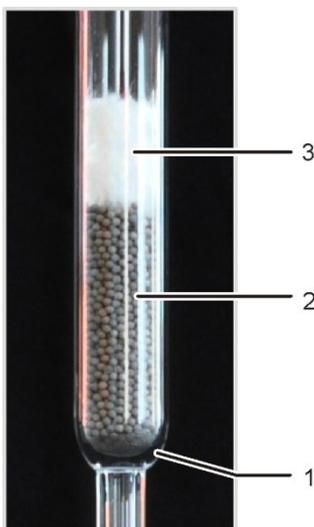
- 1 Laine de verre de quartz, env. 1 cm
- 2 Catalyseur au platine, env. 4 cm
- 3 Tapis HT enroulé, env. 2 cm

Pour le remplissage, le tube de combustion peut être fixé sur un pied. Remplir le tube de combustion du bas vers le haut, comme indiqué ci-dessous :

1. Poser une épaisseur d'env. 1 cm de laine de verre en quartz dans le tube de combustion, insérer celle-ci prudemment du bas vers le haut avec un bâton de verre et bien l'enfoncer.
2. Mettre soigneusement du catalyseur au platine pour multi N/C sur la laine de verre en quartz (env. 4 cm d'épaisseur).
3. Enrouler le tapis en fibre haute température (tapis HT) sur le côté étroit. Former un boudin d'un diamètre d'env. 13 mm et d'une hauteur de 2 cm, pour pouvoir le glisser facilement dans le tube de combustion. Avec un bâton de verre, pousser le tapis HT enroulé prudemment vers le bas jusqu'à ce qu'il couvre complètement le catalyseur. Ne pas appuyer trop de force !

La température de travail recommandée pour ce remplissage est de 800 °C.

Remplir le tube de combustion pour les échantillons à forte concentration saline



- 1 Maillage de platine
- 2 Catalyseur au platine, env. 4 cm
- 3 Tapis HT enroulé, env. 2 cm

Pour les échantillons à haute concentration saline, le catalyseur est appliqué sur un MAILLAGE EN PLATINE.

Pour le remplissage, le tube de combustion peut être fixé sur un pied. Remplir le tube de combustion du bas vers le haut, comme indiqué ci-dessous :

1. Déposer le maillage en platine dans le tube de combustion et le glisser soigneusement vers le bas à l'aide d'un bâton en verre.
2. Mettre prudemment du catalyseur platine pour multi N/C sur le maillage en platine.
3. Enrouler le tapis en fibre haute température (tapis HT) sur le côté étroit. Former un boudin d'un diamètre d'env. 13 mm et d'une hauteur de 2 cm, pour pouvoir le glisser facilement dans le tube de combustion. Avec un bâton de verre, pousser le tapis HT enroulé prudemment vers le bas jusqu'à ce qu'il couvre complètement le catalyseur. Ne pas appuyer trop de force !

La température de travail recommandée pour ce remplissage est de 750 °C.

## 7.5.4 Montage du tube de combustion



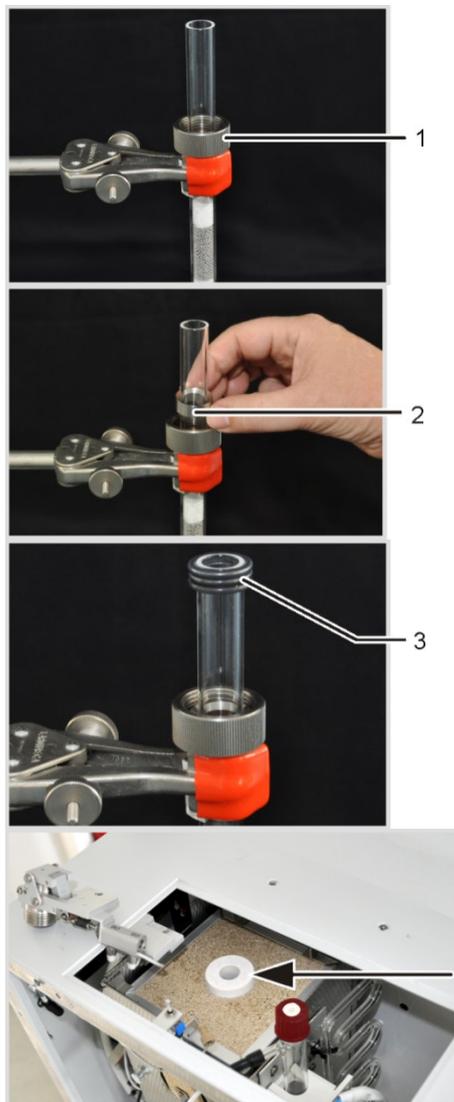
### ATTENTION

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

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

Nettoyer si nécessaire le tube de combustion avant de l'insérer depuis l'extérieur dans le four de combustion (par exemple en l'essuyant avec un chiffon humide).

Monter le tube de combustion comme suit :



Monter la tête du four sur le tube de combustion :

1. Pousser l'écrou-raccord (1) sur le tube de combustion.

2. Poser la bague de pression (2) dans l'écrou-raccord.

#### Remarque :

La face conique de la bague de pression doit être tournée vers le haut.

3. Glisser les trois bagues d'étanchéité enrobées (3) sur le tube de combustion.

#### Remarque :

Veiller à ce que les bagues d'étanchéité soient bien alignées au bord du tube de combustion.

4. Glisser l'élément en céramique dans l'orifice supérieur du four de combustion.

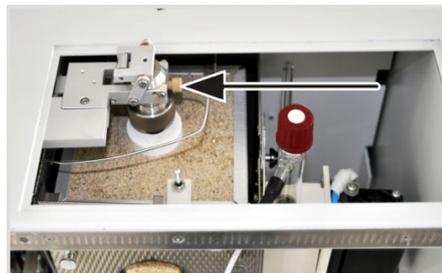
5. Insérer le tube de combustion avec la tête du four dans le four de combustion.



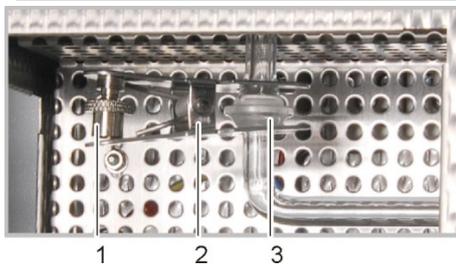
6. Visser la vanne sans forcer avec la vis hexagonale sur le support.
7. Saisir le tube de combustion par le dessous ; placer la vanne TC avec précaution jusqu'en butée sur le tube de combustion ; presser légèrement la vanne contre le tube et serrer l'écrou d'accouplement **à la main**.



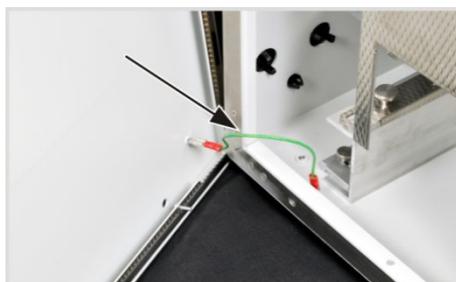
8. Visser la vanne au support sans forcer avec la vis hexagonale.



9. Visser le connecteur Fingertight du raccord du gaz porteur à la vanne TC.



10. Assembler l'extrémité inférieure du tube de combustion avec l'entrée du serpentin (liaison à rodage sphérique(3)).
11. Fixer la liaison à dorage sphérique avec l'attache en fourchette (2) et serrer à la main la vis moletée (1).



12. Mettre en place le couvercle supérieur.
13. Fermer la paroi latérale.  
Brancher le conducteur de protection sur la paroi latérale gauche.  
Visser d'abord les vis du bas puis celles du haut. Serrer les vis sur tout le pourtour.

14. Ouvrir l'alimentation en gaz, brancher la prise secteur dans la prise et activer l'analyseur au commutateur principal.

15. Contrôler l'étanchéité du système (voir chapitre « Contrôle de l'étanchéité du système » p. 91).

**REMARQUE**

Un dégazage peut se produire lorsque l'analyseur chauffe pour la première fois (formation de fumée dans le réceptacle de condensat TIC). C'est pourquoi il faut procéder à une calcination la première fois pendant environ 30 min (jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de fumée).

Pendant ce temps, retirer les pièges à eau des raccords vissés afin d'interrompre la voie de gaz vers le détecteur.

## 7.6 Régénérer le réacteur TIC

**ATTENTION**

Le réacteur TIC est régénéré avec de l'acide phosphorique à 10 % du flacon de réactif ! L'acide phosphorique irrite les yeux, la peau et les muqueuses !

Porter des gants et des lunettes de protection quand vous manipulez de l'acide phosphorique concentré ! Rincer immédiatement à l'eau en cas de contact avec la peau !

**REMARQUE**

Le réacteur TIC est automatiquement régénéré lors de procédés de mesure TIC. Une régénération est également nécessaire après de longs temps d'arrêt.

Une régénération du réacteur TIC est inutile lors de l'application du mode NPOC.

La régénération du réacteur TIC fonctionne de la manière suivante :

1. Appeler l'ordre de menu INSTRUMENT ► DEVICE CONTROL.
2. Sélectionner dans la fenêtre DEVICE CONTROL dans la liste REGENERATION TIC REACTOR.
3. Cliquer sur le bouton [START F2].

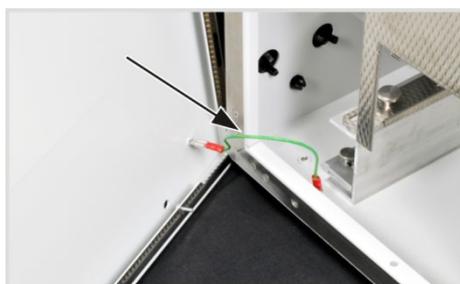
- ✓ L'acide phosphorique est pompé dans le réacteur TIC ; le réacteur TIC est vidé et purgé.

## 7.7 Maintenance du réceptacle de condensat TIC et du serpentin

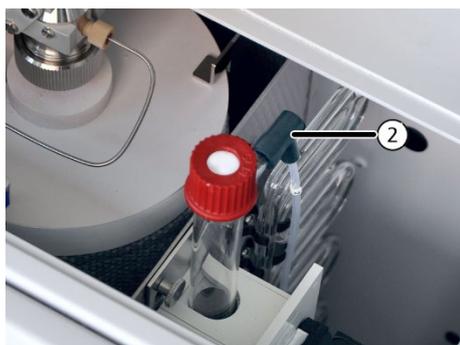
### 7.7.1 Démontez et nettoyez le réceptacle de condensat TIC et le serpentin

Le réceptacle de condensat TIC et le serpentin sont fixés sur le côté droit du four sur une plaque support. Démontez les récipients comme suit :

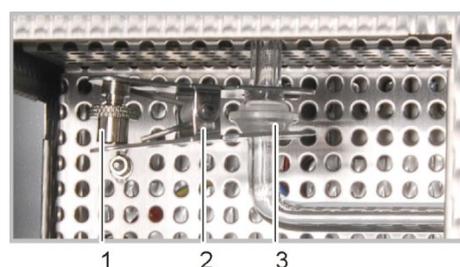
1. Désactiver l'analyseur au commutateur principal, débrancher la prise secteur et couper l'alimentation en gaz.



2. Enlever le recouvrement supérieur.
3. Ouvrir la porte gauche de l'analyseur. Dévisser les quatre vis de fixation ; les vis ne peuvent pas être perdues car elles restent dans la paroi.  
Retirer le raccord du conducteur de protection et ranger la paroi latérale dans un endroit sûr.



4. Retirer le tuyau n° 2 (vers les pièges à eau) au niveau de la sortie supérieure du réceptacle de condensat TIC.



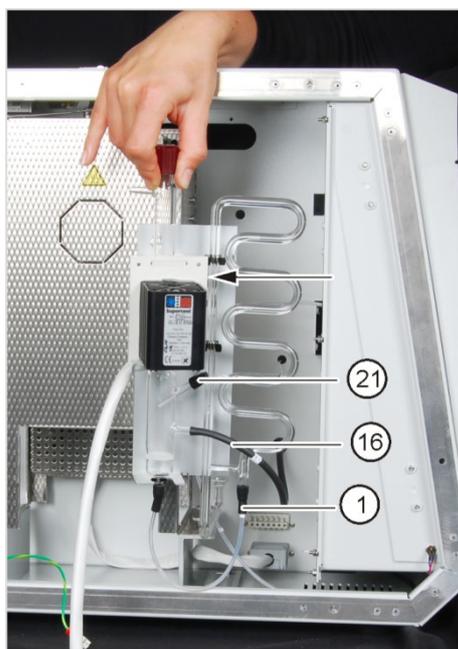
5. Déconnecter la liaison à rodage sphérique (3) entre l'extrémité inférieure du tube de combustion et l'entrée du serpentin en desserrant la vis moletée (1) et en retirant l'attache en fourchette (2).



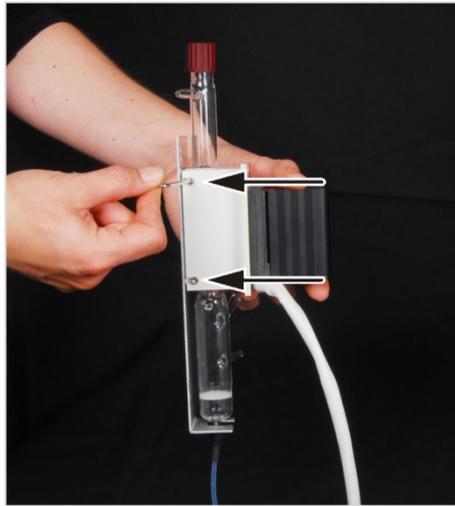
6. Dévisser la vis moletée à la plaque support.



7. Retirer le connecteur du système de refroidissement effet Peltier du raccordement de la paroi arrière (voir la flèche).
8. Enlever la plaque support du réceptacle de condensant TIC et du serpentin de la suspension sur le côté droit du four.



9. Retirer les tuyaux n° 1, 16 et 21 des raccords du réceptacle de condensat TIC et du serpentin.
10. Sortir le serpentin des attaches de la plaque support (flèche) et la poser avec précaution.



11. Dévisser le système de refroidissement effet Peltier avec les 4 vis du socle de mise en place pour récipient TIC.
12. Retirer le récipient de condensat TIC du socle et verser le contenu dans un béccher.

13. Contrôler la présence éventuelle de dépôts et de fissures sur le récipient de condensat TIC et le serpentin.

14. Laver les deux récipients à l'eau extra-pure et bien les laisser sécher.

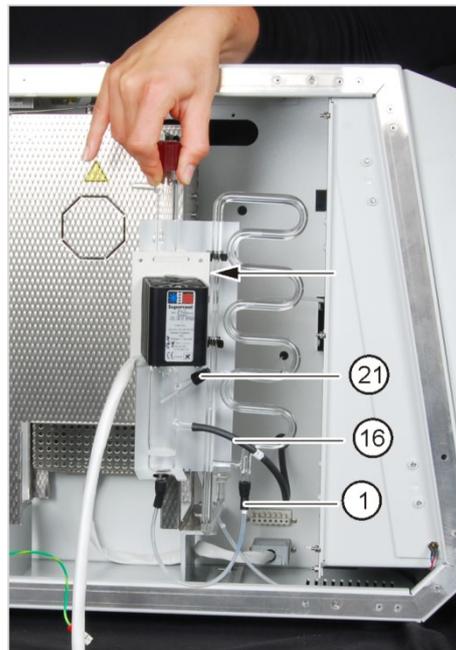
### 7.7.2 Montage du récipient de condensat TIC et du serpentin



1. Glisser la bague en caoutchouc sur la tubulure inférieure du réservoir d'eau condensée. Elle protège le tube en verre lorsqu'il est mis en place sur la partie métallique de la plaque-support.



2. Placer le récipient de condensat dans le socle de la plaque support.
3. Visser le système de refroidissement effet Peltier sur le côté avec les 4 vis au socle.



4. Enfoncer le serpentin dans les attaches sur la plaque support (flèche).
5. Raccorder les tuyaux suivants :
  - Le tuyau n° 1 relie le réceptacle de condensant au serpentin
  - Tuyau n° 16 vers la pompe de condensation
  - Tuyau n° 21 à la pompe d'acide phosphorique (ce tuyau doit rentrer dans le réceptacle de condensant TIC)

**Remarque :**

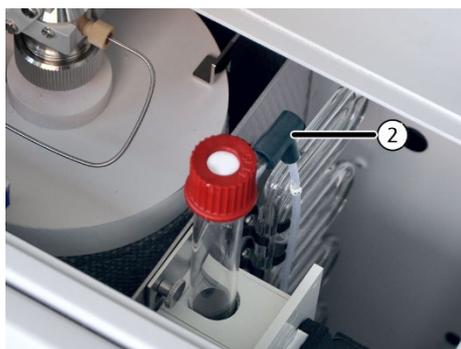
le connecteur FAST et le tuyau n° 6 doivent être enfoncés d'au moins 1 cm sur la tubulure en verre du réceptacle de condensant TIC.



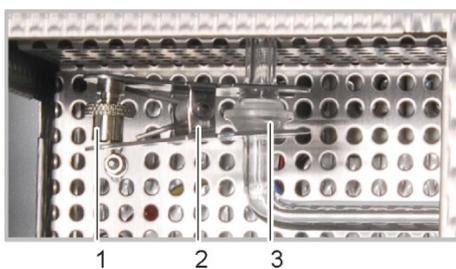
6. Accrocher la plaque support à la suspension sur le côté droit du four. Le raccord du rodage sphérique du serpentin dépasse de l'ouverture du four de combustion.
7. Raccorder le système de refroidissement effet Peltier à la paroi arrière (voir flèche).



8. Fixer la plaque-support sur le four de combustion à l'aide de la vis moletée.

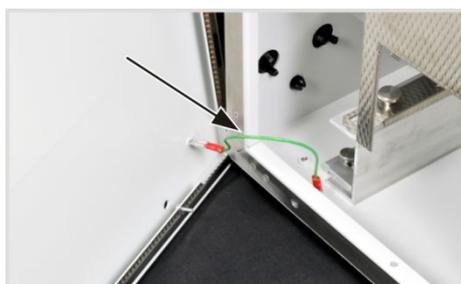


9. Raccorder le tuyau n° 2 (vers les pièges à eau) au niveau de la sortie supérieur du réceptacle de condensat TIC.



10. Assembler l'extrémité inférieure du tube de combustion avec l'entrée du serpentin (liaison à rodage sphérique(3)).

11. Fixer la liaison à dorage sphérique avec l'attache en fourchette (2) et serrer à la main la vis moletée (1).



12. Fermer la paroi latérale.  
Brancher le conducteur de protection sur la paroi latérale gauche.  
Visser d'abord les vis du bas puis celles du haut. Serrer les vis sur tout le pourtour.

13. Mettre en place le recouvrement supérieur sur le boîtier de l'appareil.

14. Ouvrir l'alimentation en gaz, brancher la prise secteur dans la prise et activer l'analyseur au commutateur principal.

15. Contrôler l'étanchéité du système (voir chapitre « Contrôle de l'étanchéité du système » p. 91).

## 7.8 Démontage et montage du four de combustion

### 7.8.1 Démontage du tube de combustion



#### ATTENTION

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

Mettre la température du four dans multiWin sur 20° C et terminer multiWin. Risque de brûlure lors du contrôle de l'étanchéité du système après le montage !

Démonter le four de combustion comme suit :

1. Désactiver l'analyseur au commutateur principal, débrancher la prise secteur et couper l'alimentation en gaz.
2. Retirer le couvercle supérieur.



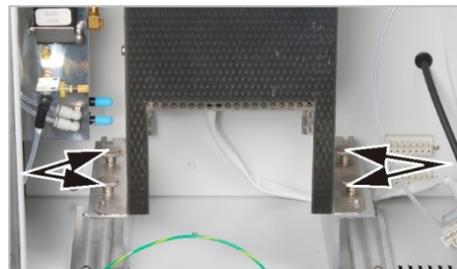
3. Ouvrir la porte gauche de l'analyseur. Dévisser les quatre vis de fixation ; les vis ne peuvent pas être perdues car elles restent dans la paroi. Retirer le raccord du conducteur de protection et ranger la paroi latérale dans un endroit sûr.

4. Démontez le tube de combustion (voir chapitre « Démontage du tube de combustion » p. 75).

5. Démontez le réceptacle de condensat TIC et le serpentin (voir chapitre « Démontez et nettoyez le réceptacle de condensat TIC et le serpentin » p. 80).



6. Débrancher la prise du four de combustion.



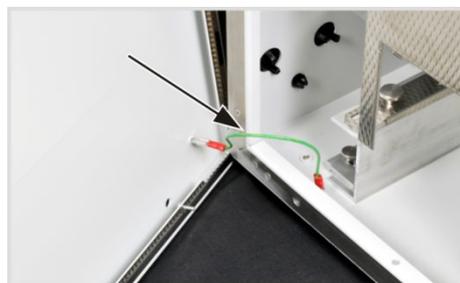
7. Retirer les quatre vis de fixation du tube de combustion sur un support.

8. Soulever le four de combustion hors de l'analyseur.

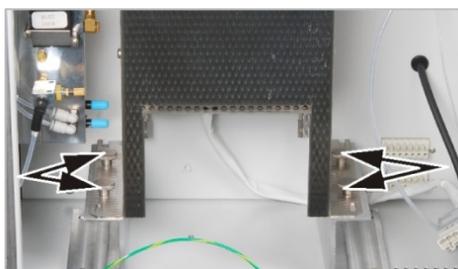
## 7.8.2 Montage du four de combustion

Monter le four de combustion comme suit :

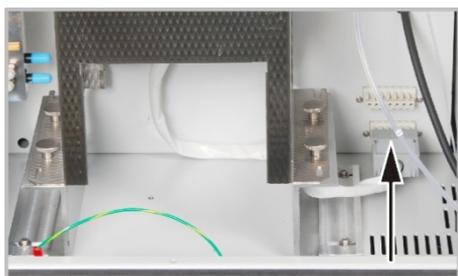
1. Retirer le couvercle supérieur.



2. Ouvrir la porte gauche de l'analyseur. Dévisser les quatre vis de fixation ; les vis ne peuvent pas être perdues car elles restent dans la paroi. Retirer le raccord du conducteur de protection et ranger la paroi latérale dans un endroit sûr.



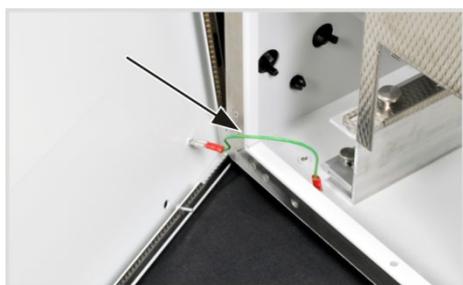
3. Placer le four sur le support et fixer le avec les quatre vis moletées.  
Visser les vis moletées à la main.



4. Brancher le connecteur du four de combustion dans la prise.

5. Monter le tube de combustion (voir chapitre « Montage du tube de combustion » p. 78).

6. Monter le réceptacle de condensat TIC et le serpentin (voir chapitre « Montage du réceptacle de condensat TIC et du serpentin » p. 83).



7. Faire passer le tuyau d'aspiration d'échantillons et le tuyau d'évacuation à travers l'ouverture supérieure. Mettre en place le couvercle.

8. Fermer la paroi latérale.  
Brancher le conducteur de protection sur la paroi latérale gauche.  
Visser d'abord les vis du bas puis celles du haut. Serrer les vis sur tout le pourtour.

## 7.9 Démontage et remplacement du tuyau de la pompe



### ATTENTION

Le tuyau de la pompe contient de l'acide phosphorique ! L'acide phosphorique irrite les yeux, la peau et les muqueuses !

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

Contrôler l'étanchéité des tuyaux de la pompe de condensat et de la pompe d'acide phosphorique tous les 3 mois ou après chaque changement de catalyseur.

Pompe de condensation

Démonter comme d'habitude le tuyau de la pompe de condensat et contrôler son étanchéité :

1. Ouvrir les portes de l'analyseur.



2. Pousser vers la gauche l'étrier de la pompe de condensat.
3. Retirer les tuyaux n°16 et 17 des raccords.

4. Retirer la bande de roulement avec le tuyau de la pompe du corps de la pompe.
5. Contrôler le tuyau de la pompe et les raccords à la recherche de forte usure et de fissures.

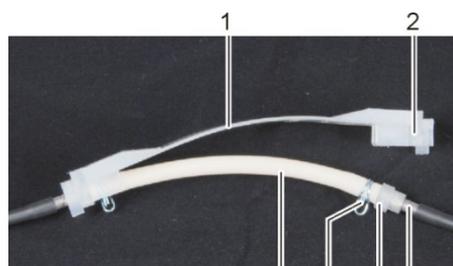
**Remarque :**

Si de l'humidité sort du tuyau de la pompe ou des raccords, remplacer le tuyau de la pompe.

6. Essuyer le corps de la pompe et le galet guide avec de l'eau extra-pure.
7. Contrôler l'usure du corps de la pompe et du galet guide.

**Remarque :**

Si le corps de la pompe et le galet guide sont fortement atteints, informer le Service.

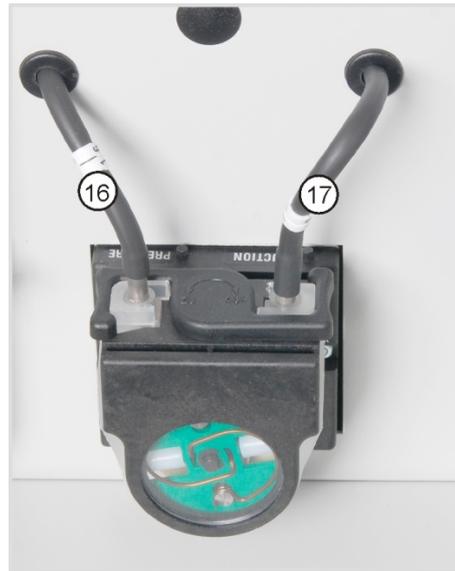


- |   |                     |   |                         |
|---|---------------------|---|-------------------------|
| 1 | Bande de roulement  | 4 | Guide de positionnement |
| 2 | Écrou               | 5 | Collier du tuyau        |
| 3 | Tubulure métallique | 6 | Tuyau de la pompe       |

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

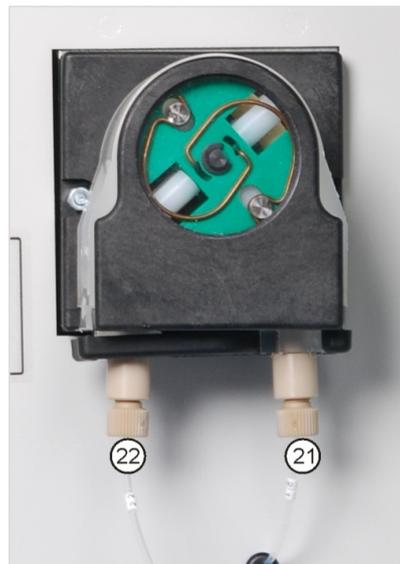
**Remarque :**

Lors du montage, les colliers du tuyau doivent être tournés vers le bas. Pousser le guide de positionnement du tuyau dans l'écrou de la bande de roulement.



9. Placer la bande de roulement autour du corps de la pompe.
10. Pousser la bande de roulement d'une main vers le haut et de l'autre, tourner l'étrier vers la droite jusqu'à ce qu'il s'enclenche.
11. Enfoncer de nouveau les tuyaux n° 16 et 17 sur les tubulures correspondantes.
12. Contrôler l'étanchéité du système (voir p. 186).

Pompe d'acide phosphorique



Démonter le tuyau de la pompe de la même manière que pour la pompe de condensat et contrôler son étanchéité.



Les tuyaux n° 22 et 21 sont raccordés à la pompe au moyen de connexions Fingertight. Dévisser les raccords des tuyaux lors du démontage des connecteurs et les revisser après le montage du tuyau de la pompe.

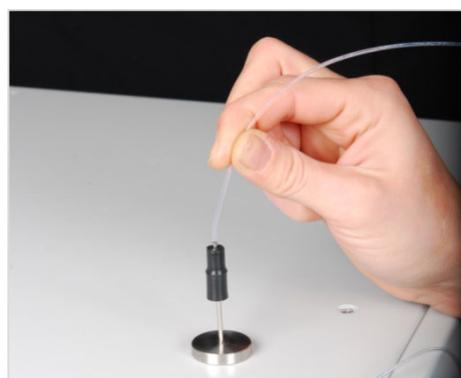
## 7.10 Remplacement des raccords de tuyaux

Contrôler régulièrement l'étanchéité des raccords des tuyaux. Démontez les tuyaux et raccords de tuyaux défectueux et les remplacer. Contrôler l'étanchéité du système (voir chapitre « Contrôle de l'étanchéité du système » p. 91).

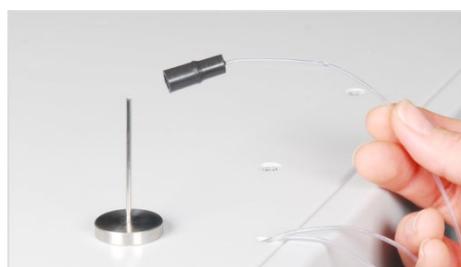
Les connecteurs FAST sont principalement utilisés dans l'analyseur pour relier les tuyaux avec les éléments en verre. Des aides à l'enfilage sont utilisées pour enfiler les tuyaux fins dans les connecteurs FAST. Ces aides font partie des outils de l'analyseur.



1. Enfoncer le connecteur FAST sur la canule de l'aide à l'enfilage. L'orifice la plus étroite du connecteur est tourné vers le haut.

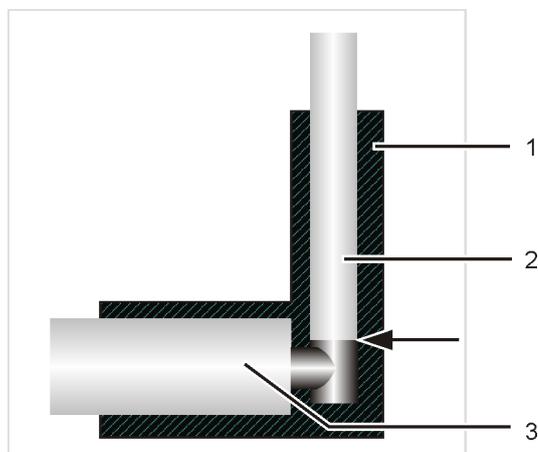


2. Insérer le tuyau dans la canule de l'aide à l'enfilage.



3. Faire glisser le connecteur FAST de la canule sur le tuyau et sortir le tuyau de la canule.
4. Sortir le tuyau du connecteur FAST de manière à ce qu'il ne dépasse plus de l'orifice du connecteur.

Pour les connecteurs FAST coudés, veiller à bien enfoncer les extrémités du tuyau sur toute la longueur du connecteur, afin qu'un débit de gaz sans obstruction soit garanti.



- 1 Connecteur FAST coudé
- 2 Tuyau
- 3 Tubulure de raccordement

Fig. 32 Connecteur FAST coudé avec tuyau raccordé

Lorsque vous remplacez une connexion Fingertight endommagée, utiliser un tuyau dont l'extrémité est ronde, coupée de manière droite et non écrasée. Pousser le cône d'étanchéité olive sur le tuyau avec la partie conique tournée vers la vis creuse. Le cône d'étanchéité olive et l'extrémité du tuyau doivent avoir un contact étanche.

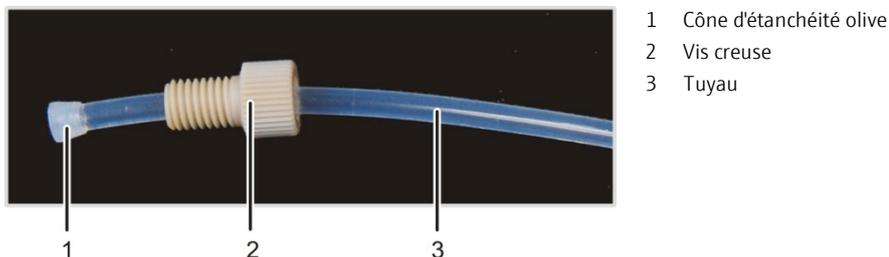


Fig. 33 Remplacement du connecteur Fingertight

## 7.11 Contrôle de l'étanchéité du système

L'étanchéité du système est automatiquement contrôlée à la sortie de gaz de l'analyseur.

**Attention :** Aucune mesure de débit correcte n'est possible pendant le temps de chauffe. Attendre jusqu'à ce que, dans la fenêtre SYSTEM STATUS, le message FURNACE OK s'affiche.

1. Activer l'analyseur multi N/C 2100S.
2. Ouvrir l'alimentation en gaz porteur sur le réducteur de pression.
3. Démarrer le logiciel de commande et d'évaluation multiWin.
4. Contrôler l'affichage du débit dans la fenêtre du SYSTEM STATUS :
  - MFC (débit entrant) : 160 ml/min
  - MFM1 (débit sortant) : 160 ml/min ( $\pm$  10 ml/min)



### REMARQUE

Si le débit sortant est nettement inférieur à 160 ml/min, contrôler de nouveau toutes les connexions.

## 7.12 Remplacement des septa

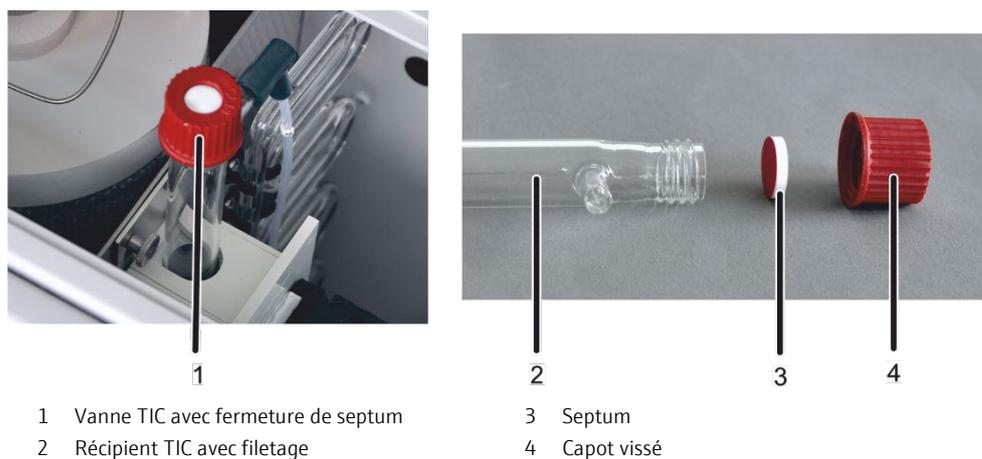
Les septa doivent être remplacés à intervalles réguliers. Il est nécessaire de remplacer les septa lorsque l'étanchéité du système n'est plus garantie.

Le septum de la vanne TIC doit être remplacé si besoin, au plus tard après 12 mois (pas pour multi N/C 2100S pharma).



### ATTENTION

Risque de brûlure au niveau de la vanne TC ! Ne démonter le septum de la vanne TIC qu'à froid ou après avoir laissé l'appareil refroidir suffisamment longtemps !



**Fig. 34 Vanne TIC avec fermeture de septum**

1. Tourner capot vissé en plastique dans le sens inverse des aiguilles d'une montre et retirer le septum.
1. Enlever le septum et poser un nouveau septum. Le côté rouge du septum doit faire face au récipient TIC.
  - ✓ Le septum est remplacé.

Le septum de la seringue (pour l'étanchéité du système pendant l'injection par l'intermédiaire de la vanne TC sans septum) doit également être contrôlé et de même remplacé.

## 8 Résolution des pannes

### 8.1 Remarques générales

Le chapitre suivant décrit une série de problèmes que l'utilisateur peut en partie résoudre lui-même. Si ces problèmes apparaissent de manière répétée, en informer dans tous les cas le Service d'Analytik Jena GmbH.

Dès lors que le multi N/C 2100S est activé a lieu une surveillance de système. Après le démarrage, les erreurs détectées s'affichent dans une fenêtre. La mesure ne peut pas débuter.

L'utilisateur doit acquiescer les messages d'erreur en cliquant sur le bouton [OK]. Ensuite s'ouvre dans la fenêtre principale un texte informatif et le cas échéant le bouton [INITIALISE ANALYZER].

Un contrôle du débit a lieu immédiatement après le début de la mesure. Une erreur de débit est enregistrée dès que le débit réel s'écarte du débit théorique de  $\pm 10$  ml/min.

Il est possible d'afficher des données de protocole pour l'analyse d'erreurs. Il est possible d'activer l'enregistrement des fichiers de protocole pour certains défauts spécifiques, en accord avec le Service d'Analytik Jena GmbH. Les fichiers de protocole sont enregistrés sous ...multiWin\LOG.

Il est possible d'établir et d'enregistrer les fichiers suivants :

- multiWin\_LOG.\*:
  - Fichier de protocole pour les messages d'erreur
  - toujours établi automatiquement
- multiWin\_ADU.\*:
  - Fichier de protocole pour la surveillance du détecteur NDIR
  - établi automatiquement
  - Avec l'ordre de menu INSTRUMENT ► COMPONENT TEST, ouvrir la fenêtre COMPONENT TEST ► tab OPTICAL BENCH et activer le champ SAVE VALUES.



#### REMARQUE

S'il n'est pas possible de résoudre les erreurs suivantes avec les consignes données, informer impérativement le Service d'Analytik Jena GmbH. Cela vaut également si une erreur donnée se produit régulièrement.

- Pour le diagnostic des erreurs, envoyer l'ensemble du répertoire ...multiWin\LOG par e-mail au Service d'Analytik Jena GmbH (voir l'adresse du Service sur la page de garde).
- Pour copier le répertoire multiWin\LOG utiliser l'ordre COPY ..\MULTIWIN\LOG\\*. \* dans le menu INSTRUMENT / SYSTEM PARAMETERS / carte ERROR ANALYSIS.

## 8.2 Messages d'erreur dans multiWin

Code d'erreur	Message d'erreur	
VERS	<b>Erreur de communication - mauvaise série d'instructions entre le PC et l'appareil !</b>	
	Origine	Remède
	<ul style="list-style-type: none"> <li>Les versions de programme interne et externe ne correspondent pas</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Effectuer une mise à jour des programmes interne et externe</li> </ul>
VERS1	<b>Erreur de communication - Appareil d'analyse :</b>	
	Origine	Remède
	<ul style="list-style-type: none"> <li>Analyseur non activé</li> <li>multiWin démarré trop tard</li> <li>Analyseur non relié au PC</li> <li>Mauvaise interface COM sélectionnée sur l'ordinateur externe dans multiWin</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Activer l'analyseur</li> <li>Redémarrer multiWin au bout de 30 secondes</li> <li>Contrôler la liaison analyseur - PC</li> <li>Contrôler l'interface connectée sur l'ordinateur extérieur et le cas échéant, choisir une autre interface dans multiWin avec l'ordre de menu CONFIGURATION ► INTERFACE</li> </ul>
-6	<b>L'appareil d'analyse est occupé</b>	
	Origine	Remède
	<ul style="list-style-type: none"> <li>Appareil d'analyse en statut occupé &gt; 10 min</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Initialiser l'analyseur</li> </ul>
-5	<b>Erreur de communication – appareil d'analyse STAT, MESS, STEP ou INIT</b>	
	Origine	Remède
	<ul style="list-style-type: none"> <li>Erreur de communication</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Initialiser l'analyseur</li> </ul>
-4	<b>Erreur de communication - Appareil d'analyse :</b>	
	Origine	Remède
	<ul style="list-style-type: none"> <li>Erreur de communication</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Contrôler les câbles d'interface</li> <li>Initialiser l'analyseur</li> </ul>
-3 -2 -1	<b>Ordre de l'appareil d'analyse erreur CRC erreur CRC ordre de l'appareil d'analyse invalide</b>	
	Origine	Remède
	<ul style="list-style-type: none"> <li>Erreur de communication</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Initialiser l'analyseur</li> </ul>

1	<b>Ordre du PC incomplet</b>	
2	<b>Ordre du PC sans STX</b>	
3	<b>Ordre du PC sans *</b>	
4	<b>Ordre du PC erreur CRC</b>	
5	<b>Ordre du PC ordre invalide</b>	
6	<b>Ordre du PC ordre de MESURE invalide</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Liaison coupée entre les programmes interne et externe</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Initialiser l'analyseur</li> </ul>
7	<b>COM 2 absent</b>	
8	<b>COM 3 absent</b>	
9	<b>COM 4 absent</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Problèmes de matériel</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Activer / désactiver l'analyseur</li> </ul>
10	<b>Erreur de pression de gaz</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Pression de retour dans le système d'analyse trop forte : L'alimentation en gaz porteur est interrompue automatiquement pour protéger l'analyseur ; affichage de débit MFC environ 0 ml/min</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Rechercher et remplacer les composants entraînant une erreur de pression de gaz</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Piège à eau recouverts</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Défaire le raccord devant les pièges à eau et réinitialiser l'analyseur</li> <li>▪ Contrôler si une erreur de pression de gaz se reproduit et si non remplacer les pièges à eau</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Pas de débit de gaz à la sortie du gaz de mesure (rupture du tuyau de gaz pour gazage de l'échantillon)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contrôler le tuyau de gazage et le cas échéant, le détordre</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Obstruction du serpentin par des boules de catalyseur</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Interrompre le débit de gaz entre le tube de combustion et le serpentin ⇒ contrôler si une « erreur de pression » de gaz se produit à nouveau et si non, laver le serpentin avec de l'eau extra-pure</li> <li>▪ Lors du remplacement du catalyseur, veiller impérativement à ce qu'il y ait suffisamment de laine de verre en quartz comme première couche.</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Tube de combustion « ensalé » (du fait de l'analyse d'échantillons fortement salines, dépôt de sel dans le tube de combustion)</li> <li>▪ Tapis HT usagé en raison de l'analyse d'échantillons fortement salins</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Remplacer le tapis HT dans le tube de combustion ou remplacer le catalyseur (en fonction du nombre de mesures avec la garniture actuelle du catalyseur et de l'activité du catalyseur).</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Alimentation en gaz de la tête du four obstruée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Nettoyer l'alimentation en gaz de la tête du four</li> </ul>
12	<b>Mauvais numéro de version</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ La version multiWin et le logiciel de l'ordinateur interne ne correspondent pas</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Effectuer la mise à jour correspondante</li> </ul>

13	<b>Pas de liaison au Sampler</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Le distributeur d'échantillons n'est pas activé</li> <li>▪ Le câble de raccordement n'est pas branché ou est défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Activer le distributeur d'échantillons et initialiser l'analyseur</li> <li>▪ Contrôler le câble de raccordement</li> </ul>
15	<b>Pas de pression O<sub>2</sub> au four HT</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Raccordement O<sub>2</sub> absent ou défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Raccorder le gaz porteur au four HT (vérifier la pression d'admission de 4 – 6 bar)</li> </ul>
16	<b>Erreur de vanne (tête ouvrante) TC</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vanne automatique ne s'ouvre pas</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contrôler la pression du gaz auxiliaire pour les vannes (pression d'admission de 4 à 6 bar nécessaire)</li> <li>▪ Contrôler les raccords vissés de la vanne</li> </ul>
20	<b>Pas de raccordement au système optique (NDIR) erreur CRC système optique erreur de statut système optique erreur système optique ; erreur de réponse à un ordre</b>	
21		
22		
26		
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erreur de communication</li> <li>▪ Détecteur NDIR défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Initialiser l'analyseur</li> <li>▪ Contacter le service après-vente</li> </ul>
24	<b>Erreur optique, valeurs analogiques inadmissibles</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Les valeurs analogiques du détecteur sont en-dehors de la plage de travail</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vérifier la qualité du gaz porteur</li> <li>▪ Initialiser l'analyseur et contrôler les valeurs analogiques par un test de composant</li> </ul>
27	<b>Erreur optique, valeurs analogiques inadmissibles</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Les valeurs analogiques du détecteur sont en-dehors de la plage de travail</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contrôler la qualité du gaz porteur</li> <li>▪ Pour méthodes pour solides et raccordement de HT 1300, débit de gaz porteur &gt; débit d'aspiration</li> <li>▪ Initialiser l'analyseur et contrôler les valeurs analogiques par un test de composant</li> </ul>
30	<b>Pas de liaison au détecteur N</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ CLD non activé</li> <li>▪ Le câble de raccordement n'est pas branché ou est défectueux</li> <li>▪ Mauvais raccordement</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Activer le CLD</li> <li>▪ Contrôler le câble de raccordement</li> <li>▪ Contrôler le raccordement</li> </ul>

80	<b>Pas de liaison avec le contrôleur de température</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Pas de liaison avec le four HT du module pour solides</li> <li>▪ Non activé</li> <li>▪ Mauvais raccordement</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Activer le module pour solides</li> <li>▪ Contrôler le câble de raccordement</li> <li>▪ Contrôler le raccordement</li> </ul>
81	<b>Rupture de l'élément thermique du four HT</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Élément thermique défectueux</li> <li>▪ Four non raccordé</li> <li>▪ Température au niveau du four trop élevée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contacter le service après-vente</li> <li>▪ Raccorder le four</li> <li>▪ Contacter le service après-vente</li> </ul>
84	<b>Erreur de communication entre le contrôleur de température et le four HT</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erreur de communication</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contacter le service après-vente</li> </ul>
86	<b>Pas de four externe présent</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Pas de liaison avec le contrôleur de module pour solides</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contrôler le câble de raccordement</li> </ul>
113	<b>AS 60 : Erreur en axe z (pas perdus)</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Le distributeur d'échantillons AS 60 est mal ajusté en axe z (profondeur de plongée)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Ajuster le distributeur d'échantillons</li> </ul>
200	<b>Redémarrage de l'ordinateur intégré dans l'appareil d'analyse</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Reset de l'ordinateur interne</li> <li>▪ Surtension</li> <li>▪ Absence de tension de courte durée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Si la DEL « ordinateur interne » s'allume, initialiser l'analyseur</li> <li>▪ En cas de répétition, observer avec attention à quel moment l'erreur se produit (tenir compte de la ligne de statut)</li> </ul>
201	<b>Redémarrage du programme interne</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erreur interne du programme</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Initialiser l'analyseur</li> <li>▪ En cas de répétition, observer avec attention à quel moment l'erreur se produit (tenir compte de la ligne de statut)</li> </ul>
MESSx	<b>Erreur de l'appareil d'analyse : La mesure MESSx est interrompue</b>	
	<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erreur de l'appareil</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Initialiser l'analyseur</li> <li>▪ Tenir compte de la fenêtre STATUT DU SYSTEME après confirmation de l'erreur</li> <li>▪ Rechercher l'origine de l'erreur de l'appareil et éliminer l'erreur</li> </ul>

Température Peltier hors plage	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Refroidissement Peltier insuffisant</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contacter le service après-vente</li> </ul> <p><b>Remarque :</b> après une réparation réussie, il est recommandé de remplacer les pièges à eau.</p>
Volume minimum d'échantillon > volume du récipient	
Origine	Remède
<p>En cas de distribution d'échantillons avec le passeur automatique :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Volume d'échantillon trop important</li> <li>▪ Nombre de déterminations trop grand</li> </ul>	<p>Vérifier les réglages de la méthode :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Volume d'échantillon/de lavage</li> <li>▪ Adapter le nombre de déterminations (mesures répétitives) au volume du récipient</li> </ul>

### 8.3 Erreur de statut – Affichages dans la fenêtre Statut du système

**Remarque :** Les erreurs de statut sont représentées en rouge ou en jaune dans la fenêtre STATUT DU SYSTEME. Tous les affichages avec des valeurs MFC ne concernent que le multi N/C 2100S.

Affichage d'erreur	
Affichage du débit MFC : 160 ml/min	
Affichage du débit MFM : < 150 ml/min	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Septum TIC non étanche</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Remplacer le septum</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vanne automatique non étanche</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Voir le chapitre Vanne automatique non étanche à la p. 105</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Écrou d'accouplement pas correctement serré au niveau de la vanne (après changement du catalyseur)</li> <li>▪ Alimentation en gaz porteur pas correctement vissée à la vanne TC (après changement du catalyseur)</li> <li>▪ Bagues d'étanchéité défectueuses au niveau du tube de combustion (très déformées) ou pas ouvertes (après changement du catalyseur)</li> <li>▪ Réceptacle de condensat TIC – connecteur FAST non étanche</li> <li>▪ Liaisons non étanches au niveau du système de piège à eau (après le montage des pièges à eau, montage d'un piège à halogènes)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contrôler que les raccords vissés sont complet et non déformés, les resserrer le cas échéant</li> <li>▪ Contrôler l'alimentation en gaz porteur (connecteur FAST sur la paroi de l'analyseur et raccords vissés au niveau de la vanne)</li> <li>▪ Contrôler tous les points de liaison (pièges à eau) et les remplacer le cas échéant</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Liaison entre le tube de combustion et le serpentin non étanche</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contrôler la liaison entre le tube de combustion et le serpentin (position de l'attache en fourchette)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Tube de combustion défectueux (fissures, points cassés sur les bords)</li> <li>▪ Réceptacle de condensat TIC défectueux (points cassés au niveau des raccords)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contrôler les pièces en verre, les remplacer par des nouvelles lorsque celles-ci sont défectueuses</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Pièges à eau recouverts</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Remplacer les pièges à eau</li> </ul>

<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Tuyau de la pompe à condensat non étanche</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contrôler la pompe à condensat, le cas échéant remplacer le tuyau</li> </ul>
<b>Affichage du débit MFC : 160 ml/min</b> <b>Affichage du débit MFM 1 : &lt; 150 ml/min ou &gt; 170 ml/min</b>	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ MFM (débitmètre massique) défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contrôler le débit lorsque c'est possible avec un débitmètre massique externe pour une confirmation de l'erreur</li> <li>▪ Contacter le service après-vente</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Garniture du piège à halogènes utilisée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vérifier le piège à halogènes</li> </ul>
<b>Affichage du débit MFC : &lt; 160 ml/min ou fluctuant</b> <b>Affichage du débit MFM1 : &lt; 150 ml/min</b>	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Aucun gaz porteur</li> <li>▪ Tuyau non étanche</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Desserrer le gaz porteur au niveau du réducteur de pression</li> <li>▪ Rechercher la fuite et l'éliminer</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ La pression d'admission de l'alimentation du gaz porteur est trop basse</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Régler la pression d'admission du gaz porteur de 4 à 6 bar</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ L'interrupteur de pression dans l'analyseur s'est déclenché - simultanément, message d'erreur dans multiWin « erreur de pression de gaz »</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Voir erreur de la pression du gaz (code d'erreur 10) à la p. 95</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ MFC défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contacter le service après-vente</li> </ul>
<b>Affichage du débit MFC : &lt; 160 ml/min</b> <b>Affichage du débit MFM1 : &lt; Différence par rapport au débit d'entrée <math>\pm</math> 10 ml/min</b>	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Aucun gaz porteur</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Desserrer le gaz porteur au niveau du réducteur de pression</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ La pression d'admission de l'alimentation du gaz porteur est trop basse</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Régler la pression d'admission du gaz porteur de 4 à 6 bar</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ MFM défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contacter le service après-vente</li> </ul>
<b>Affichage du débit MFC : 160 ml/min</b> <b>Affichage du débit MFM 1 : &gt; 170 ml/min</b>	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Refroidissement Peltier insuffisant (en même temps message d'erreur « Température hors plage en dessous de la température Peltier »)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vérifier d'en haut sur le réceptacle de condensat TIC si le refroidissement a lieu (la formation d'eau de condensation sur le bloc de refroidissement indique que le refroidissement fonctionne)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ MFC défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contacter le service après-vente</li> </ul>
<b>Affichage du débit MFC : 0 ml/min</b> <b>Affichage du débit MFM 1 : 0 ml/min</b>	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Blocage d'un tuyau</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Remplacer le tuyau bouché</li> <li>▪ Le cas échéant, démonter le tuyau bouché et le rincer, puis à nouveau le remonter</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Aucune méthode chargée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Charger une méthode</li> </ul>

Valeurs du détecteur NDIR sous OPT. BANC représentées en jaune	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Les valeurs analogiques du détecteur se situent à la limite de la plage d'exploitation.</li> </ul> <p><b>Remarque :</b> Les valeurs ADU peuvent être examinées dans le logiciel de commande et d'exploitation multiWin à l'aide de l'ordre de menu INSTRUMENT ► COMPONENT TEST sur la carte OPTICAL BANC.</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Des mesures sont en outre possibles, il est cependant nécessaire d'informer l'utilisateur que les valeurs ADU du détecteur quittent la plage optimale de mesure</li> <li>Contrôler le piège à halogènes et le renouveler le cas échéant</li> <li>S'adresser à l'application d'Analytik Jena GmbH pour obtenir des consignes d'application spéciales pour une matrice difficile</li> </ul>



#### REMARQUE

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

## 8.4 Erreurs de l'appareil et problèmes d'analyse

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

Si les solutions proposées ne fonctionnent pas, contacter le Service.

Erreur	
<b>Pièges à eau recouverts</b>	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Temps d'arrêt écoulé (renouvellement recommandé au bout de 6 mois, selon la motrice)</li> <li>Mesure d'échantillons avec forte formation d'aérosols</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remplacer les pièges à eau (voir chapitre « Remplacer les pièges à eau » p. 70).</li> </ul>
<b>Résultats de mesure fortement divergents</b>	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Garniture du tube de combustion usagée</li> <li>Dosage incorrect</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remplacer le catalyseur</li> <li>Contrôler le dosage</li> <li>Vérifier le volume de la seringue (vérifier l'impression sur la seringue et la saisie dans multiWin (ordre de menu CONFIGURATION ► EDIT OPTIONS, carte ANALYZER COMPONENTS, liste SYRINGE SIZE))</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Canule endommagée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remplacer la canule</li> <li>Utiliser des canules à bonne distribution de particules pour les solutions contenant des particules</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Matrice d'échantillon non homogène</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Thermostater les échantillons froids avant l'analyse</li> <li>Filtrer les échantillons avant l'analyse</li> </ul>

<ul style="list-style-type: none"> <li>Agitation insuffisante</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Agiter les échantillons contenant des particules ; adapter avec le distributeur d'échantillons la vitesse d'agitation dans multiWin sous METHOD ► EDIT ► PROCESS PARAMETERS ► STIRR</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Échantillons sensibles</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Empêcher la contamination par du CO<sub>2</sub> ou des vapeurs organiques</li> <li>Recouvrir les flacons d'échantillon sur le distributeur d'échantillons avec du papier d'aluminium</li> <li>Lors des mesures manuelles, appliquer le gaz dans l'espace libre en haut du verre d'échantillons</li> <li>Contrôler les conditions environnantes</li> <li>Remédier aux parasites</li> </ul>

## Déplacement de la base NDIR

- |  |   |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>Critères d'intégration défavorables</li> <li>Mesure interrompue trop tôt</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>Contrôler les paramètres</li> <li>Allonger le temps d'intégration maximal</li> </ul> |
|--|---|

**Résultats trop faibles ; toutes plages**

Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Catalyseur usagé</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remplacement du catalyseur</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Fuites dans le système</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Vérifier l'étanchéité de la vanne ou remplacer le septum</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Volume d'injection incorrect</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Le volume défini dans la méthode doit être injecté (dosage manuel !)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Dosage incorrect</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Vérifier le dosage (voir p. 103)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Échantillon contenant des particules pas ou pas suffisamment remué</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remuer l'échantillon contenant des particules</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Réglage incorrect des coordonnées z pour les vannes automatiques (système non étanche pendant l'injection avec vanne automatique)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Contrôler le réglage du distributeur d'échantillons ou régler de nouveau le distributeur d'échantillons (voir p. 66)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Pour vannes automatiques : Septum de la seringue plus étanche</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remplacer le septum de la seringue</li> </ul>

**Résultats trop faibles dans une analyse par combustion (TC, TOC, NPOC, TN<sub>b</sub>)****Mesures TIC correctes**

Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Catalyseur usagé</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Lors de l'utilisation de catalyseur en platine pour multi N/C et les mesures en mode différentiel (échantillons neutre, légèrement alcalins), une régénération du catalyseur est possible</li> <li>Injection multiple (6 fois) d'eau pure acidifiée</li> <li>(Avec HCl à pH 2) ou changement de catalyseur si régénération sans ou avec effet uniquement de courte durée</li> <li>Recommandé : utiliser 1 - 2 flacons d'eau pure acidifiée par tablette porte-échantillons pour la régénération</li> <li>Remplacer le catalyseur pour les mesures en mode NPOC (échantillons acides)</li> <li>Remplacer le catalyseur si utilisation du catalyseur spécial multi N/C</li> </ul> <p><b>Remarque :</b> Après le remplacement du catalyseur, effectuer un étalonnage.</p>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>Utiliser des canules à bonne distribution de particules pour les solutions contenant des particules</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Échantillon contenant des particules pas ou pas suffisamment remué</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Agiter les échantillons contenant des particules</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Réglage des coordonnées z pour vanne automatique TC incorrect</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Contrôler le réglage du distributeur d'échantillons ou régler de nouveau le distributeur d'échantillons (voir p. 66)</li> </ul>

#### Résultats trop faibles lors d'une mesure TIC

##### Les analyses avec combustion (TC, TOC, NPOC) sont correctes

Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Pas d'acide phosphorique dans le flacon de réactif pour acides phosphoriques</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remplir d'acide phosphorique</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Erreur de dosage de l'échantillon</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Vérifier le dosage (voir ci-dessous)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Septum défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remplacer le septum</li> </ul>

#### Résultats trop faibles pour TN<sub>b</sub>

Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Catalyseur usagé</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remplacement du catalyseur</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Mesure en dehors de la plage étalonnée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Respecter la plage étalonnée</li> <li>Appliquer l'étalonnage au carré ou étalonnage de plusieurs plages</li> <li>Essayer de faire un étalonnage adapté à la matrice</li> <li>Lors de l'analyse de substances inconnues, si possible, utiliser des concentrations faibles (si possible, diluer l'échantillon)</li> <li>Utiliser l'air synthétique comme gaz porteur</li> </ul>

#### Forme de crête inhabituelle (mesure TC et TN<sub>b</sub>)

Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Catalyseur usagé</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Si vous constatez simultanément des résultats trop faibles, remplacer ou régénérer le catalyseur</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Dosage incorrect</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Veiller à une injection homogène en cas de dosage manuel</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Mauvais critères d'intégration choisis</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Contrôler les critères d'évaluation</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Dépassement de la plage de mesure pour mesure TN<sub>b</sub> avec CLD (hauteur de crête &gt; 500 ppm NO dans le gaz de mesure)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Diluer l'échantillon</li> </ul>

#### Dosage avec distributeur d'échantillons incorrect

Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Étanchéité du système lors de l'injection non garantie</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Vérifier le réglage du distributeur d'échantillons</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>L'échantillon comporte des bulles d'air</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Vérifier le réglage de la seringue dans le distributeur d'échantillons et régler le piston de la seringue le cas échéant (voir p. 68)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Seringue pas éjectée correctement</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Contrôler la seringue (voir p. 103)</li> </ul>

<b>Dosage manuel dans la vanne sans septum incorrect</b>	
<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Perte de gaz de mesure car l'étanchéité du système pendant l'injection n'est pas garantie</li> <li>▪ Perte de gaz de mesure car la seringue est retirée trop tard de la vanne après l'injection</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Enfoncez le septum sur la canule : étanchéité par piston de la seringue sur la vanne pendant l'injection</li> <li>▪ Appuyer légèrement la seringue contre la vanne pendant l'injection de manière à ce que le débit de gaz de mesure soit atteint correctement Contrôle visuel par l'affichage dans la fenêtre SYSTEM STATE</li> <li>▪ Retirer la seringue uniquement de la vanne lorsque le débit de gaz de mesure (affichage de la fenêtre SYSTEM STATE) se stabilise à 160 ml/min</li> <li>▪ Introduire la seringue dans la vanne de la même façon (profondeur) pour toutes les mesures</li> <li>▪ Laisser la seringue pour toutes les mesures TIC si possible pendant l'ensemble de l'intégration dans la vanne</li> <li>▪ Veiller à ce que l'injection soit homogène</li> <li>▪ Ne pas effectuer l'injection trop rapidement ; plus volume d'échantillons augmente, plus la vitesse d'injection est diminuée</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Propagation car l'échantillon est dosé sur la paroi du réacteur</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Doser l'échantillon verticalement au réacteur</li> </ul>
<b>Dosage manuel dans les vannes avec septum incorrect</b>	
<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Dosage non homogène</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Veiller à ce que l'injection soit homogène</li> <li>▪ Ne pas effectuer l'injection trop rapidement ; plus volume d'échantillons augmente, plus la vitesse d'injection est diminuée</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Propagation car l'échantillon est dosé sur la paroi du réacteur</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Doser l'échantillon verticalement au réacteur</li> </ul>
<b>L'échantillon comporte des bulles d'air</b>	
<b>Origine</b>	<b>Remède</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Seringue non étanche</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vérifier la seringue de dosage et utiliser une nouvelle seringue si elle n'est pas étanche</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Canule obstruée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Démonter la canule et la nettoyer dans un bain d'ultrasons</li> <li>▪ Remplacer la canule</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Seringue de dosage présente des traces de graisse</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Nettoyer la seringue de dosage</li> <li>▪ Remplir la seringue de solution faiblement tensioactive, temps d'application : Bien rincer à l'eau pure pendant 30 min</li> <li>▪ Remplir la seringue de 0,1 N NaOH temps d'application : Bien rincer à l'eau pure pendant 10 min</li> <li>▪ Remplir la seringue de 0,1 N HCl temps d'application : Bien rincer à l'eau pure pendant 10 min</li> </ul>

Propagation	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Nettoyage de la seringue insuffisant</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Laver la seringue de dosage avant l'injection d'échantillon suivante : Sous l'ordre de menu METHOD ► EDIT dans la carte METHOD saisir 3 dans le champ de saisie RINSE CYCLES pour la première mesure et pour toutes les autres mesures, aucun lavage n'est en général nécessaire, saisir alors 0</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Échantillon dosé sur la paroi du réacteur</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Doser l'échantillon verticalement au réacteur</li> </ul>
Canule défectueuse	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Canule attaquée pendant l'injection par la matrice d'échantillon et la température</li> <li>Canule obstruée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remplacer la canule</li> </ul> <p><b>Remarque :</b> Il est normal que la canule se ternisse. Il est nécessaire de remplacer la canule si l'échantillon n'est plus dosé sous forme de jet continu mais par à-coups.</p>
TN <sub>b</sub> mesures avec CLD inexactes (mesures TC exactes)	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Raccordement de gaz multi N/C 2100S – CLD incorrect</li> <li>Générateur d'ozone défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Contrôler le raccordement de gaz multi N/C 2100S – CLD</li> <li>Contacteur le service après-vente</li> </ul>
Pompe de condensat / pompe d'acide phosphorique non étanche	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Raccordements de tuyau non étanche</li> <li>Tuyau d'échantillon défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Remplacer le tuyau de la pompe</li> </ul>
Les voyants de contrôle sur l'analyseur ne s'allument pas : 5 V, 24 V	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Erreur dans l'alimentation électrique ou les systèmes électroniques</li> <li>Fusible de l'appareil défectueux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Contrôler les connexions électriques</li> <li>Contrôler l'alimentation électrique du laboratoire</li> <li>Contacteur le service après-vente</li> </ul>
L'écran DEL sur le devant de l'analyseur ne s'allume pas : Login	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Le programme interne n'est pas démarré.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Activer à nouveau l'analyseur (désactivation / activation au commutateur principal)</li> </ul>
Le voyant de contrôle sur l'analyseur ne s'allume pas : Heating	
Origine	Remède
<ul style="list-style-type: none"> <li>Mauvais réglage de la température dans multiWin</li> <li>Élément thermique défectueux (four)</li> </ul> <p><b>Remarque :</b> On reconnaît un élément thermique défectueux à l'affichage dans la rangée de DEL dans l'analyseur</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Contrôler le réglage de la température dans multiWin sous CONFIGURATION ► EDIT OPTIONS sur la carte ANALYZER COMPONENTS (champ de liste FURNACE TEMPERATURE)</li> <li>Contacteur le service après-vente</li> </ul>

- |   |   |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Composants électroniques défectueux</li> </ul>                   | <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Contacter le service après-vente</li> </ul>            |
| <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Le four de combustion n'est pas correctement raccordé</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vérifier les contacts du four de combustion</li> </ul> |

#### Vanne automatique non étanche

##### Origine

- Vanne automatique ne ferme pas correctement

##### Remède

- Ouvrir vanne manuellement (voir p. 19)
- Mettre la seringue de dosage manuel avec septum en place, appuyer légèrement et contrôler le débit (fenêtre *Statut du système*)
- Contrôler la pression du gaz auxiliaire pour les vannes (pression d'admission de 4 à 6 bar nécessaire)
- Contrôler les raccords vissés de la vanne
- Remplacer le septum dans la vanne
- Informer le service après-vente le cas échéant

## 9 Transport et stockage

### 9.1 Transport

#### 9.1.1 Préparation de l'analyseur pour le stockage



---

**ADVERTENCIA**

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

---

**ATTENTION**

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

---

**REMARQUE**

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

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

---

Préparer l'analyseur comme suit pour le transport :

1. Laver la pompe d'acide phosphorique et les tuyaux correspondants avec de l'eau extra-pure puis vider ces composants.
2. Désactiver l'analyseur au commutateur principal et laisser l'appareil refroidir.
3. Couper l'alimentation en gaz et débrancher la prise secteur.
4. Défaire tous les raccordements sur la face arrière de l'analyseur.
5. Ouvrir les portes de l'analyseur et retirer le flacon de réactif, le bac collecteur et le cas échéant les autres accessoires non fixés.
6. Retirer les tuyaux des raccords sur le piège à halogènes et sortir le piège à halogènes de ses attaches.
7. Emballer les extrémités de tuyaux ouvertes dans des sacs de protection et attacher ceux-ci avec du ruban adhésif.
8. Ouvrir la paroi latérale gauche,
  - Dévisser les quatre vis de fixation ; les vis ne peuvent pas être perdues et restent dans la paroi.
  - Défaire le raccordement du conducteur de protection et ranger la paroi latérale.
9. Démontez le tube de combustion (voir chapitre « Démontage du tube de combustion » p. 75).
10. Démontez le réceptacle de condensat TIC et le serpentin (voir chapitre « Démontez et nettoyez le réceptacle de condensat TIC et le serpentin » p. 80).

11. Démonter le four de combustion (voir chapitre « Démontage du tube de combustion » p. 85).
12. Emballer les extrémités du tuyau dans un sac de protection et attacher celui-ci avec du ruban adhésif.
13. Fermer la porte gauche de l'analyseur.
  - Brancher le raccord du conducteur de protection sur la paroi latérale.
  - Visser d'abord les vis inférieures, puis les vis supérieures. Serrer les vis sur tout le pourtour.
14. Fermer les portes de l'analyseur.
15. Poser le couvercle supérieur et l'attacher avec du ruban adhésif.
16. Emballer soigneusement les accessoires, en particulier les pièces en verre.

### 9.1.2 Consignes de transport

Observer les consignes de sécurité du chapitre « Consignes de sécurité pour le transport et le montage » p. 13). Transporter l'analyseur avec la plus grande prudence pour éviter les dommages dus aux chocs, secousses ou vibrations. Le transport de l'analyseur doit avoir lieu de manière à éviter les variations importantes de température et ainsi la formation de condensation.

### 9.1.3 Déplacement de l'analyseur dans le laboratoire



---

#### ATTENTION

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

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

---

Lorsque vous déplacez l'analyseur dans le laboratoire, observer ce qui suit :

- Il y a risque de blessures si des pièces ne sont pas fixées correctement ! Avant de déplacer l'analyseur, retirer toutes les pièces non fixées, en particulier les flacons de réactif contenant de l'acide phosphorique.
- Déconnecter tous les raccords d'alimentation et le cas échéant les appareils complémentaires de l'analyseur.
- Afin d'éviter toute blessure, observer ceci quand vous soulevez et portez l'analyseur :
  - Pour des raisons de sécurité, 2 personnes sont nécessaires, de part et d'autre de l'appareil, pour le transport de l'analyseur.
  - Comme l'analyseur n'a pas de poignées, le saisir fermement des deux mains par le dessous et s'assurer avant de le soulever que les pièces sensibles à l'avant soient bien protégées par les portes fermées.
- Observer les valeurs indicatives et respecter les valeurs limites légales relatives au levage et à la manutention de charges sans dispositif de levage !

- Pour la mise en place de l'analyseur à son nouvel emplacement, observer les consignes du chapitre « Exigences locales » p. 42.

## 9.2 Stockage



---

### REMARQUE

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

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

---

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

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

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

## 9.3 Remise en service après transport ou stockage

### 9.3.1 Montage de l'analyseur après le transport ou le stockage

Observer lors du montage de l'analyseur les consignes du chapitre « Exigences locales » page 42.

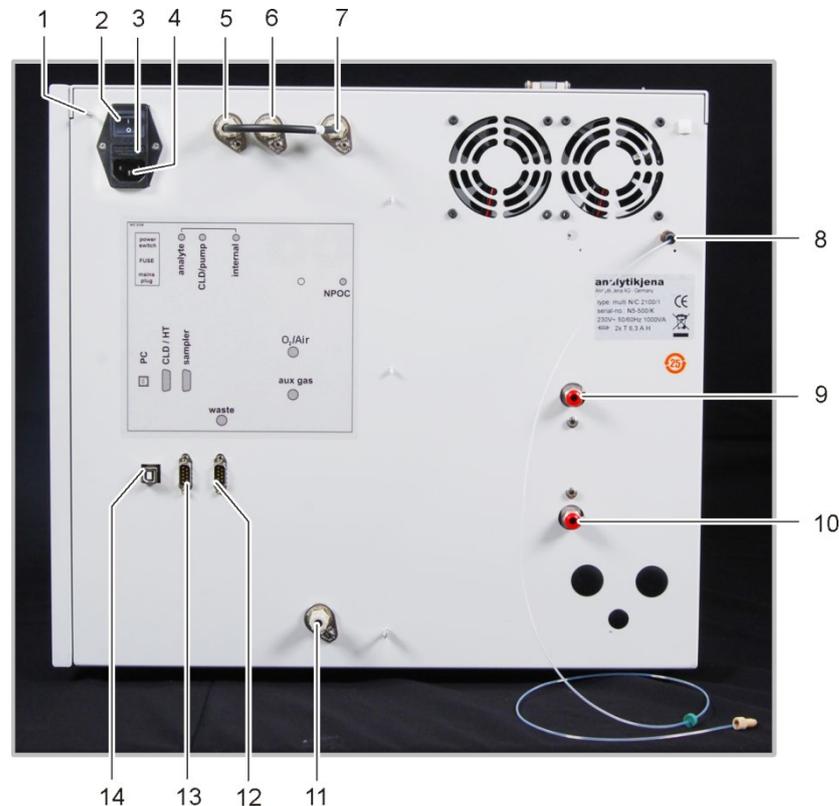
Monter comme suit les composants de l'analyseur :

1. Retirer prudemment l'appareil de base, les accessoires et le cas échéant les appareils complémentaires de l'emballage de transport. Ne jamais endommager les emballages de transport !
2. Mettre en place l'analyseur à l'emplacement prévu.
3. Retirer le ruban adhésif sur le couvercle supérieur et les parois latérales, retirer le couvercle supérieur, bien les ranger et ouvrir les portes.
4. Ouvrir la paroi latérale gauche,
  - Dévisser les quatre vis de fixation ; les vis ne peuvent pas être perdues et restent dans la paroi.
  - Défaire le raccordement du conducteur de protection et bien ranger la paroi latérale.
5. Retirer les restes des rubans adhésifs et des sacs de protection.

6. Monter le piège à halogènes et les pièges à eau (voir chapitres « Remplacer les pièges à eau » p. 70 et « Remplacement du piège à halogènes » p. 73).
7. Monter le four de combustion (voir chapitre « Montage du four de combustion » p. 86).
8. Remplir le tube de combustion et le monter dans le four de combustion (voir chapitres « Remplissage du tube de combustion » p. 76 et « Montage du tube de combustion » p. 78).
9. Monter le réceptacle de condensat TIC et le serpentín (voir chapitre « Montage du réceptacle de condensat TIC et du serpentín » p. 83).
10. Placer le flacon de réactif avec le bac collecteur dans l'analyseur.
11. Fermer les portes de l'analyseur.
12. Mettre en place le cas échéant les appareils complémentaires à l'emplacement prévu et les raccorder. Pour cela, observer les instructions d'utilisation des appareils complémentaires.

### 9.3.2 Raccordement de l'analyseur

Les raccords secteur et les raccords de matériaux se trouvent sur la face arrière de l'analyseur :



- |  |   |
|--|---|
| 1 Raccordement du fil neutre sur le distributeur d'échantillons                                    | 9 Raccordement pour gaz porteur « O <sub>2</sub> /Air »                                     |
| 2 Commutateur principal d'activation / désactivation de l'analyseur                                | 10 Raccordement de gaz auxiliaire pour vannes raccordées de manière pneumatique « aux gas » |
| 3 Coffret du fusible   | 11 Déchets « waste »  |
| 4 Raccordement au réseau   | 12 Interface RS 232 pour le distributeur d'échantillons « sampler »                         |
| 5 Raccordement de gaz « analyte » (relié au raccordement de gaz « internal » par un pont à tuyaux) | 13 Interface RS 232 pour le CLD et le module HT « CLD/HT »                                  |
| 6 Raccordement de gaz « CLD/pump »   | 14 Interface USB pour le PC « PC »  |
| 7 Raccordement de gaz « internal »   |   |
| 8 Raccordement de gaz d'évacuation NPOC « NPOC »   |   |

Fig. 35 Raccords secteur et gaz sur le multi N/C 2100S

Raccordement du câble secteur



#### ATTENTION

Toujours éteindre le multi N/C 2100S avant de connecter les composants du système !  
Avant de brancher le câble secteur, s'assurer que le commutateur principal sur la face arrière de l'appareil est en position « 0 » !

N'utiliser pour le raccordement au secteur que le câble pour appareils à froid (désignation VDE, longueur : 1,5 m). Il n'est pas autorisé de rallonger le câble d'alimentation !

**REMARQUE**

La condensation et les variations de température peuvent endommager certains composants de l'analyseur lors de la remise en service.

Laisser s'acclimater l'analyseur multi N/C 2100S au moins une heure après sa mise en place dans le laboratoire avant de le remettre en service.

Effectuer comme suit le branchement sur le secteur :

1. Connecter le câble d'alimentation pour appareils à froid au raccord secteur sur la face arrière de l'analyseur (4 à Fig. 35 p. 110).
2. Brancher le connecteur du câble d'alimentation pour appareils à froid à une prise de sécurité.

Raccordement de l'alimentation en gaz

**REMARQUE**

L'exploitant est responsable du raccordement au gaz nécessaire. S'assurer que la pression d'admission au réducteur de pression est comprise entre 4 et 6 bar.

Effectuer comme suit le branchement de gaz porteur :

1. Raccorder le tuyau d'alimentation fourni au réducteur de pression et au raccord « O<sub>2</sub>/Air » sur la face arrière de l'appareil (9 à Fig. 35 p. 110)
2. Raccorder le tuyau d'alimentation fourni au réducteur de pression et au raccord « aux gas » sur la face arrière de l'appareil (10 à Fig. 35 p. 110)
3. Régler l'alimentation en gaz sur le réducteur de pression entre 4 et 6 bar.

Les raccords côté appareil pour le gaz porteur et le gaz auxiliaire sont des raccords rapides :

- Le tuyau est placé dans le raccord et est aussitôt fixé.
- Pour défaire le tuyau, pousser vers l'arrière la bague rouge et tirer le tuyau hors du raccord.

Raccordement des accessoires

Raccorder le flacon de réactif et les accessoires comme suit :

1. Connecter le tuyau de déchets au raccord « waste » sur la face arrière de l'analyseur et insérer l'extrémité libre dans un réceptacle de déchets approprié ou dans une conduite d'évacuation.
2. Ouvrir la porte avant droite de l'analyseur et placer le flacon de réactif rempli d'acide phosphorique à 10 % avec le bac collecteur dans l'analyseur.
3. Raccorder le tuyau n° 22 au flacon de réactif contenant de l'acide phosphorique.

## 10 Mise au rebut

### 10.1 Eaux usagées



---

**REMARQUE**

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

---

Les analyses effectuées par le multi N/C 2100S produisent des eaux usagées. Celles-ci contiennent, selon le mode de mesure, de l'acide phosphorique dilué et de l'échantillon.

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

### 10.2 Piège à halogènes

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

### 10.3 Catalyseur



---

**REMARQUE**

Mettre au rebut le catalyseur usagé conformément aux réglementations locales (encadré sur les déchets : catalyseur usagé,  $\text{Pt}(\text{Al}_2\text{O}_3)$  ou  $\text{CeO}_2$ ).

---

Analytik Jena GmbH se charge de la mise au rebut du catalyseur spécial. Veuillez-vous adresser au service après-vente (voir page de garde).

### 10.4 Analyseur

Le multi N/C 2100S doit être éliminée avec ses composants électroniques dès l'expiration de la durée de vie de l'appareil et conformément à la législation en vigueur sur les déchets électroniques.

# 11 Spécifications

## 11.1 Caractéristiques techniques

Caractéristiques générales	
Désignation / type	multi N/C 2100S multi N/C 2100S pharma
Dimensions	Appareil de base (B x H x T) 513 x 464 x 540 mm
Masse	env. 28 kg
Données de processus	
Principe d'attaque	Oxydation thermocatalytique
Température d'attaque	jusqu'à 950°C, selon le catalyseur
Catalyseur	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ pour les échantillons liquides</li> <li>▪ pour le module pour solides interne</li> </ul>	Pt(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) pour multi N/C CeO <sub>2</sub> (catalyseur spécial pour multi N/C)
Procédé de mesure	TC, TIC, TOC (Méthode différentielle), NPOC, TN <sub>b</sub>
Détection du carbone	NDIR (couplé avec le procédé VITA)
Détection de l'azote	CLD ChD (pas pour multi N/C 2100S pharma)
Volume d'échantillon	50 – 500 µl
Qualité de distribution des particules	conforme à DIN EN 1484 uniquement pour les pointes à bonne distribution de particules
Alimentation des échantillons	Injection directe par une vanne sans septum
Alimentation en gaz (Gaz porteur /gaz auxiliaire NPOC/gaz auxiliaire pour vanne d'injecteur)	oxygène (au moins 4,5) Pression d'admission de 4 - 6 bar ou Air synthétique (sans HC, sans CO <sub>2</sub> ) Fourniture à partir de bouteilles de gaz comprimé ou d'air comprimé purifié via un générateur de gaz TOC. Exigences en matière de pureté : CO <sub>2</sub> < 1 ppm Hydrocarbures < 0,5 ppm (à CH <sub>4</sub> ) Pression d'alimentation : min. 5 bar (72 psi) Débit disponible : min. 300 ml/min
Consommation de gaz :	
totale	environ 15 l/h, selon le mode de mesure
Débit de gaz de mesure	160 ± 10 ml/min
Débit de gaz sortant	env. 50 – 160 ml/min
Débit de gaz de mesure pour module pour solides interne (en option)	400 ± 10 ml/min

Commande / évaluation (logiciel de commande et d'évaluation multiWin)	Graphiques en temps réel, affichage du statut pendant l'analyse, représentation graphique des résultats de la mesure, impression des résultats Intégrité des données et conformité aux exigences de la FDA 21 CFR Part 11 et EudraLex Vol. 4 Annexe 11 (pour multiWin pharma)	
<b>Paramètres électriques</b>		
Connexion	230 V AC, en option 115 V AC, 50/60 Hz	
Protection	230 V : T 6,3 A H 115 V : T 6,3 A H (N'utiliser que des fusibles originaux d'Analytik Jena GmbH)	
puissance absorbée moyenne type	400 VA	
Interface PC	USB 2.0	
<b>Conditions environnementales</b>		
Température de stockage	5 – 55 °C	
Température d'exploitation	10 – 35 °C	
Humidité ambiante en exploitation	90 % à +30°C max.	
Humidité ambiante de stockage	10 – 30 % (utiliser un agent desséchant)	
Pression atmosphérique	0,7 – 1,06 bar	
Équipement minimal de l'unité de commande et d'évaluation	Système d'exploitation :	Windows 7 Professional ou plus, 32 ou 64 bit
	Processeur :	3,2 GHz ou plus
	RAM :	au moins 4 GB
	Mémoire disponible sur le disque dur :	au moins 40 GB
	Lecteur :	lecteur CD/DVD (pour installer le logiciel multiWin)
	Résolution de l'écran :	au moins 1024 x 768
	Interfaces	au moins 1 interface USB 2.0 pour raccorder le multi N/C

## 11.2 Directives et normes

Classe et type de protection	L'analyseur appartient à la classe de protection I. Le boîtier a la classe de protection IP 20.
Sécurité de l'appareil	L'analyseur est conforme aux normes de sécurité <ul style="list-style-type: none"><li>▪ EN 61010-1</li><li>▪ EN 61010-2-081</li><li>▪ EN 61010-2-010</li><li>▪ EN 61010-2-051 (avec un passeur d'échantillons)</li></ul>
Compatibilité CEM	L'analyseur a été soumis à des tests d'émission et de résistance aux perturbations. Il est conforme aux exigences d'émissions parasites selon la norme <ul style="list-style-type: none"><li>▪ EN 61326-1 (EN 55011 Groupe 1, Classe B)</li></ul> Il est conforme aux exigences de résistance aux perturbations selon la norme <ul style="list-style-type: none"><li>▪ EN 61326-1 (exigences relatives à l'utilisation en environnement électromagnétique élémentaire)</li></ul>
Compatibilité avec l'environnement	L'analyseur a été soumis à des tests établissant sa compatibilité avec l'environnement. Il est conforme aux exigences de <ul style="list-style-type: none"><li>▪ ISO 9022-3</li><li>▪ ISO 9022-2</li></ul>
Directives UE	L'analyseur est fabriqué et testé selon des normes qui renferment les exigences stipulées dans les directives de l'UE 2014/35/UE et 2014/30/UE. À sa sortie de l'usine, chaque analyseur est en parfait état de fonctionnement et bénéficie d'une parfaite sécurité technique.  Pour conserver le bon état de l'appareil et assurer son fonctionnement sans risque, l'utilisateur se doit de respecter les consignes de sécurité et de travail indiquées dans ce manuel. Pour les accessoires et les composants du système fournis par d'autres fabricants, ce sont leurs manuels qui prévalent.
Directives chinoises	L'appareil contient des substances réglementées (par la directive « Management Methods for the Restriction of the Use of Hazardous Substances in Electrical and Electronic Products »). En cas d'utilisation de l'appareil conformément à l'usage prévu, la société Analytik Jena garantit que ces substances ne vont pas s'échapper dans les 25 prochaines années et que pendant cette période, elles ne constituent pas un risque pour l'environnement et la santé.